

测试报告

样品信息			
样品名称	护肤乳	编号	Z20220311-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/03/11	测试期间	2022/06/08-2022/06/09
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	维生素 D2、维生素 D3		
参考标准			
参考标准	化妆品安全技术规范 2015 版	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Agilent 1260

● 色谱条件:

酸水解样品色谱条件

色谱柱:	月旭 Ultimate® ODS-3(4.6×250 mm,5 μm)
流动相	甲醇:乙腈=90:10
柱温:	30°C
紫外检测器	265 nm
流速:	1.0 mL/min
进样量:	5 μL
注意事项:	避光



流动相的配置:

甲醇: 量取 500 mL 色谱级甲醇, 抽滤。

乙腈: 量取 500 mL 色谱级乙腈, 抽滤。

● 溶液配置:

维生素 D2 储备液: 称取 0.0070 g 维生素 D2 标准品, 加入 700 μ L 甲醇溶解, 混匀。

维生素 D3 储备液: 称取 0.0042 g 维生素 D3 标准品, 加入 420 μ L 甲醇溶解, 混匀。

1 mg/mL 混合标准液: 移取维生素 D2 储备液 100 μ L, 维生素 D3 储备液 100 μ L, 加入甲醇 800 μ L, 混匀。

200 μ g/mL 混合标准液: 移取 1 mg/mL 混合标准液 200 μ L, 加入甲醇 800 μ L, 混匀。

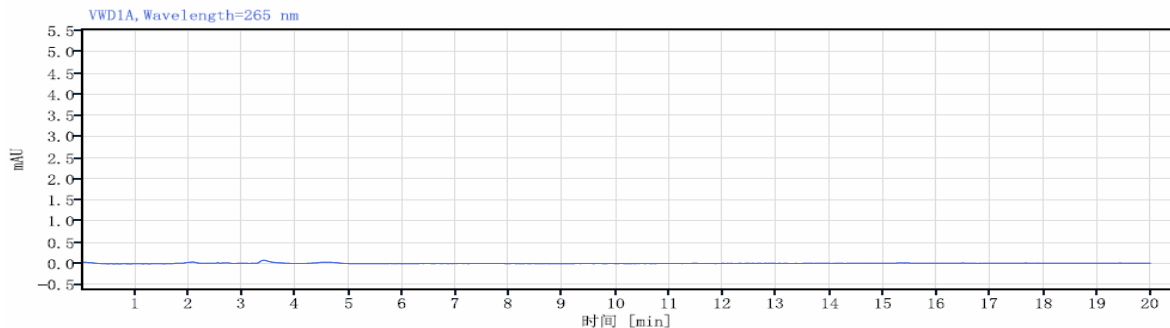
标准系列溶液: 分别取 200 μ g/mL 混合标准溶液 10 μ L、50 μ L、100 μ L、250 μ L、于 1 mL 进样小瓶中, 加入甲醇 990 μ L、950 μ L、900 μ L、750 μ L, 对应浓度为 2 μ g/mL、10 μ g/mL、20 μ g/mL、50 μ g/mL 混合标准液, 移取 10 μ g/mL 混合标准液 50 μ L 加入甲醇 950 μ L 即得 0.5 μ g/mL 混合标准液。

样品溶液: 称取护肤乳 0.5035 g 于 15 mL 离心管中, 用流动相定容至 10 mL, 摇匀, 超声提取 20 min, 经 0.45 μ m 滤膜过滤。

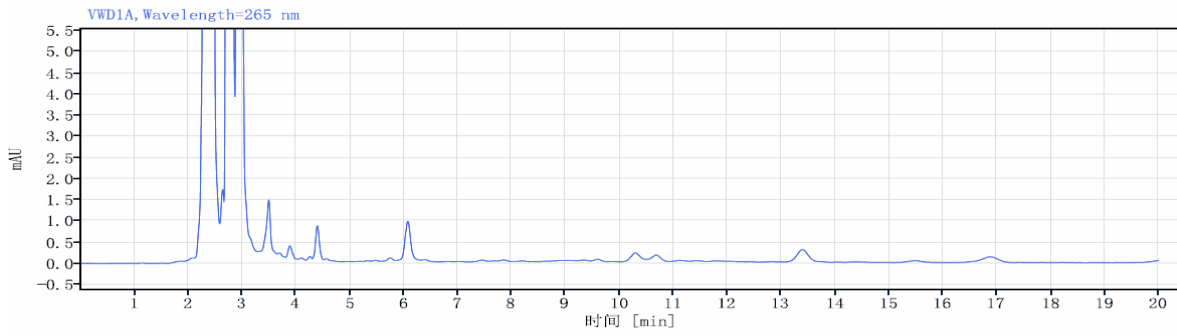
样品+标溶液: 称取护肤乳 0.5038 g 于 15 mL 离心管中, 加入 200 μ g/mL 混合标准液 200 μ L, 用流动相定容至 10 mL, 摇匀, 超声提取 20 min, 经 0.45 μ m 滤膜过滤。

