



An UPLC-MS/MS Method for Highly Selective and Sensitive Determination of Jiangxienone from *Cordyceps jiangxiensis* with Potent Antitumor Activity

Yuan-Yuan LIU¹, Jian-Jiang ZHONG², & Jian-Hui XIAO^{1*}

¹ Universities Center for Translational Medicine of Guizhou Province, Affiliated Hospital of Zunyi Medical University, 149 Dalian Road, Zunyi 563000, PR China

² State Key Laboratory of Microbial Metabolism, and School of Life Science & Biotechnology, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, PR China

SUMMARY. A rapid, selective, and sensitive reversed-phased ultra-performance liquid chromatography coupled with electrospray-tandem mass spectrometry (UPLC-ESI-MS/MS) method was developed and validated for the qualitative and quantitative determination of jiangxienone from traditional Chinese medicinal mushroom *Cordyceps jiangxiensis* using dexamethasone as an internal standard (I.S.). The analysis was performed on an Acquity UPLC™ C₁₈ column using gradient elution with a mobile phase of 0.1% acetic acid and acetonitrile over 20 min. A tandem quadrupole spectrometer operating in either full scan mode or in MS/MS mode for multiple reaction monitoring (MRM) was used for the qualitative and quantitative analysis of the constituents, respectively. According to the mass spectrometric fragmentation mechanism and UPLC-ESI-MS/MS data, jiangxienone was identified and quantified. The calibration curve showed good linearity with $R^2 = 0.998$ within the test range. The relative standard deviations (R.S.D.) for intra- and inter-day precisions were less than 10.1%. The mean recoveries of jiangxienone ranged from 95.1 to 100.1% with the %R.S.D. range of 5.1-7.9%. The limits of detection and quantification were 0.25 and 0.49 ng/mL for jiangxienone, respectively. The developed method was successfully applied to quantify jiangxienone in *C. jiangxiensis* for the first time.

RESUMEN. Un método rápido, selectivo y sensible de cromatografía líquida de fase inversa de ultra rendimiento junto con electrospray-espectrometría de masas (UPLC-ESI-MS/MS) fue desarrollado y validado para la determinación cualitativa y cuantitativa de jiangxienona de setas medicinales chinas tradicionales (*Cordyceps jiangxiensis*) usando dexametasona como estándar interno (IS). El análisis se realizó en una columna ACQUITY UPLC™ C₁₈ usando elución en gradiente con una fase móvil de 0,1% de ácido acético y acetonitrilo durante 20 min. Un espectrómetro de cuadrupolo en tándem que opera en modo de exploración, ya sea completa o en modo MS/MS para la monitorización de reacción múltiple (MRM), se usó para el análisis cualitativo y cuantitativo de los componentes, respectivamente. Jiangxienona fue identificada y cuantificada con el mecanismo de fragmentación de espectrometría de masas y los datos de UPLC-ESI-MS/MS. La curva de calibración mostró buena linealidad con $R^2 = 0.998$ en el rango de prueba. Las desviaciones estándar relativas (RSD) para las precisiones intra e inter-día fueron < 10,1%. Las recuperaciones medias de jiangxienona variaron desde 95,1 hasta 100,1% con RSD% entre 5.1 y 7.9%. Los límites de detección y cuantificación para jiangxienona fueron 0,25 y 0,49 ng/mL, respectivamente. El método desarrollado se aplicó con éxito para cuantificar por primera vez jiangxienona en *C. jiangxiensis*.

KEY WORDS: antitumor activity, *Cordyceps jiangxiensis*, jiangxienone, quantification, traditional Chinese medicine, UPLC-MS/MS.

* Author to whom correspondence should be addressed. E-mail: jhxiao@yahoo.com, jianhuixiao@126.com