



化妆品中地氯雷他定等 51 种原料的检验方法

1、范围

本方法规定了采用高效液相色谱-质谱法测定化妆品中的地氯雷他定等 51 种原料，包括定性与定量。

本方法适用于膏霜乳液类、液态水基类、液态油基类、凝胶类、面膜类、粉类、蜡基类等化妆品中地氯雷他定等 51 种原料的定性与定量。

2、试剂和材料

- 1) 10 mmol/L 乙酸铵溶液：称取乙酸铵 0.77 g，加水 1000 mL 溶解，用 0.22 μ m 滤膜过滤。
- 2) 10 mmol/L 乙酸铵甲醇溶液：称取乙酸铵 0.77 g，加甲醇 1000 mL 溶解，摇匀。
- 3) 混合标准工作溶液：称取地氯雷他定等 51 种原料的混合标准品（100 μ g/mL）100 μ L 置于 1mL 棕色容量瓶中，加甲醇使溶解并定容至刻度，摇匀，即得质量浓度为 1.0 μ g/mL 的标准储备溶液。置于 -18 $^{\circ}$ C 冰箱中贮存。

3、样品处理

准确称取化妆水样品 0.2 g（精确到 0.0001 g），置于 50 mL 具塞比色管中，加入 10 mmol/L 乙酸铵甲醇溶液 20 mL，涡旋 30 s，使样品分散，冰浴超声 20 min，用 10 mmol/L 乙酸铵甲醇溶液定容至刻度，摇匀。必要时以 10000 r/min 离心 5 min。取上清液经 0.22 μ m 微孔滤膜过滤，续滤液作为待测溶液。待测溶液需在 4 $^{\circ}$ C 条件下 24 h 内完成测定。



4、色谱条件

UPLC 条件

色谱柱：月旭 Ultimate XB-C18 柱 (3.0 mm×100 mm, 1.8μm)

流动相：A：10 mmol/L 乙酸铵溶液，B：甲醇，洗脱梯度详见表 1

流速：0.3mL/min

柱温：30℃

进样量：2μL

表 1 梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	90	10
4	50	50
6	35	65
14	0	100
20	0	100
20.1	90	10
25	90	10

1. 正离子模式质谱条件

离子源：电喷雾离子源 (ESI)；

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：多反应监测 (MRM) 模式；

离子喷雾电压：5500 V；离子源温度：500℃；

气帘气 (CUR) 10 psi；雾化气 (GS1) 55 psi；辅助气 (GS2) 20 psi。

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500



表 2 多反应监测模式 (MRM) 参数 (正离子)

序号	化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	锥孔电压 (V)	碰撞能量 (eV)
1	法莫替丁	338.1	189.1*	20	28
			259.1		15
2	雷尼替丁	315.2	176.0*	54	23
			130.0		31
3	西咪替丁	253.1	159.2*	59	18
			117.0		20
4	尼扎替丁	332.1	155.0*	63	25
			232.1		22
5	非尼拉敏	241.2	196.1*	41	19
			167.0		46
6	多西拉敏	271.1	182.2*	50	19
			167.1		42
7	依匹斯汀	250.1	193.0*	106	46
			131.0		41
8	阿伐斯汀	349.2	278.0*	58	23
			260.0		34
9	美沙吡林	262.2	217.1*	9	17
			119.3		28
10	奥洛他定	338.2	165.0*	42	24
			247.1		31
11	二氧丙嗪	317.2	86.2*	41	32
			272.1		31
12	贝托斯汀	389.1	202.0*	73	29
			167.0		51



13	依美斯汀	303.3	246.0*	55	33
			174.0		41
14	曲吡那敏	256.2	211.1*	46	18
			91.1		43
15	氯苯那敏	275.1	230.1*	53	23
			167.1		49
16	非索非那定	502.3	466.0*	155	38
			171.0		47
17	溴苯那敏	319.1	273.9*	18	21
			167.0		55
18	曲普利啶	279.2	208.0*	49	19
			193.0		43
19	苯海拉明	256.2	167.1*	5	13
			165.0		14
20	地氯雷他定	311.1	259.1*	85	29
			294.1		26
21	酮替芬	310.2	96.1*	95	28
			82.0		64
22	拉呋替丁	432.2	351.2*	43	23
			193.1		2
23	西替利嗪	389.1	201.0*	119	26
			166.1		61
24	氮卓斯汀	382.1	112.0*	11	30
			58.2		83
25	二苯拉林	282.2	167.1*	54	35
			152.1		57
26	美唑他嗪	323.2	83.1	61	58
			212.0*		39



