

## LC-MS/MS法检测化妆品中米诺地尔等7组分含量解决方案

### The Application Solution for Determination of Minoxidil and Other 6 Kinds of Components in Cosmetics by LC-MS/MS Method

李志远<sup>1</sup>, 刘嘉乐<sup>2</sup>, 李正刚<sup>2</sup>, 刘冰洁<sup>1</sup>, 李立军<sup>1</sup>, 郭立海<sup>1</sup>  
Li Zhiyuan<sup>1</sup>, Liu Jiale<sup>2</sup>, Li Zhenggang<sup>2</sup>, Liu Bingjie<sup>1</sup>, Li Lijun<sup>1</sup>, Guo Lihai<sup>1</sup>

SCIEX China<sup>1</sup>  
四平市食品药品检验所, 吉林省四平市, 中国<sup>2</sup>

**Key Words:** LC-MS/MS, MRM, Minoxidil, cosmetics

#### 简介

为了满足我国化妆品监管实际的需要, 结合行业发展和科学认识的提高, 在2015年国家食品药品监督管理总局组织对旧版的卫生规范进行修订并推出了《化妆品安全技术规范》(2015版), 其中明确了米诺地尔等7组分被列为禁用组分。

本文主要针对于《化妆品安全技术规范》(2015版), 目的在于建立一个LC-MS/MS法检测化妆品中的米诺地尔等7组分的含量。

#### 本方法具有以下特点

1. 本方法涵盖了《化妆品安全技术规范》(2015版)中的全部7种化合物, 包括: 米诺地尔、氢化可的松、螺内酯、雌酮、坎利酮、醋酸曲安奈德、黄体酮。
2. 米诺地尔等7种化合物的定量下限完全满足《化妆品安全技术规范》(2015版)的要求。
3. 该方法对于同分异构体螺内酯和坎利酮分离度可以达到基线分离, 可以进行定量分析。
4. 该方法简单、快速、灵敏度高, 重现性好。

#### 仪器设备

ExionLC™ 液相系统  
SCIEX Triple Quad™ 质谱系统



#### 色谱条件:

色谱柱	Phenomenex Kinetex C18 (50 × 3.0 mm, 2.6 μm)
流动相A	水 (含0.2%甲酸)
流动相B	甲醇
流速	0.4 mL/min
柱温	40 °C
进样量	20 μL
梯度洗脱	

Time ( min )	B%
0	15
1	15
2.5	60
5	60
6	95
7	95
7.1	15
10	15

### 质谱条件:

离子源	ESI+
CUR	25 psi
CAD	Medium
IS	5500 V
TEM	550 °C
GS1	55 psi
GS2	60 psi

MRM离子对信息如下:

化合物	Q1	Q3	DP	CE
米诺地尔	210.1	193.2	75	22
	210.1	164.1	75	34
氢化可的松	363.2	327.1	105	23
	363.2	121	105	31
螺内酯	341.2	107.2	120	45
	341.2	91	120	79
雌酮	271.2	253.3	95	18
	271.2	132.9	95	30
坎利酮	341.2	107.2	120	45
	341.2	91	120	79
醋酸曲安奈德	477	457.1	95	14
	477	439	95	21
黄体酮	315.2	109.1	105	40
	315.2	96.9	105	28

### 样品的前处理

称取样品1.0 g至于50 mL离心管中, 加入1 mL饱和氯化钠溶液, 涡旋30 s, 加入乙腈9 mL, 涡旋30 s, 超声30 min, 13000r·min<sup>-1</sup>高速离心15 min后, 取上清液进样分析。

### 实验结果

1. 米诺地尔等7种组分MRM典型色谱图:

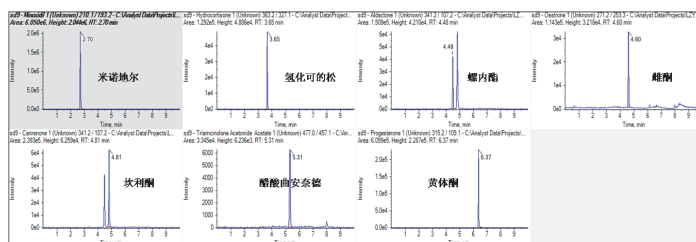
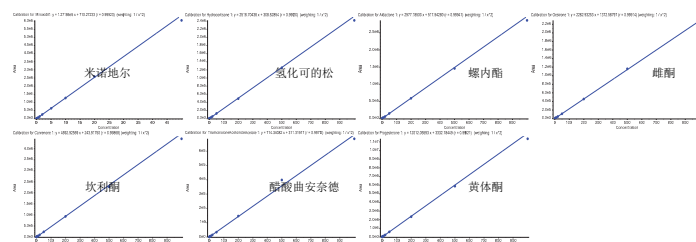


