

测试报告

样品信息			
样品名称	唇膏、散粉、指甲油	编号	Z20220622-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/6/22	测试期间	2022/6/23-6/28
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	酸性黄 36、颜料橙 5、颜料红 53:1、苏丹红 II、苏丹红 IV		
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	Thermo UltiMate 3000

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250 mm, 5 μm)		
流动相:	时间	A%乙腈	B% (10mM 四丁基氢氧化铵, 10mM 柠檬酸, 氨水调 pH 至 8.2)
	0	30	70
	5	80	20
	10	100	0
	15	100	0
	20	30	70
	30	30	70
检测波长	416 nm (酸性黄 36); 484 nm (颜料橙 5、颜料红 53:1、苏丹红 II); 514 nm (苏丹红 IV)		
柱温:	30°C		
流速:	1.0 mL/min		



进样量：	10 μ L
注意事项：	加标浓度：40 mg/kg；

● **流动相的配置：**

A 相：量取 1000 mL 乙腈，经 0.45 μ m 滤膜抽滤即得；

B 相：称取 1.92 g 柠檬酸，加入适量水溶解，再加入 10.38 mL 四丁基氢氧化铵溶液（25wt%），加水至 1000 mL，氨水调 pH 至 8.2，经 0.45 μ m 滤膜抽滤即得；

● **样品溶液的配置：**

酸性黄 36 标准储备溶液：称取酸性黄 36 标准品 50 mg（精确到 0.0001g）于 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，即得 500 μ g/mL 的标准储备溶液；

苏丹红 IV 标准储备溶液：称取苏丹红 IV 标准品 50 mg（精确到 0.0001 g）于 100 mL 容量瓶中，用四氢呋喃和乙腈混合液（体积比 1:9）溶解并稀释至刻度，摇匀，即得 500 μ g/mL 的标准储备溶液；

苏丹红 II 标准储备溶液：称取苏丹红 II 标准品 50 mg（精确到 0.0001 g）于 100 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀，即得 500 μ g/mL 的标准储备溶液；

颜料橙 5 标准储备溶液：称取颜料橙 5 标准品 25 mg（精确到 0.0001 g）于 100 mL 容量瓶中，用四氢呋喃、二甲基亚砷和乙腈的混合溶液（体积比 5:1:4）溶解并稀释至刻度，摇匀，即得 250 μ g/mL 的标准储备溶液；

颜料红 53:1 标准储备溶液：称取颜料红 53:1 标准品 25 mg（精确到 0.0001 g）于 100 mL 容量瓶中，用二甲基亚砷和乙醇的混合溶液（体积比 2:3）溶解并稀释至刻度，摇匀，即得 250 μ g/mL 的标准储备溶液；

混合标准储备溶液：分别精密量取酸性黄 36 标准储备溶液、苏丹红 IV 标准储备溶液和苏丹红 II 标准储备溶液各 5 mL，量取颜料橙 5 标准储备溶液和颜料红 53:1 标准储备溶液各 10 mL，置于 50 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀，即得浓度为 50 μ g/mL 的混合标准储备溶液；

混合标准系列溶液：取混合标准储备溶液，分别配制浓度为 0.2 μ g/mL、0.5 μ g/mL、2.0 μ g/mL、



10.0 µg/mL、50.0 µg/mL 的混合标准系列溶液；

单标：分别精密量取酸性黄 36 标准储备溶液、苏丹红 IV 标准储备溶液和苏丹红 II 标准储备溶液、颜料橙 5 标准储备溶液和颜料红 53:1 标准储备溶液适量，用乙腈分别稀释至浓度为 50 µg/mL 的单标溶液；

唇膏：称取样品 0.5 g（精确到 0.001 g）于 10 mL 具塞比色管中，加四氢呋喃与乙腈混合液（体积比 1:9）至刻度，摇匀，涡旋振荡使试样与提取溶剂充分混匀，超声提取 30 min，放至室温，必要时，转移至 10 mL 具塞塑料离心管中，以 10000 rpm 离心 5 min，上清液经 0.22 µm 滤膜过滤即得；