27	咪唑斯汀	433.2	109.0	31	70
			308.0*		32
28	去氯羟嗪	341.2	167.0*	57	27
			165.0		27
29	赛克利嗪	267.1	167.1*	33	18
			152.1		51
30	氯苯沙明	304.2	215.1*	46	25
			179.1		43
31	异丙嗪	285.1	86.2*	65	19
			198.0		29
32	赛庚啉	288.2	96.2*	63	29
			191.0		40
33	氯马斯汀	344.2	215.0*	41	27
			130.0		16
34	羟嗪	375.2	201.0*	67	24
			166.1		56
35	阿司咪唑	459.3	135.1*	60	39
			218.1		33
36	司他斯汀	358.2	215.0*	35	21
			144.1		15
37	氯丙嗪	319.1	86.2*	71	23
			58.0		56
38	特非那定	472.3	436.3*	71	35
			454.3		29
39	氯环利嗪	301.2	201.0*	53	17
			166.0		51
40	奋乃静	404.2	171.1*	51	30
			143.2		37



41	氯雷他定	383.1	337.0*	92	32
			267.0		47
42	克立咪唑	326.2	84.1*	76	46
			255.0		25
43	卢帕他定	416.2	309.0*	53	24
			282.0		31
44	氟奋乃静	438.2	171.1*	111	31
			143.1		36
45	洛美利嗪	469.2	181.0*	75	23
			166.0		52
46	氟桂利嗪	405.2	405.2*	59	9
			203.0		23
47	桂利嗪	369.2	167.0*	57	19
			152.0		67
48	依巴斯汀	470.3	167.0*	85	35
			203.0		36
49	美克洛嗪	391.2	201.0*	71	22
			165.0		59

2. 负离子模式质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；

扫描方式：负离子扫描；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；

离子喷雾电压：-4500 V；离子源温度：500℃；

气帘气（CUR）10 psi；雾化气（GS1）55 psi；辅助气（GS2）10 psi。

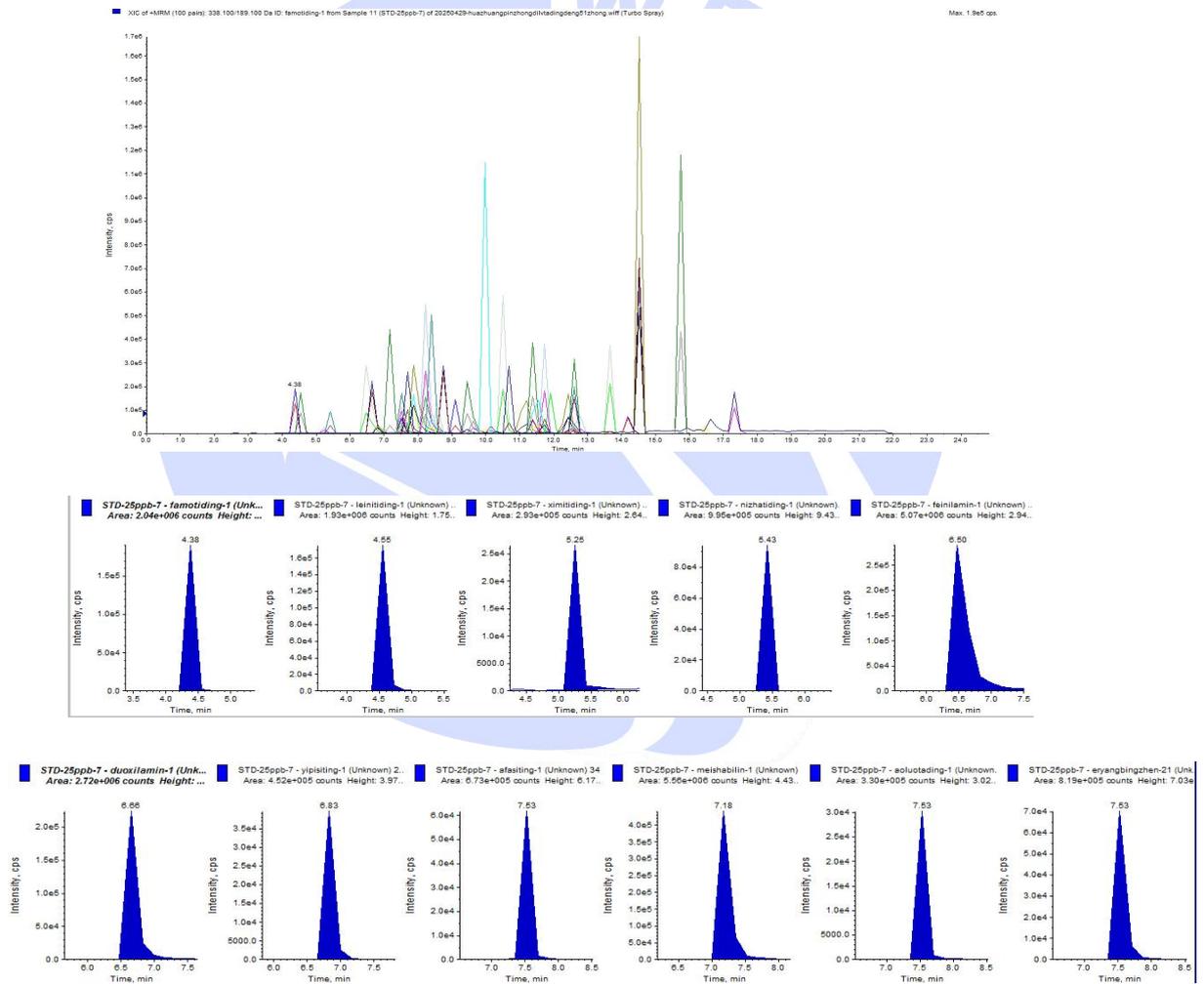
液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500

