

测试报告

| 样品信息 | | | |
|------|------------------|------|----------------------|
| 样品名称 | 化妆水、散粉、乳液 | 编号 | Z20220210-005 |
| 样品重量 | / | 剂型 | / |
| 收样日期 | 2022/2/10 | 测试期间 | 2022/2/14-2/16 |
| 样品描述 | / | | |
| 测试需求 | | | |
| 测试成分 | 6-甲基香豆素 | | |
| 参考标准 | | | |
| 参考标准 | 化妆品安全技术规范 2015 版 | 标样 | 自己提供 |
| 仪器信息 | | | |
| 测试仪器 | 高效液相色谱仪 | 仪器型号 | Thermo UltiMate 3000 |

● 色谱条件：

| | | | |
|------|---------------------------------------|---------------------------------|-------------|
| 色谱柱： | 月旭 Ultimate® AQ-C18 (4.6×250 mm,5 μm) | | |
| 流动相： | 时间 | 流动相 A% (0.02M 磷酸二氢钠, pH 调至 3.5) | 流动相 B% (甲醇) |
| | 0 | 45 | 55 |
| | 11 | 45 | 55 |
| | 12 | 10 | 90 |
| | 40 | 10 | 90 |
| | 45 | 45 | 55 |
| | 60 | 45 | 55 |
| 检测波长 | 275 nm | | |
| 柱温： | 30℃ | | |
| 流速： | 1.0 mL/min | | |
| 进样量： | 10 μL | | |



注意事项：

加标回收：加标水平 0.5 mg/kg

● **流动相的配置：**

0.02 M 磷酸二氢钠：精密称取磷酸二氢钠 3.12 g 再加水定容至 1000 mL，磷酸调 pH 至 3.5，经 0.45 μm 滤膜抽滤即得；

甲醇：取甲醇 500 mL，经 0.45 μm 滤膜抽滤即得；

● **样品溶液的配置：**

6-甲基香豆素标准储备液：精密称取 6-甲基香豆素 0.0024 g 于刻度管，用甲醇溶解稀释至 12 mL，混匀即得；

6-甲基香豆素标准系列溶液：取 6-甲基香豆素标准储备液适量，分别用甲醇配置浓度为 0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、3.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10 μg/mL 的标准系列溶液；

化妆水：精密称取化妆水 1.0379 g 于 10 mL 容量瓶中，加入 5 mL 甲醇，涡旋振荡混匀，超声提取 20 min，冷却至室温后，用甲醇稀释至刻度，混匀后转移至离心管中，以 5000 r/min 离心 5 min，上清液经 0.45 μm 滤膜过滤后即得；

乳液：精密称取乳液 1.0050 g 于 10 mL 容量瓶中，加入 5 mL 甲醇，涡旋振荡混匀，超声提取 20 min，冷却至室温后，用甲醇稀释至刻度，混匀后转移至离心管中，以 5000 r/min 离心 5 min，上清经 0.45 μm 滤膜过滤后即得；

散粉：精密称取散粉 1.0113 g 于 10 mL 容量瓶中，加入 5 mL 甲醇，涡旋振荡混匀，超声提取 20 min，冷却至室温后，用甲醇稀释至刻度，混匀后转移至离心管中，以 5000 r/min 离心 5 min，上清经 0.45 μm 滤膜过滤后即得；

空白：取 10 mL 容量瓶，加入 5 mL 甲醇，涡旋振荡混匀，超声提取 20 min，冷却至室温后，用甲醇稀释至刻度，混匀后转移至离心管中，以 5000 r/min 离心 5 min，经 0.45 μm 滤膜过滤后即得；