图1. 米诺地尔等7种组分典型色谱图。

从色谱图中可以看到为同分异构体的螺内酯和坎利酮分离度可以达到基线分离, 可以进行定量分析。

2. 米诺地尔等7种组分标准曲线如下, 各化合物的线性关系良好 ( $r > 0.995$ ), 可用于实际样品的检测。



3. 本方法的定量下限均优于现行技术规范, 见表1。

表1. 本方法与化妆品安全技术规范 (2015版) 的测定下限。

化合物	英文名	定量下限 (ng/g)	
		化妆品安全技术规范 (2015版)	本方法
米诺地尔	Minoxidil	5	0.025
氢化可的松	Hydrocortisone	20	0.2
螺内酯	Aldactone	20	1
雌酮	Oestrone	100	2
坎利酮	Canrenone	20	0.5
醋酸曲安奈德	Triamcinolone Acetonide Acetate	5	1
黄体酮	Progesterone	10	0.5

4. 回收率实验和重现性考察：实际样品检测结果表明，米诺地尔等7种组分在5.0 ng/g和20.0 ng/g浓度下的回收率（Accuracy）均大于90%，表明该方法回收率良好；此外，两浓度水平下米诺地尔等7种组分的CV %值均小于5%，表明该方法的重现性良好，结果见表2。

表2. 在5.0 ng/g和20.0 ng/g浓度下米诺地尔等7种组分的回收率和重现性。

Row	Component Name	Actual Concentration	Num. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV	Accuracy
1	Minoxidil 1	5.0000	5 of 5	4.9931	0.1092	2.19	99.86
2	Minoxidil 1	20.0000	5 of 5	19.6362	0.5234	2.67	98.18
3	Hydrocortisone 1	5.0000	5 of 5	5.1668	0.1492	2.89	103.34
4	Hydrocortisone 1	20.0000	5 of 5	20.1240	0.7875	3.91	100.62
5	Aldactone 1	5.0000	5 of 5	5.0839	0.1729	3.40	101.68
6	Aldactone 1	20.0000	5 of 5	19.4811	0.6607	3.39	97.41
7	Oestrone 1	5.0000	5 of 5	4.9914	0.1474	2.95	99.83
8	Oestrone 1	20.0000	5 of 5	19.3641	0.4740	2.45	96.82
9	Canrenone 1	5.0000	5 of 5	4.8330	0.1584	3.28	96.66
10	Canrenone 1	20.0000	5 of 5	20.1350	0.2785	1.38	100.68
11	Triamcinolone Ace...	5.0000	5 of 5	4.8226	0.1196	2.48	96.45
12	Triamcinolone Ace...	20.0000	5 of 5	19.4544	0.6372	3.28	97.27
13	Progesterone 1	5.0000	5 of 5	4.9370	0.1369	2.77	98.74
14	Progesterone 1	20.0000	5 of 5	19.4837	0.6762	3.47	97.42

## 总结

本文在SCIEX Triple Quad™ 质谱系统平台上建立了一套米诺地尔等7种组分的LC-MS/MS定量分析方法，该方法对于同分异构体螺内酯和坎利酮分离度能够达到基线分离，可以进行定量分析，此外，该方法完全能够满足《化妆品安全技术规范》（2015版）中米诺地尔等7种组分的定量检测要求，且该方法的定量下限优于《化妆品安全技术规范》（2015版），该方法简单、快速、灵敏度高，重现性好，适用于准确定量化妆品中米诺地尔等7种组分的含量。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。

获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅 <https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。

本文提及的商标和/或注册商标的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。AB SCIEX™ 商标经许可使用。

© 2019 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-10671-ZH-A



### SCIEX中国公司

北京分公司  
地址：北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话：010-5808 1388  
传真：010-5808 1390

上海公司及中国区应用支持中心  
地址：上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话：021-2419 7200  
传真：021-2419 7333

广州分公司  
地址：广州市天河区珠江江西路15号  
珠江城1907室  
电话：020-8510 0200  
传真：020-3876 0835

全国免费垂询电话：800 820 3488, 400 821 3897 网址：sciex.com.cn 官方微信：ABSciex-China