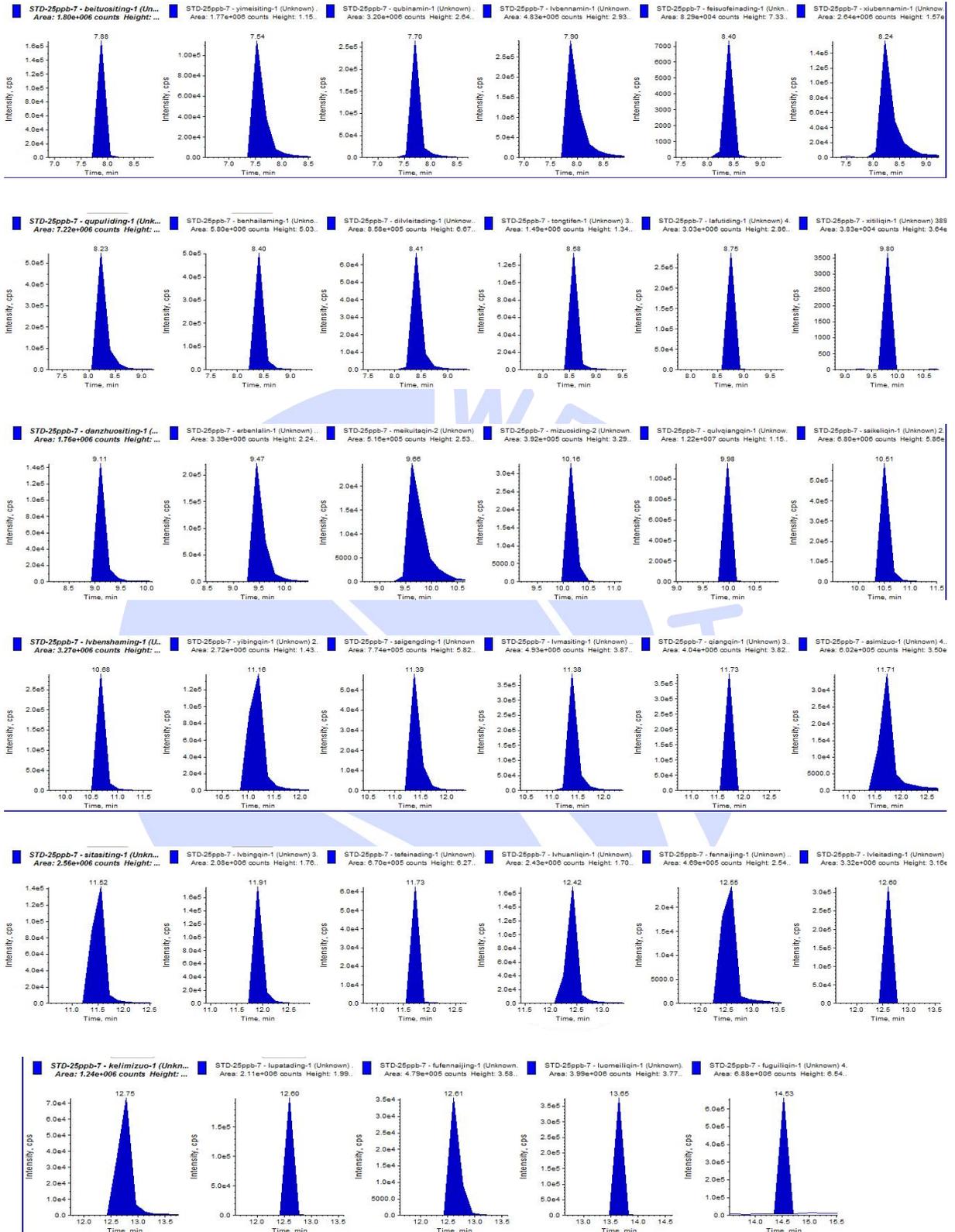


表 3 多反应监测模式 (MRM) 参数 (负离子)

序号	化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	锥孔电压 (V)	碰撞能量 (eV)
1	曲尼司特	326.1	266.0*	-132	-30
			282.0		-22

5、色谱图或者加标回收率结果





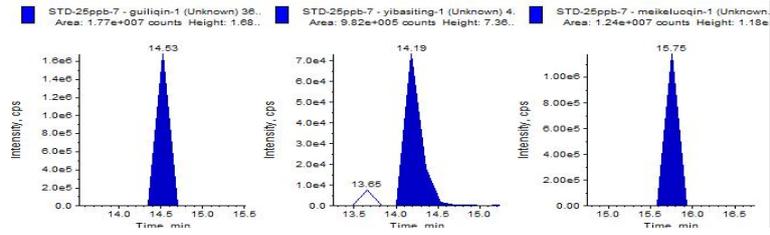


图 1. 混合对照溶液 25ng/mL 图谱 (正离子模式)

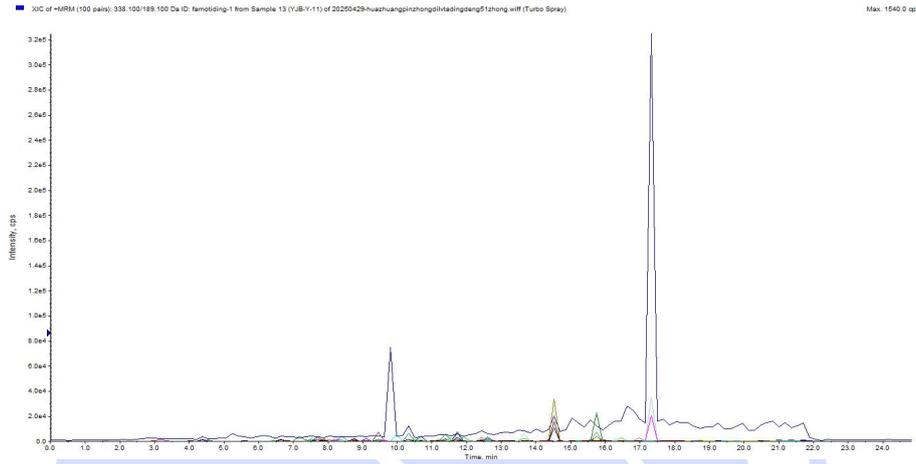


图 2. 化妆水样品空白图谱 (正离子模式)