化妆水+标：取处理好的化妆水 0.5 mL，加入 0.5 mL 甲醇，混匀即得；

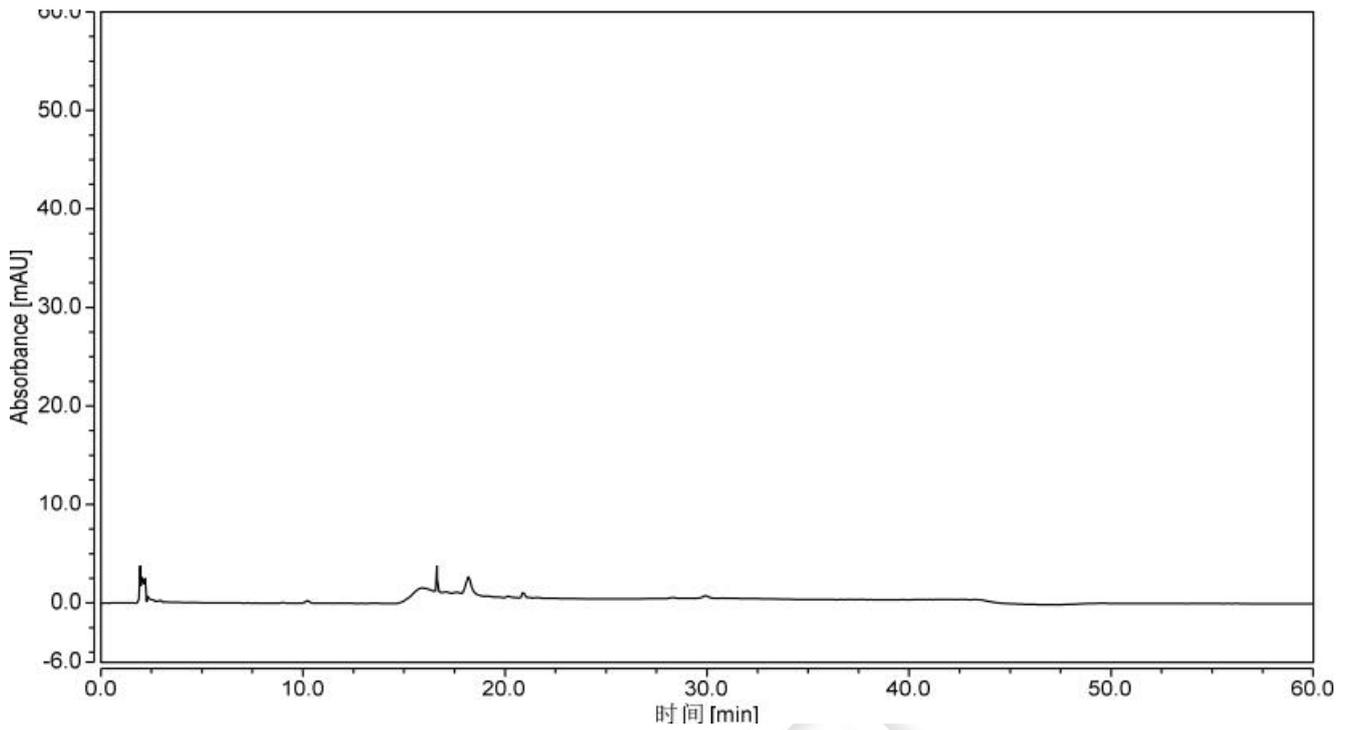
乳液+标：取处理好的乳液 0.5 mL，加入 0.5 mL 甲醇，混匀即得；

● **谱图和数据**

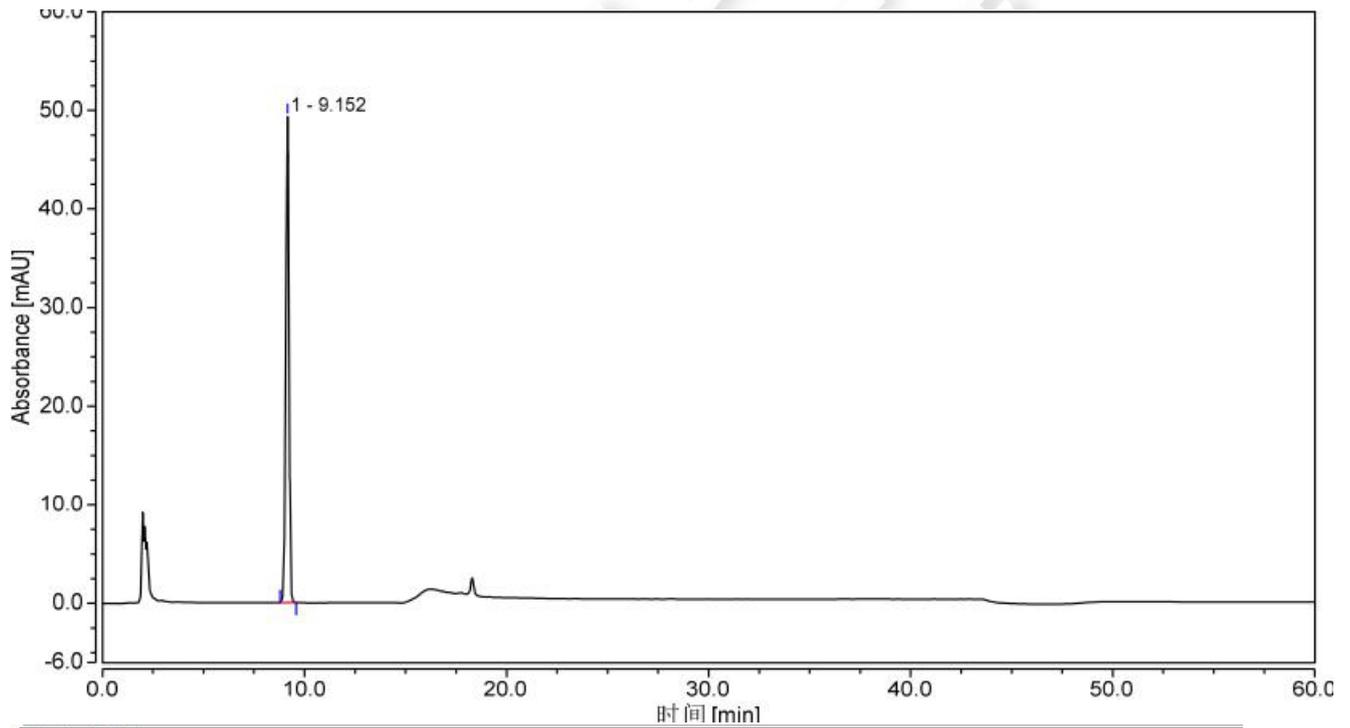
使用仪器： Thermo UltiMate 3000 月旭 Ultimate® AQ-C18 (4.6×250 mm,5 μm)

