

# LC-MS/MS快速检测化妆品中脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯

## Determination of Dehydroandrographolide succinate in Cosmetics by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海  
Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

**Key words:** SCIEX Triple Quad; Cosmetics;  
Dehydroandrographolide succinate

脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯 (Dehydroandrographolide succinate) 是植物穿心莲提取物穿心莲内酯经酯化、脱水、成盐精制而成。作为炎琥宁、穿琥宁等中药注射液的主要成分, 脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯具有免疫刺激、抗感染和抗炎等作用, 因此被广泛应用于病毒性肺炎和病毒性上呼吸道感染的治疗。目前, 2021年国家药监局修订发布的《已使用化妆品原料目录》中, 未收录名称含有“脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯”的化妆品原料。国家药监局也未注册或者备案任何“脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯”相关的化妆品原料。因此, 将脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯等类似物作为化妆品原料用于化妆品生产, 违反了《化妆品监督管理条例》的有关规定。

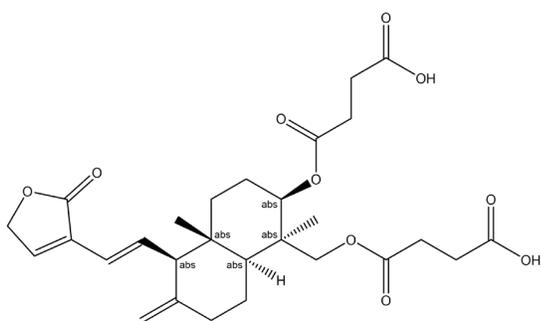


图1. 脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯化学结构式

针对脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯在化妆品中的非法添加, 2022年国家药监局发布第119号公告, 公告给出了脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯在化妆品中非法添加的官方检测方法。根据相关公告, 我们在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了化妆品中脱水穿心莲

内酯琥珀酸半酯的检测方法, 方法具有良好灵敏度及重现性, 可用于化妆品中脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯非法添加的检测。

### 本方法具有如下特点:

1. 检测条件遵循相关法规, 拿来即用, 可快速帮助客户在SCIEX仪器上完成相关项目分析, 无需进行方法偏离等验证工作。
2. 仪器采用正负模式切换同时采集且灵敏度高: 化妆品复杂基质中脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯的检出下限低于国家相关法规。
3. 抗基质干扰: SCIEX Turbo V™离子源具有强大的抗基质干扰能力, 减少仪器的维护频次。

### 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



### 样品处理:

样品处理参考国家药监局2022年第119号公告, 《化妆品中脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯的测定》进行处理。

**色谱方法:**

色谱柱: C18, 1.8  $\mu\text{m}$ , 2.1 mm  $\times$  100 mm

流动相: A: 水 (含0.1%乙酸)

B: 甲醇

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	40
0.50	0.3000	40
3.00	0.3000	98
7.50	0.3000	98
7.60	0.3000	40

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40°C;

**质谱方法:**

扫描方式: 负模式 MRM

离子源: ESI

离子源参数:

IS电压: -4500V

气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GAS1: 30 psi

辅助加热器 GAS2: 35 psi

源温度 TEM: 450°C

碰撞气 CAD: Medium

离子对列表

化合物名称	Q1	Q3	DP	CE
脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯	531.1	99	-85	-55
		431.2		-19

**实验结果**

化合物提取离子流色谱图

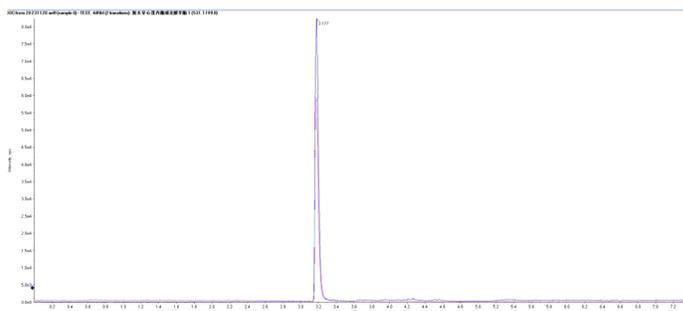


图2. 脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯的提取离子流色谱图

## 1. 线性, 回归方程及回归系数

使用空白基质配制0.1~25 ng/mL标准测试液, 相关曲线见图3, 回归系数 $r > 0.999$ , 方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

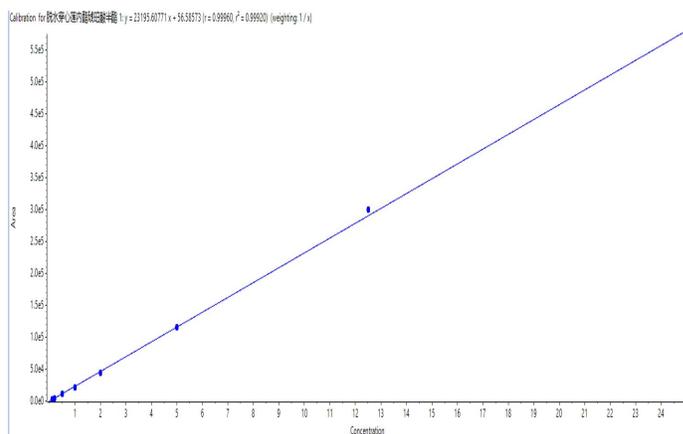


图3. 脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯的校准曲线

2. 灵敏度及重现性考察, 根据国家药监局2022年第119号公告, 按取样量0.2g计, 经处理后化妆品供试液中脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯的检测低限需低于0.32 ng/mL, 本方法中空白基质添加浓度为0.1 ng/mL的脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯供试液依然具有很好的灵敏度, 充分满足相关通告的要求。

使用脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯浓度为0.2 ng/mL、2 ng/mL、25 ng/mL的基质标准溶液, 连续进样6针, 所有化合物RSD值均小于2%, 表明方法具有良好的重现性。

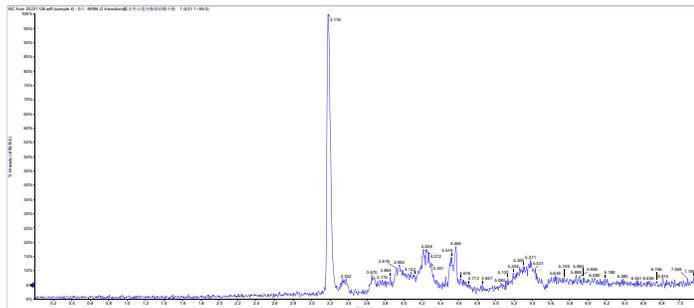


图4. 0.1 ng/mL脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯基质添加溶液的色谱图

表1. 脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯的重现性

化合物名称	0.2 ng/mL RSD%(n=6)	2 ng/mL RSD%(n=6)	25 ng/mL RSD%(n=6)
脱水穿心莲内酯 琥珀酸半酯	1.83	1.92	1.51

## 总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上，建立了化妆品中脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯非法添加物的LC-MS/MS检验方法，方法快速简便，灵敏度结果显示其检出限值低于相关标准规定，可满足膏霜乳类、液体类、凝胶类、贴膜类化妆品的相关检测需求。

## 参考文献

1. 国家药监局2022年第119号公告，《化妆品中脱水穿心莲内酯琥珀酸半酯的测定》

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，也包括相关的标识、标志的所有权，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。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15848-ZH-A



### SCIEX中国

北京分公司  
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  
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心  
上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话：021-2419-7201  
传真：021-2419-7333  
官网：[sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州办公室  
广州国际生物岛星岛环北路1号  
B2栋501、502单元  
电话：020-8842-4017

官方微信：[SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)