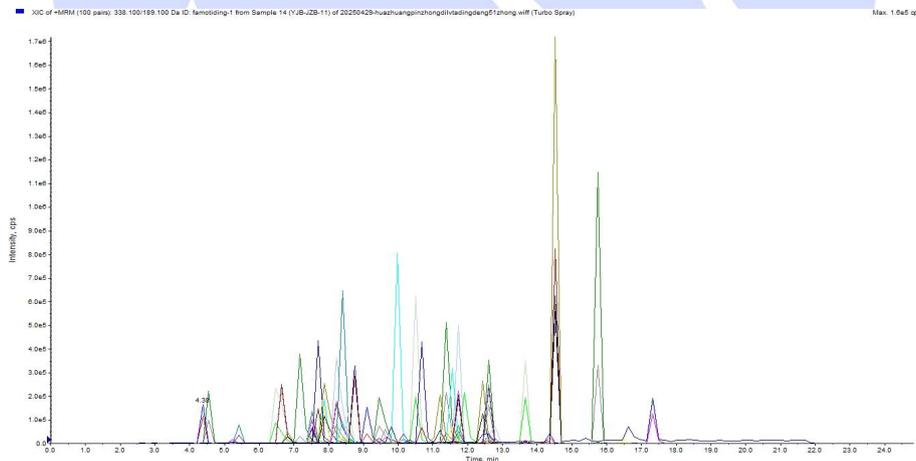


图 3. 化妆水样品基质标图谱 (正离子模式)