(1) 空白





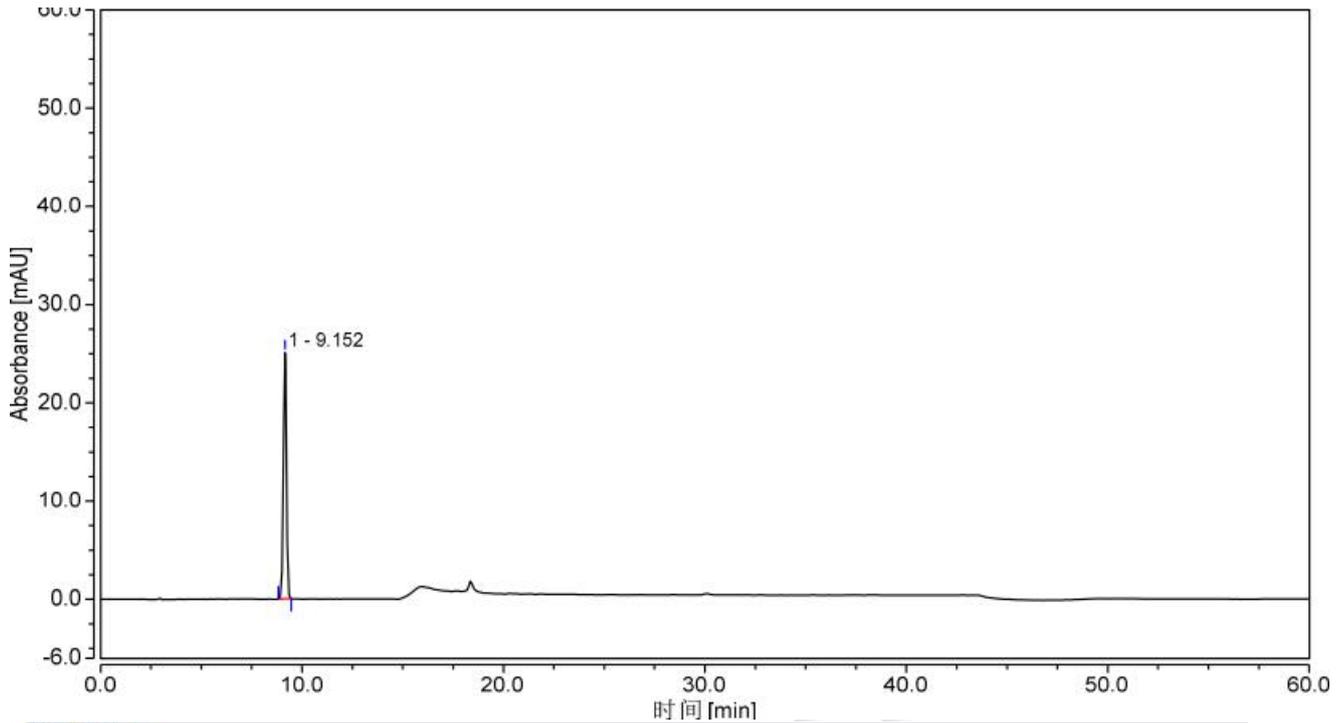
(2) 6-甲基香豆素 10 μg/mL



| 积分结果 | | | | | | |
|------|-------------|-----------|----------------|----------|----------|-----------|
| 序号 | 保留时间 min | 峰高 mAU | 峰面积 mAU*min | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
| 1 | 9.152 | 49.301 | 9.118 | 15615 | n.a. | 0.98 |
| 总和: | | | 9.118 | 15615.00 | 0.00 | |

(3) 6-甲基香豆素 5.0 μg/mL

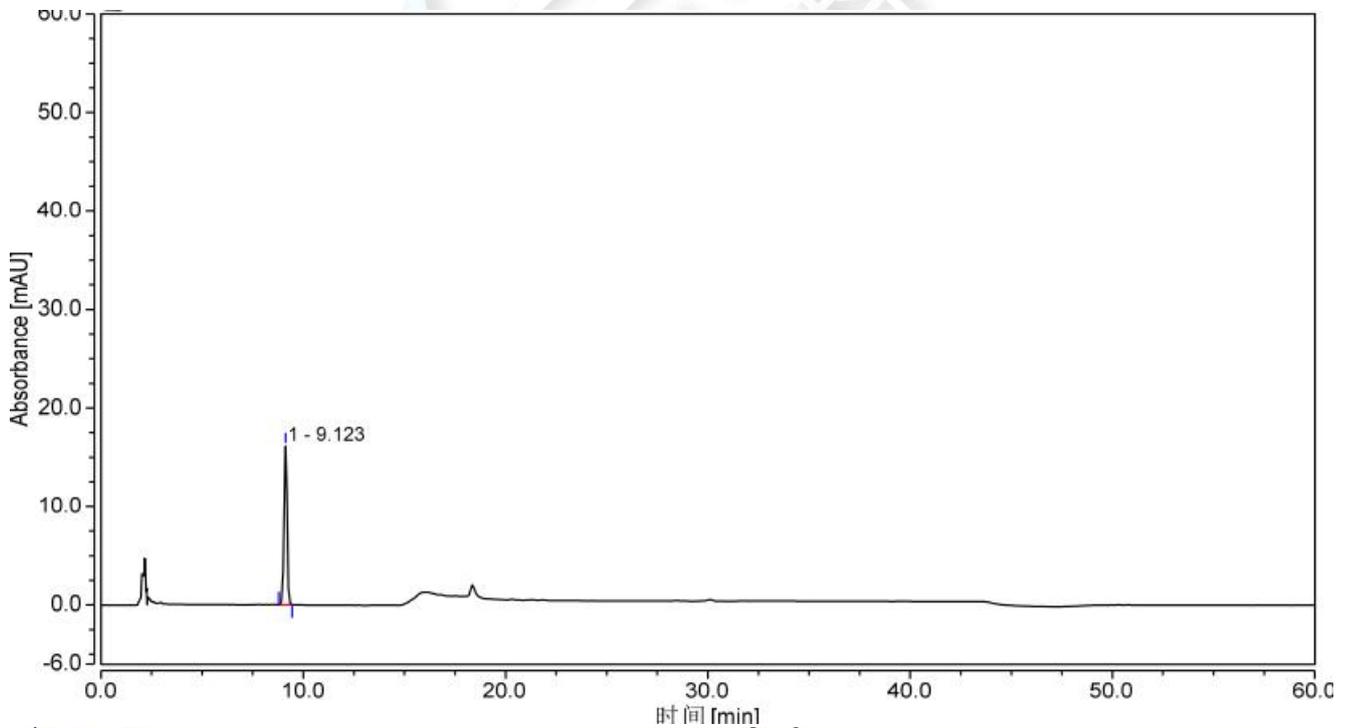




积分结果

| 序号 | 保留时间 min | 峰高 mAU | 峰面积 mAU*min | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|------------|-------------|-----------|----------------|-----------------|-------------|-----------|
| 1 | 9.152 | 25.054 | 4.465 | 16738 | n.a. | 0.98 |
| 总和: | | | 4.465 | 16738.00 | 0.00 | |