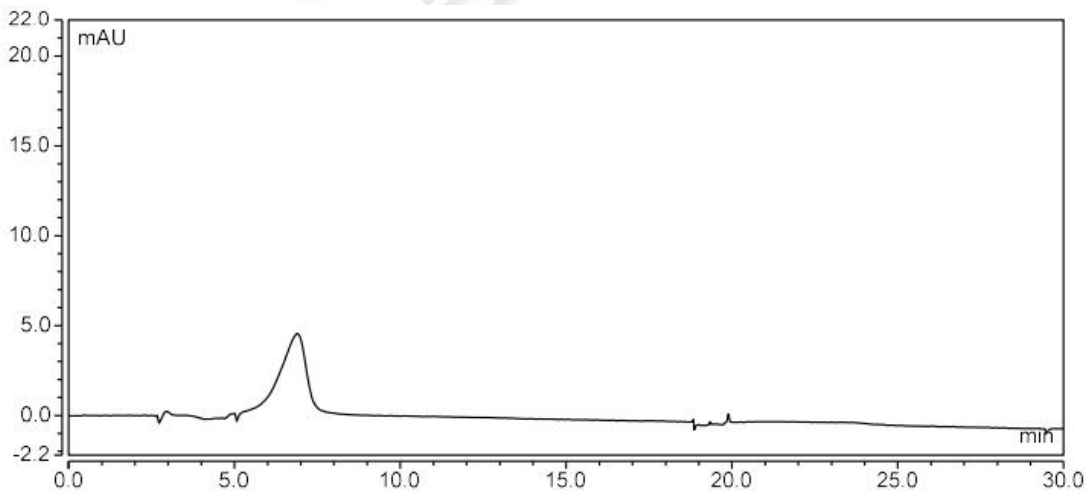
散粉：称取样品 0.5 g（精确到 0.001 g）于 10 mL 具塞比色管中，加四氢呋喃、二甲基亚砷和乙腈混合液（体积比 1:1:8）至刻度，混匀，超声提取 30 min，放至室温，上清液经 0.22 µm 滤膜过滤即得；

指甲油：称取样品 0.5 g（精确到 0.001 g）于 10 mL 具塞比色管中，加 5—6 mL 乙腈，混匀，超声提取 30 min，放至室温，加乙腈稀释至刻度，摇匀，静置，必要时，转移至 10 mL 具塞塑料离心管中，以 10000 rpm 离心 5 min，上清液经 0.22 µm 滤膜过滤即得；

● 谱图和数据

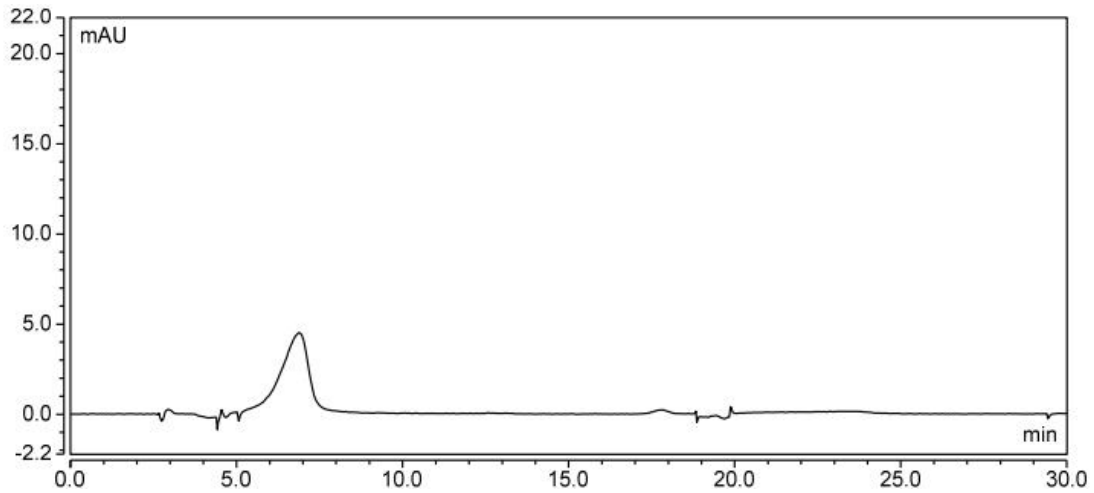
使用仪器：Thermo UltiMate 3000 月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250 mm, 5 µm)