● 谱图和数据

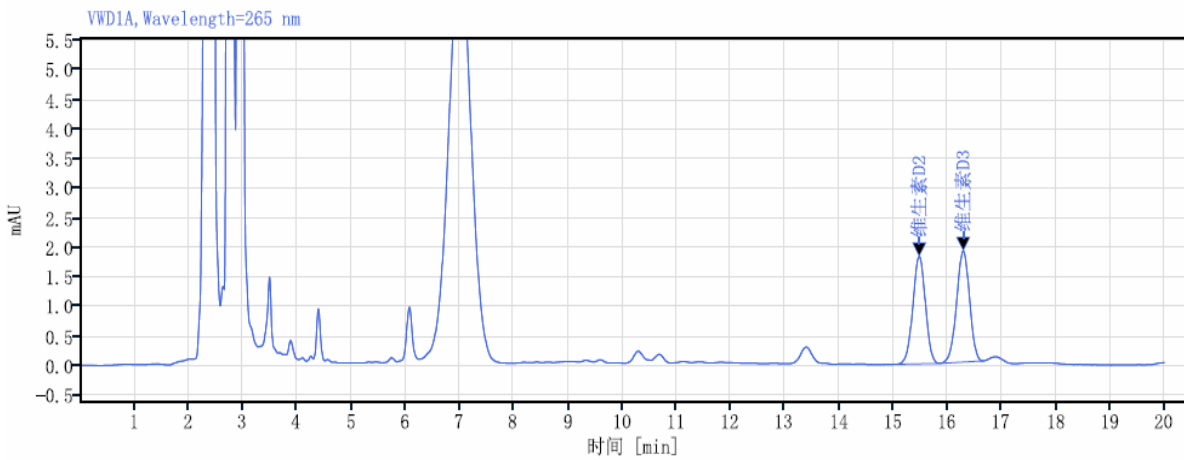
(1) 试剂空白。



(2) 样品溶液。



(3) 样品+标 2 ug/mL。

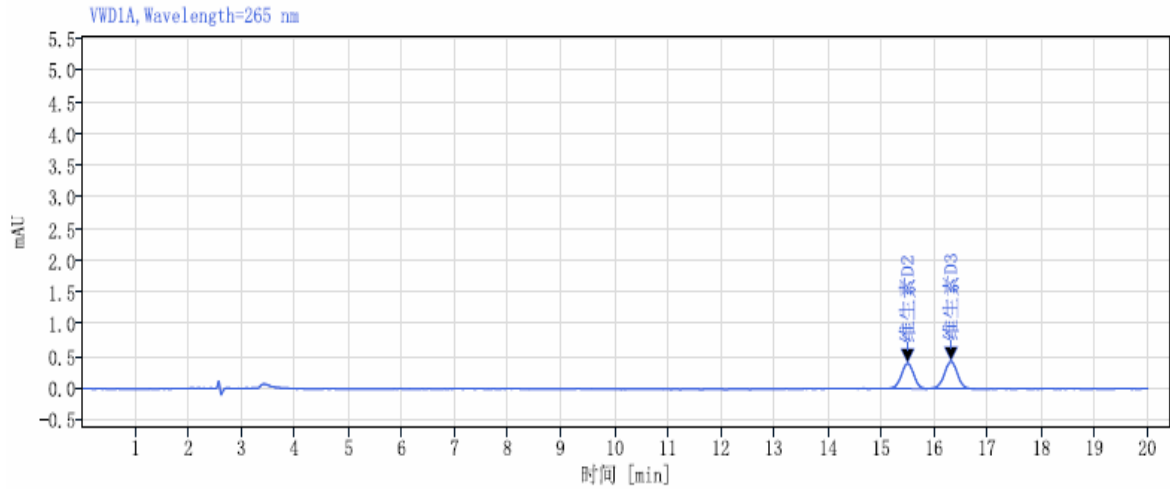


信号: VWD1A, Wavelength=265 nm

保留时间 [min]	峰高	峰面积	峰面积%	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
15.477	1.82	29.23	48.29	0.98296		20744.10774
16.288	1.88	31.30	51.71	0.98725	1.85086	21397.64791
	总和	60.53				