(4) 6-甲基香豆素 3.0 µg/mL

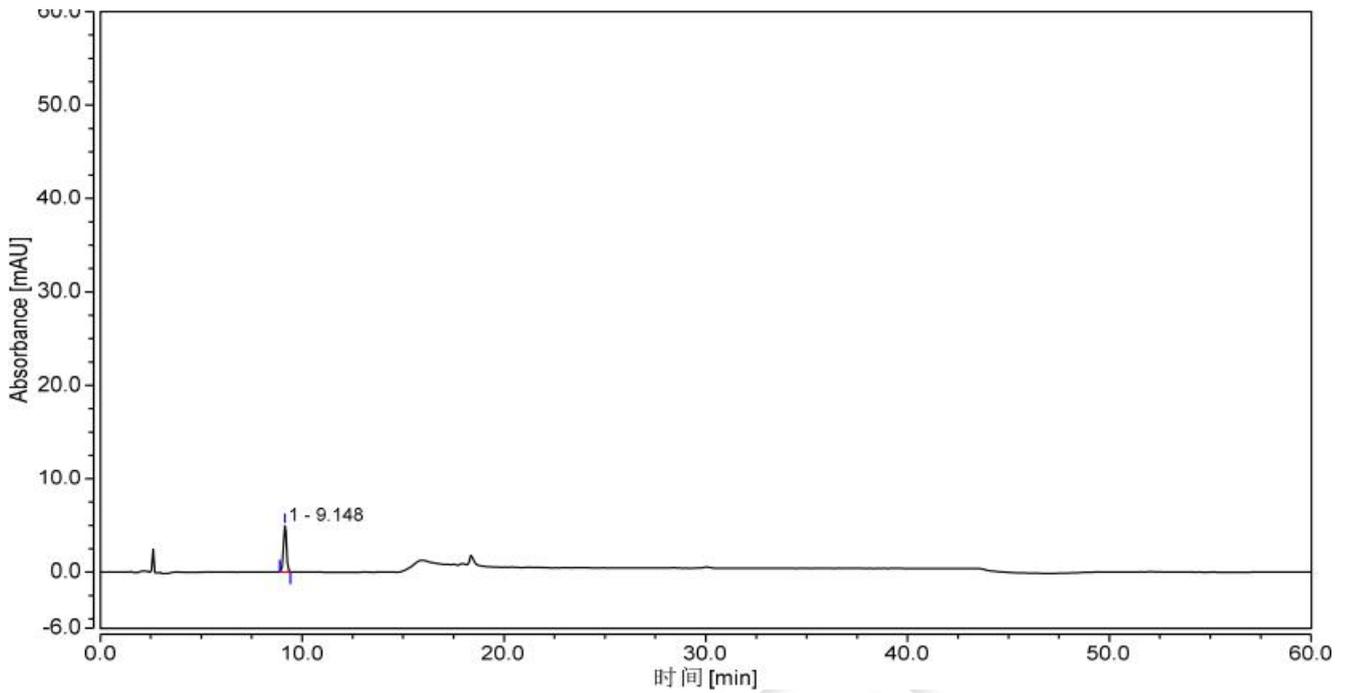


积分结果

| 序号 | 保留时间 min | 峰高 mAU | 峰面积 mAU*min | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|------------|-------------|-----------|----------------|-----------------|-------------|-----------|
| 1 | 9.123 | 16.124 | 2.831 | 17156 | n.a. | 1.00 |
| 总和: | | | 2.831 | 17156.00 | 0.00 | |