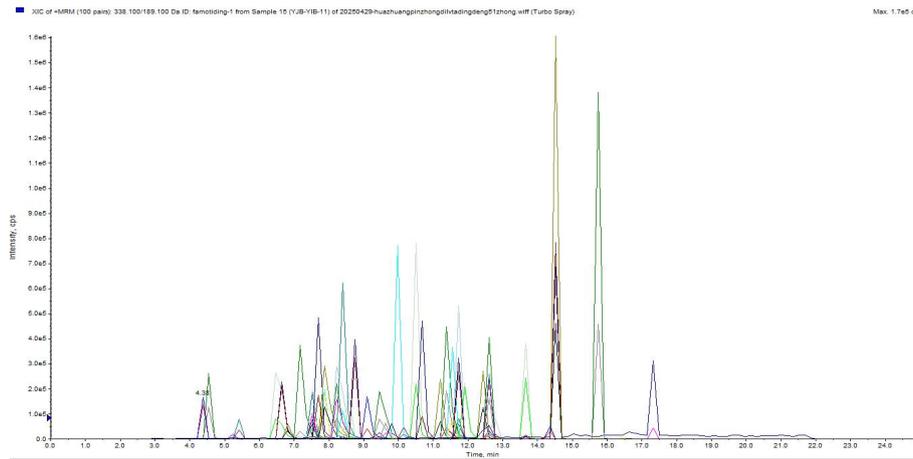


图 4. 化妆品样品加标图谱（正离子模式）

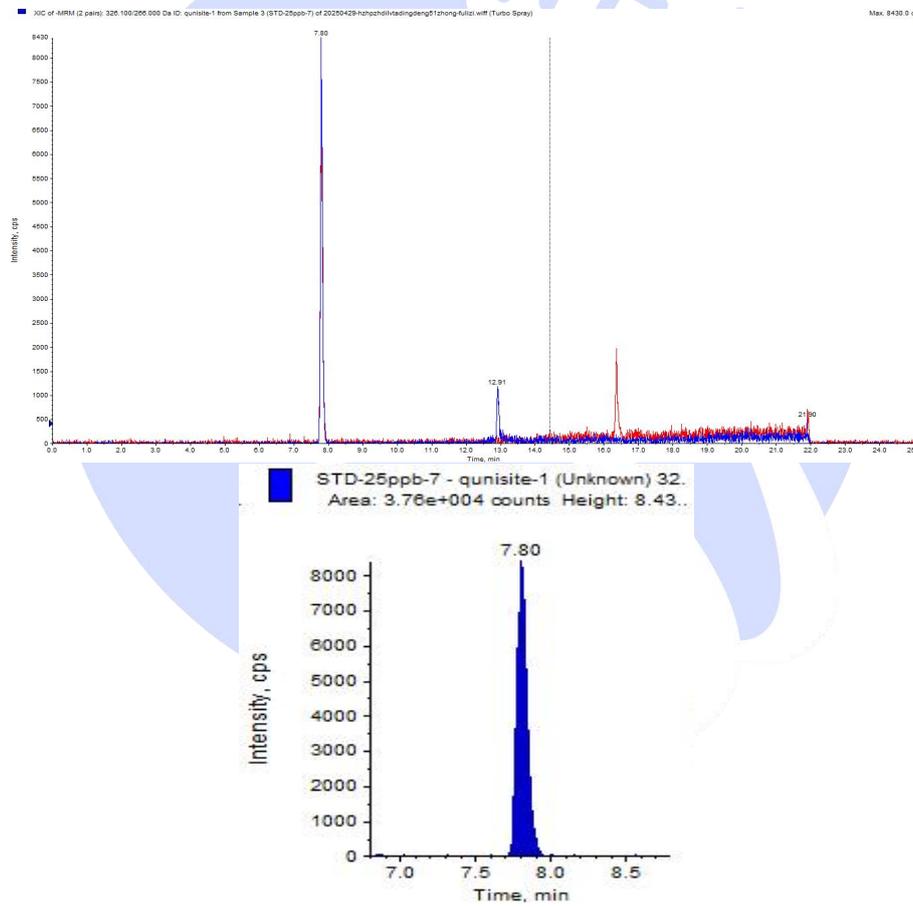


图 5. 混合对照溶液 25ng/mL 图谱（负离子模式）

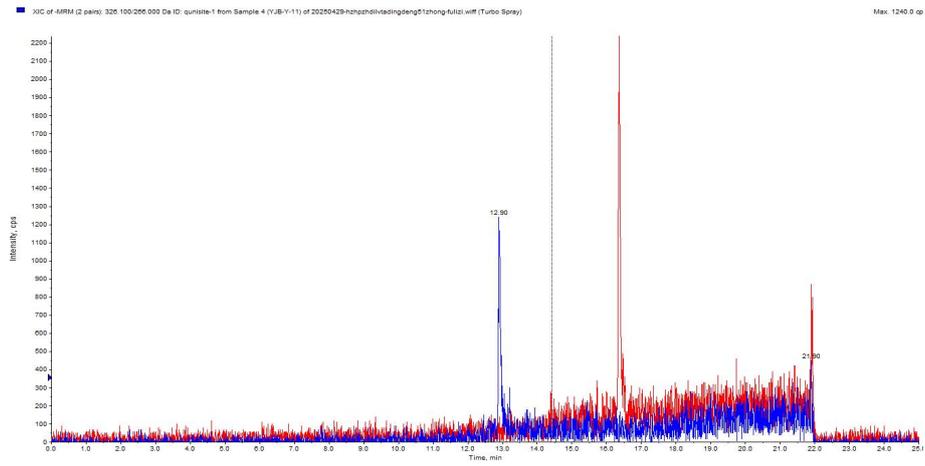


图 6. 化妆水样品空白图谱（负离子模式）

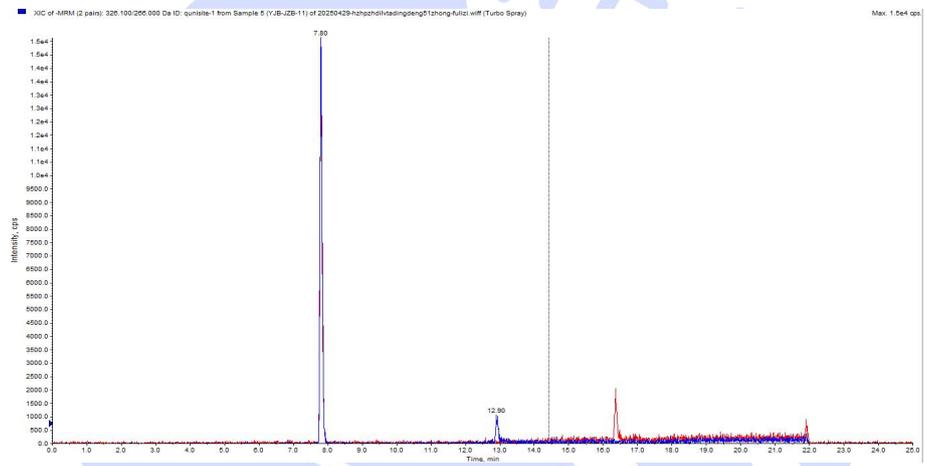


图 7. 化妆水样品基质标图谱（负离子模式）

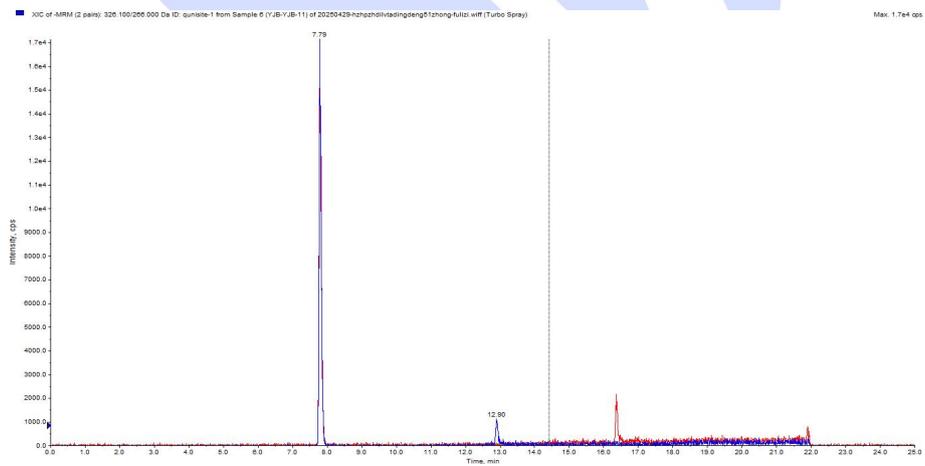


图 8. 化妆水样品样加标图谱（负离子模式）



表 4. 化妆水基质加标回收率表

序号	物质名称	回收率	RSD
1	法莫替丁	111.95%	8.31%
2	雷尼替丁	113.76%	2.90%
3	西咪替丁	104.34%	3.28%
4	尼扎替丁	97.04%	4.49%
5	非尼拉敏	104.83%	6.57%
6	多西拉敏	97.25%	7.31%
7	依匹斯汀	112.40%	6.51%
8	阿伐斯汀	95.00%	5.40%
9	美沙吡林	93.07%	8.17%
10	奥洛他定	95.02%	6.87%
11	二氧丙嗪	111.95%	7.98%