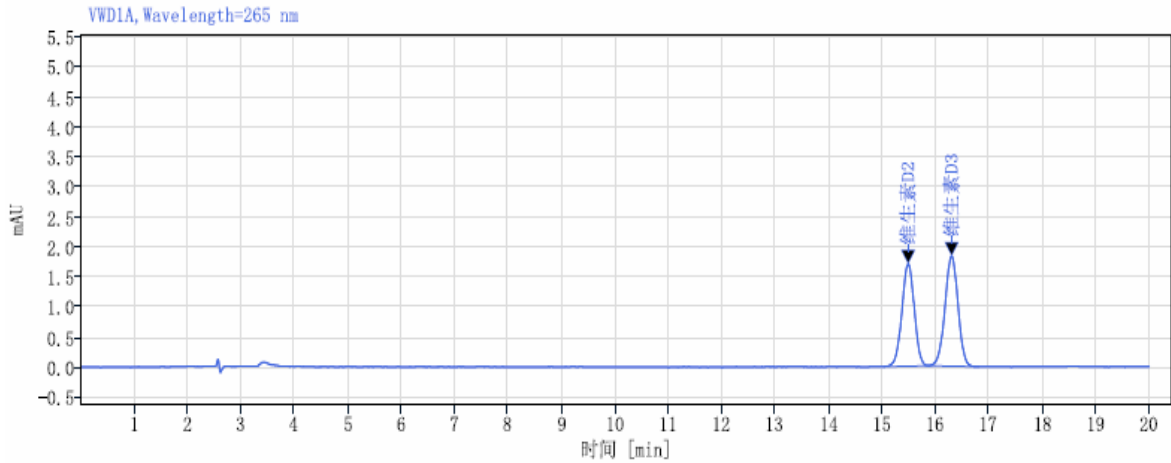
(4) 标准液 0.5 ug/mL。



信号: VWD1A, Wavelength=265 nm

保留时间 [min]	峰高	峰面积	峰面积%	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
15.487	0.40	6.38	46.61	0.98096		20837.98891
16.302	0.43	7.31	53.39	0.96803	1.85399	20825.90237
	总和	13.69				

(5) 标准液 2 ug/mL。

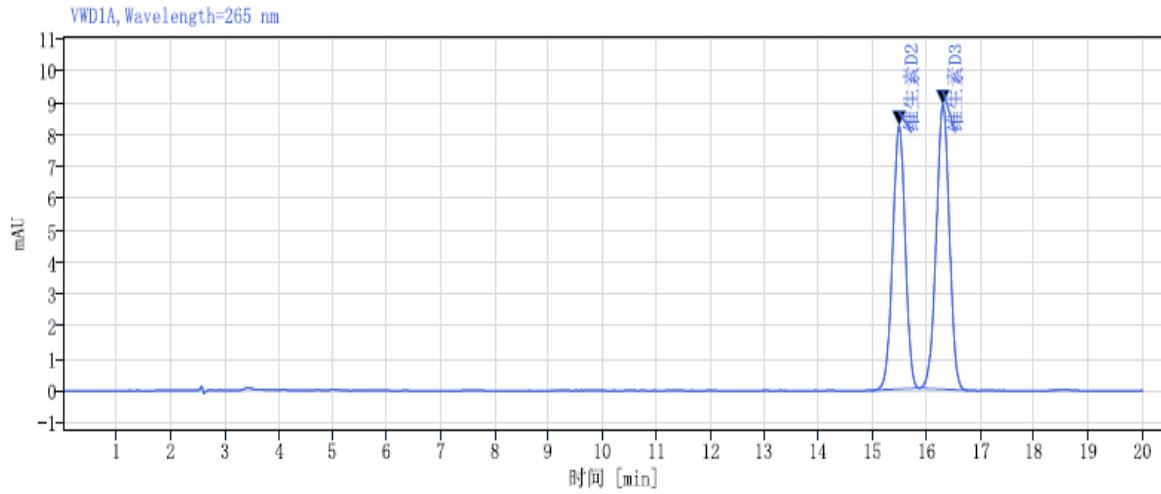


信号: VWD1A, Wavelength=265 nm

保留时间 [min]	峰高	峰面积	峰面积%	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
15.480	1.70	27.40	46.84	0.98621		20676.66248
16.293	1.83	31.09	53.16	0.96666	1.84604	20929.30523
	总和	58.49				