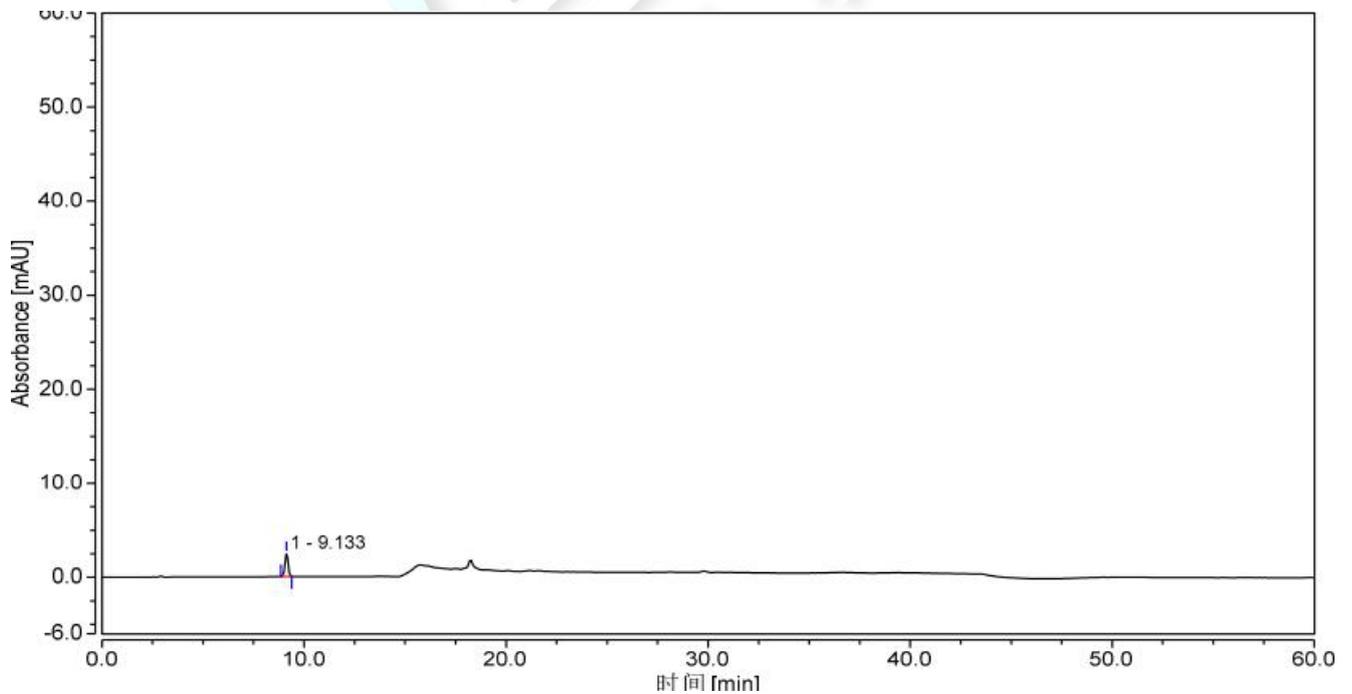
(5) 6-甲基香豆素 1.0 µg/mL



积分结果

| 序号 | 保留时间 min | 峰高 mAU | 峰面积 mAU*min | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|-----|-------------|-----------|----------------|----------|----------|-----------|
| 1 | 9.148 | 4.939 | 0.875 | 16792 | n.a. | 0.99 |
| 总和: | | | 0.875 | 16792.00 | 0.00 | |

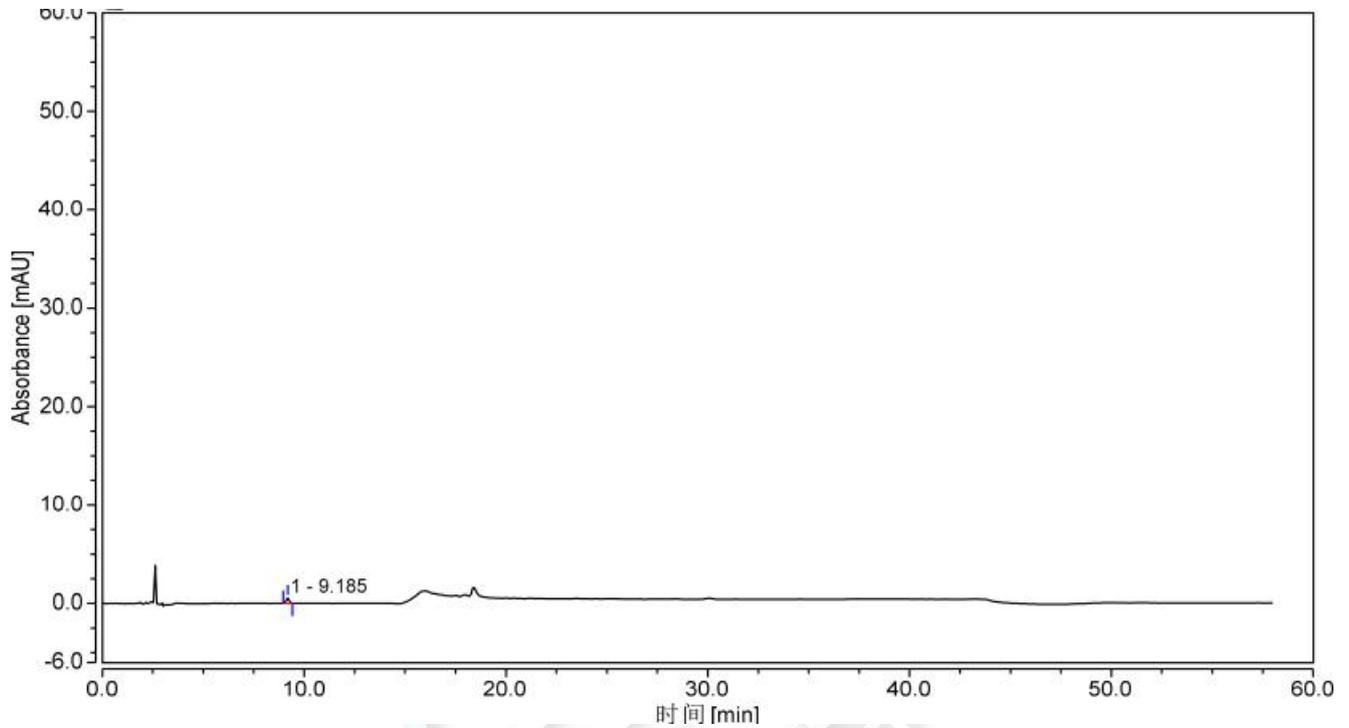
(6) 6-甲基香豆素 0.5 µg/mL



积分结果

| 序号 | 保留时间 min | 峰高 mAU | 峰面积 mAU*min | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|------------|-------------|-----------|----------------|-----------------|-------------|-----------|
| 1 | 9.133 | 2.436 | 0.453 | 15246 | n.a. | 0.98 |
| 总和: | | | 0.453 | 15246.00 | 0.00 | |