12	贝托斯汀	102.19%	6.87%
13	依美斯汀	98.09%	3.55%
14	曲吡那敏	108.55%	4.97%
15	氯苯那敏	112.05%	3.77%
16	非索非那定	111.88%	0.51%
17	溴苯那敏	110.70%	8.20%
18	曲普利啶	97.62%	4.15%
19	苯海拉明	93.37%	4.47%
20	地氯雷他定	113.94%	7.76%
21	酮替芬	109.39%	9.26%
22	拉呋替丁	113.58%	4.60%
23	西替利嗪	94.79%	6.70%
24	氮卓斯汀	110.81%	4.05%
25	二苯拉林	98.32%	5.78%



26	美噻他嗪	109.33%	4.23%
27	咪唑斯汀	112.46%	5.98%
28	去氯羟嗪	92.86%	6.77%
29	赛克利嗪	113.29%	4.84%
30	氯苯沙明	113.56%	3.44%
31	异丙嗪	112.36%	6.07%
32	赛庚啉	93.33%	7.29%
33	氯马斯汀	95.31%	5.86%
34	羟嗪	101.01%	5.37%
35	阿司咪唑	100.59%	8.32%
36	司他斯汀	111.64%	9.72%
37	氯丙嗪	101.17%	6.20%
38	特非那定	113.97%	8.08%
39	氯环利嗪	112.25%	7.67%
40	奋乃静	96.78%	7.91%
41	氯雷他定	108.00%	4.46%
42	克立咪唑	104.85%	4.65%
43	卢帕他定	102.56%	7.76%
44	氟奋乃静	94.77%	3.44%
45	洛美利嗪	112.60%	6.26%
46	氟桂利嗪	110.51%	4.80%
47	桂利嗪	95.80%	8.88%
48	依巴斯汀	112.61%	7.76%
49	美克洛嗪	112.92%	2.44%
50	曲尼司特	108.03%	1.11%



6、相关产品信息

货号	名称	规格
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,15mL,50/包
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫,9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-11021	UHPLC 色谱柱	Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 μ m, 3.0 \times 100mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22 μ m,100pk