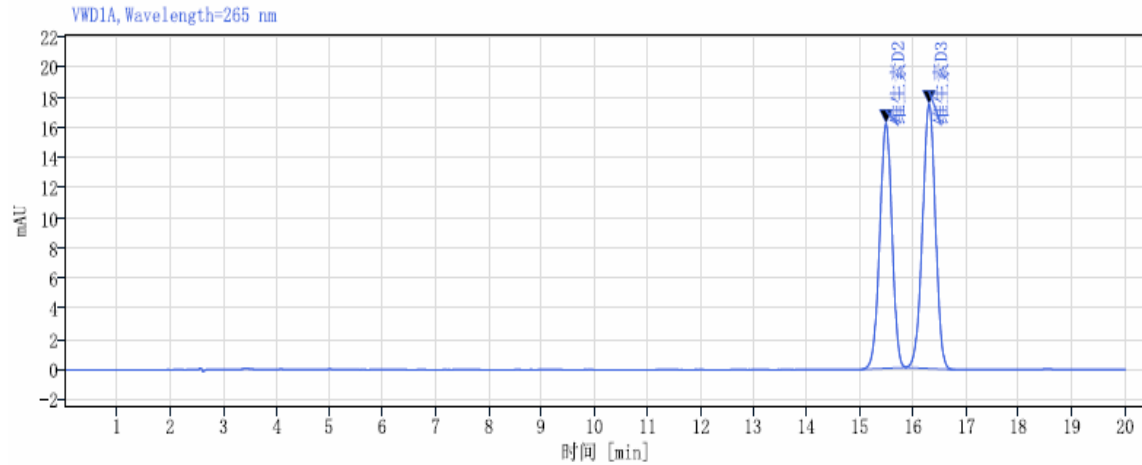
(6) 标准液 10 ug/mL



信号: VWD1A, Wavelength=265 nm

保留时间 [min]	峰高	峰面积	峰面积%	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
15.482	8.24	133.16	46.85	0.98664		20660.52829
16.295	8.90	151.05	53.15	0.96874	1.84475	20888.98258
	总和	284.21				

(7) 标准液 20 ug/mL

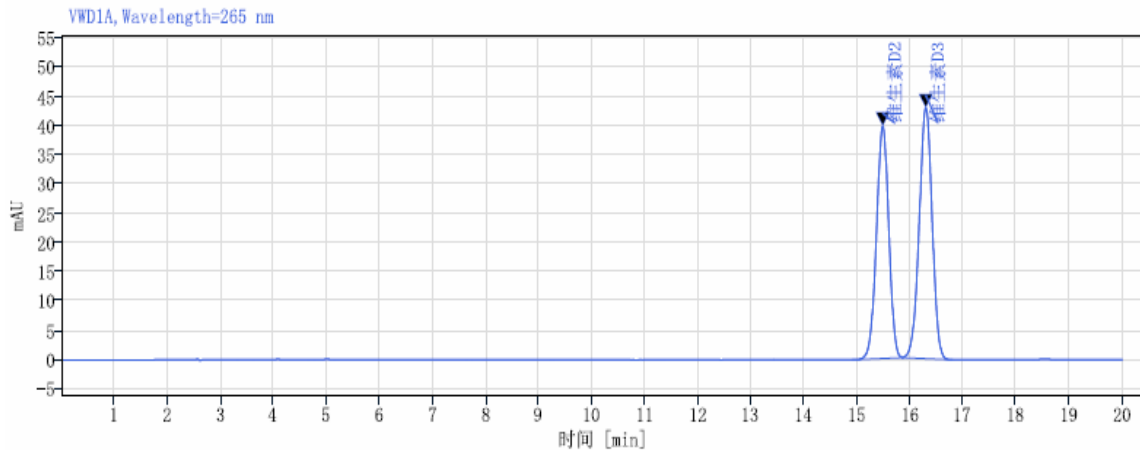


信号: VWD1A, Wavelength=265 nm

保留时间 [min]	峰高	峰面积	峰面积%	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
15.482	16.20	261.65	46.85	0.98366		20671.45117
16.295	17.49	296.79	53.15	0.96496	1.84544	20908.68155
	总和	558.43				



(8) 标准液 50 ug/mL



信号: VWD1A, Wavelength=265 nm

保留时间 [min]	峰高	峰面积	峰面积%	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
15.479	39.77	641.79	46.86	0.97832		20703.28430
16.291	42.92	727.83	53.14	0.96860	1.83919	20920.42752
	总和	1369.62				

回收率统计

样品名称	峰名称	峰面积	加标浓度, $\mu\text{g/mL}$	浓度, $\mu\text{g/mL}$	回收率, %
护肤乳	维生素 D2	29.23	2	2.074	103.7%
	维生素 D3	31.30	2	1.942	97.1%

● 结论:

使用月旭 Ultimate® ODS-3(4.6×250 mm,5 μm)能分离维生素 D2、维生素 D3 与样品中的杂质,回收率满足要求。

日期: 2022/06/09