(7) 6-甲基香豆素 0.1 µg/mL

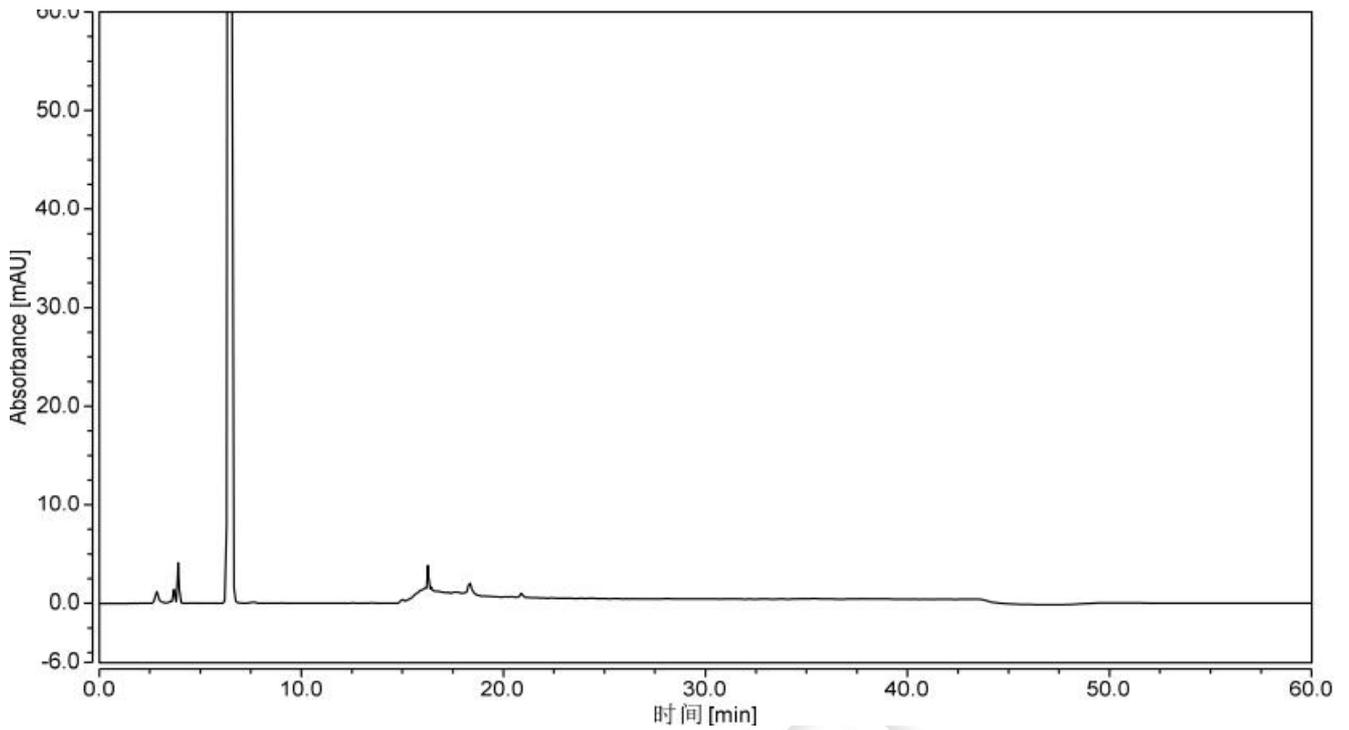


积分结果

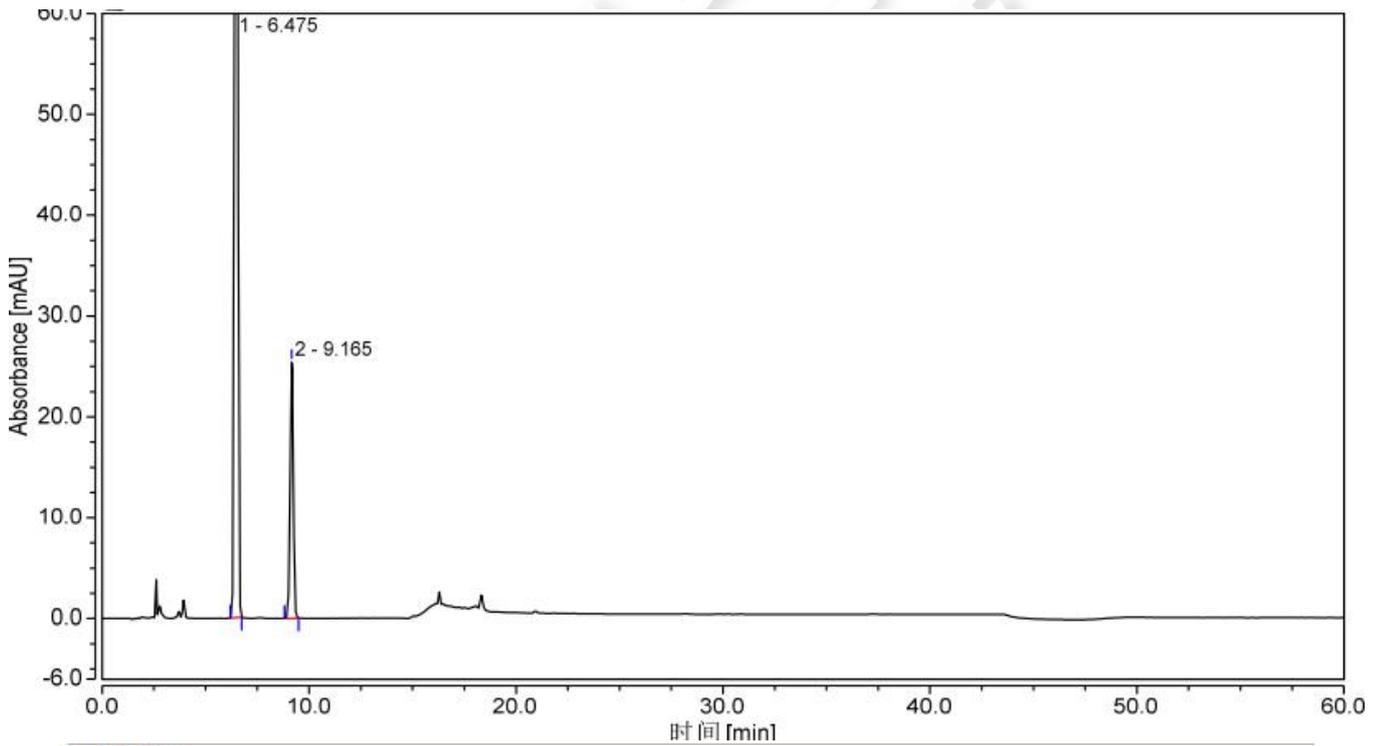
| 序号 | 保留时间 min | 峰高 mAU | 峰面积 mAU*min | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|------------|-------------|-----------|----------------|-----------------|-------------|-----------|
| 1 | 9.185 | 0.545 | 0.098 | 16257 | n.a. | 0.99 |
| 总和: | | | 0.098 | 16257.00 | 0.00 | |

(8) 化妆水





(9) 化妆水+标

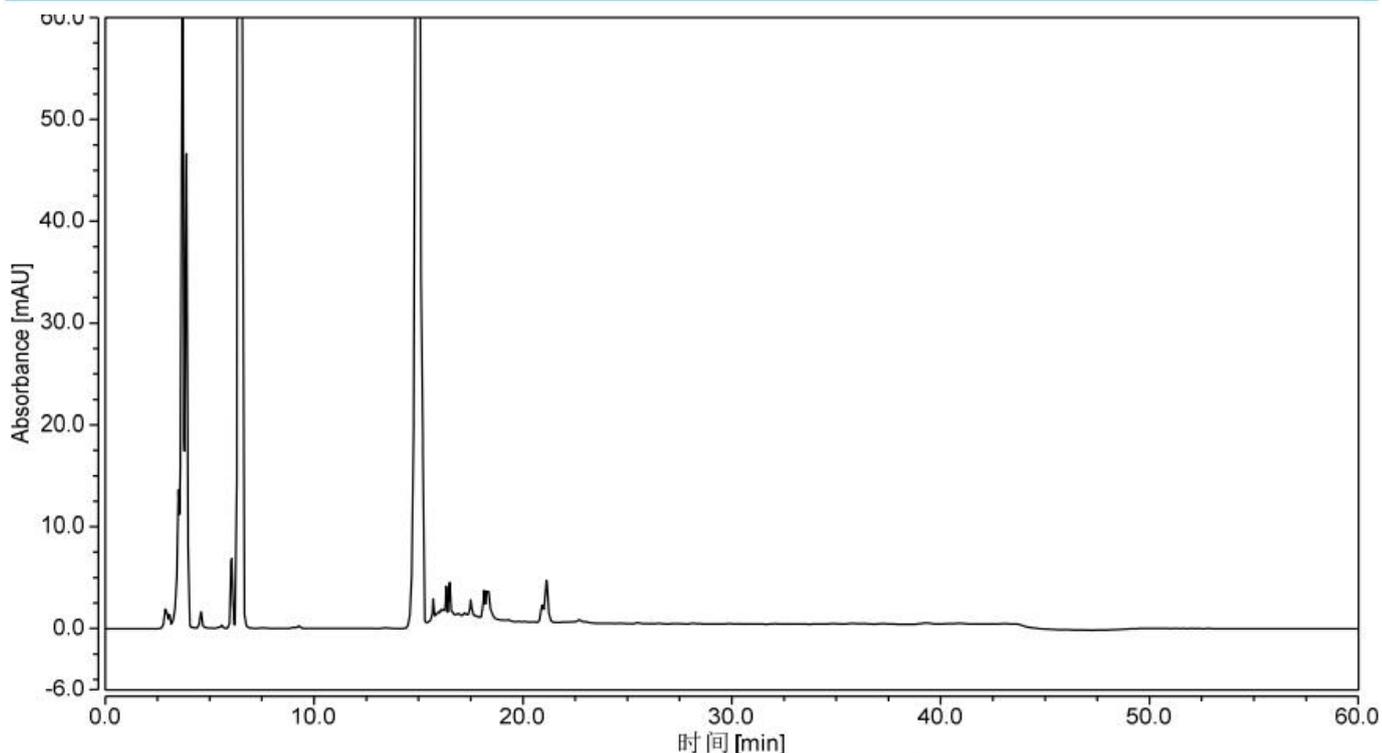


积分结果

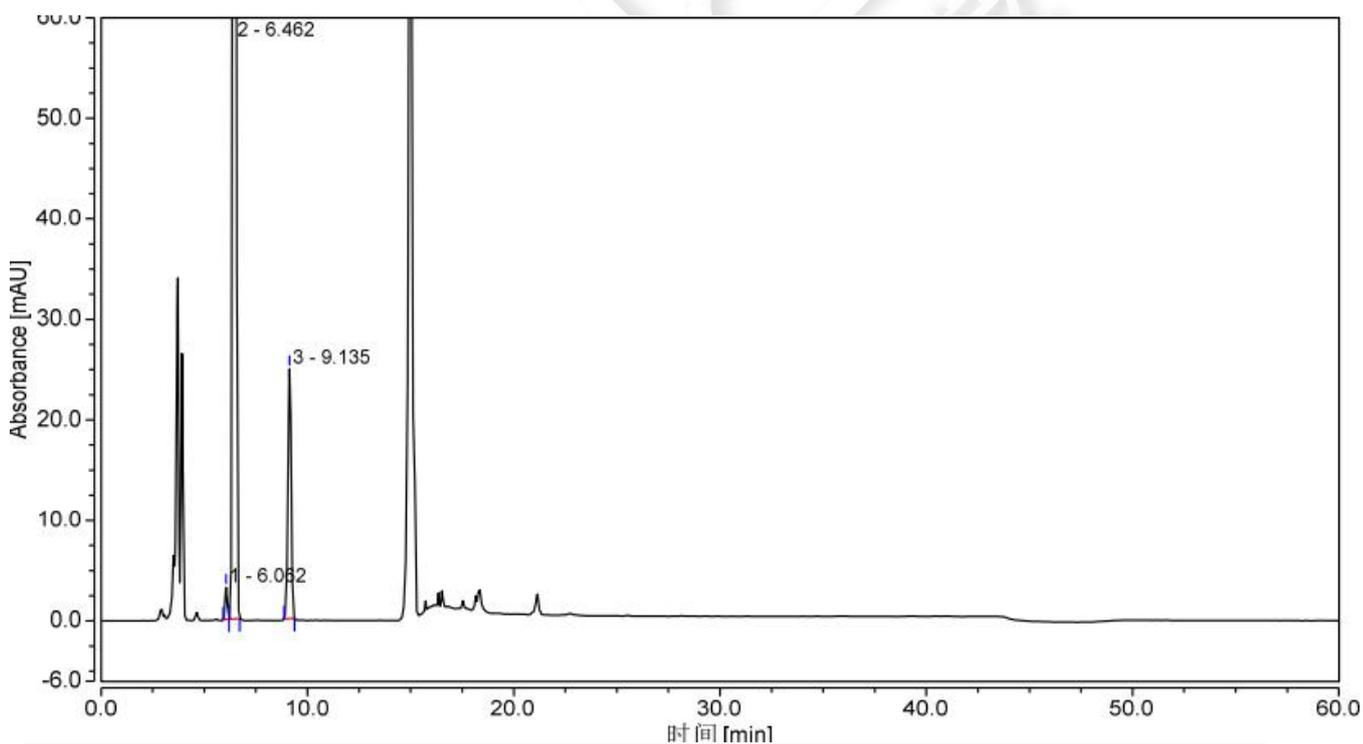
| 序号 | 保留时间 min | 峰高 mAU | 峰面积 mAU*min | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|-----|-------------|-----------|----------------|----------|----------|-----------|
| 1 | 6.475 | 197.949 | 27.602 | 13693 | 10.66 | 1.00 |
| 2 | 9.165 | 25.381 | 4.584 | 16554 | n.a. | 0.96 |
| 总和: | | | 32.186 | 30247.00 | 10.66 | |

(10) 乳液





(11) 乳液+标

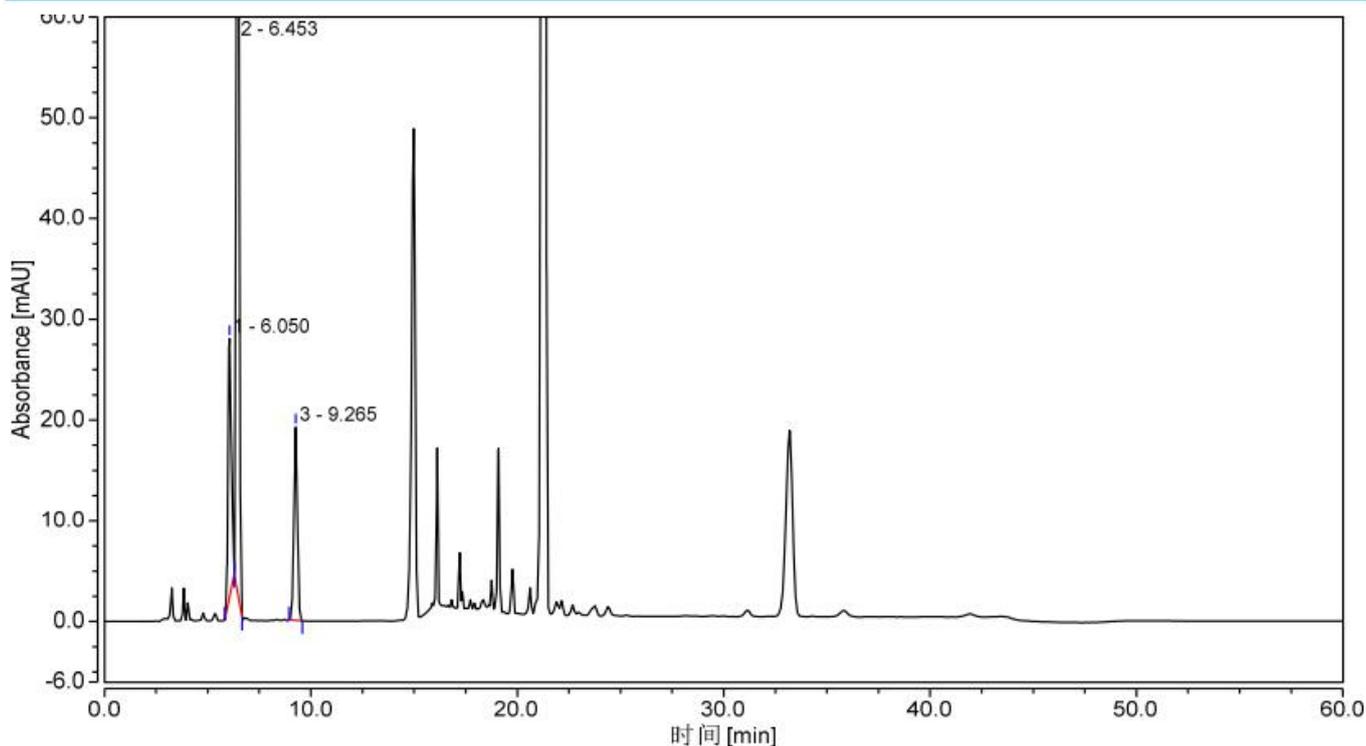


积分结果

| 序号 | 保留时间 min | 峰高 mAU | 峰面积 mAU*min | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|------------|-------------|-----------|----------------|-----------------|--------------|-----------|
| 1 | 6.062 | 3.194 | 0.375 | 16031 | 1.93 | 0.99 |
| 2 | 6.462 | 250.847 | 35.443 | 13181 | 10.46 | 1.00 |
| 3 | 9.135 | 24.853 | 4.495 | 16149 | n.a. | 0.97 |
| 总和: | | | 40.313 | 45361.00 | 12.38 | |

(12) 散粉





积分结果

| 序号 | 保留时间 min | 峰高 mAU | 峰面积 mAU*min | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|-----|-------------|-----------|----------------|----------|----------|-----------|
| 1 | 6.050 | 25.705 | 4.786 | 6170 | 1.50 | 1.28 |
| 2 | 6.453 | 104.382 | 14.856 | 12467 | 10.15 | 1.03 |
| 3 | 9.265 | 19.181 | 3.901 | 13072 | n.a. | 0.97 |
| 总和: | | | 23.543 | 31709.00 | 11.65 | |

● 结论:

| 物质 | 回收率 |
|-----|-----|
| 化妆水 | 90% |
| 乳液 | 93% |
| 散粉 | 89% |

使用月旭 Ultimate® AQ-C18 (4.6×250 mm,5 μm)色谱柱, 在此条件下, 能符合检测要求。

报告日期: 2022.2.18