(1) 乙腈（484 nm）

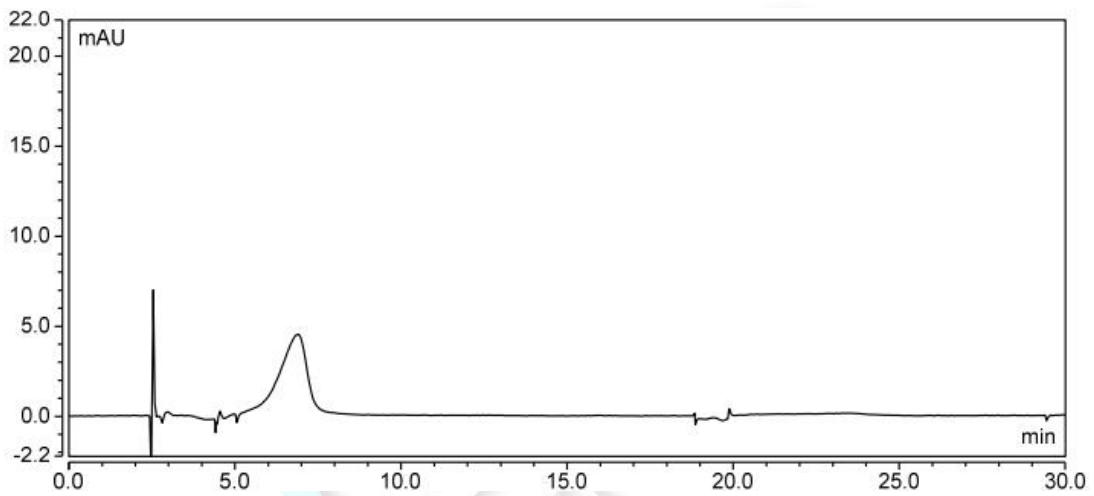


(2) 四氢呋喃与乙腈混合液（体积比 1:9）（484 nm）

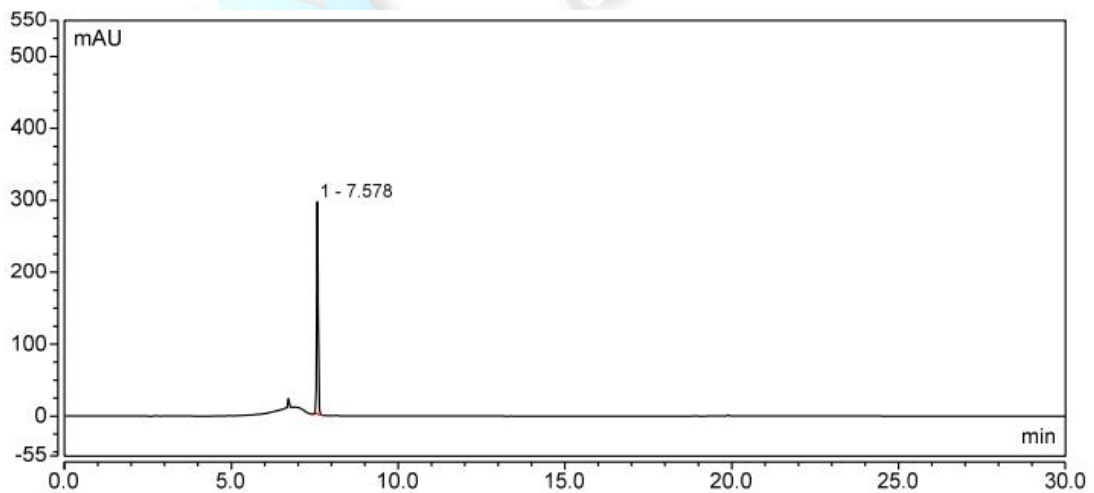




(3) 四氢呋喃、二甲基亚砜和乙腈混合液（体积比 1:1:8）（484 nm）



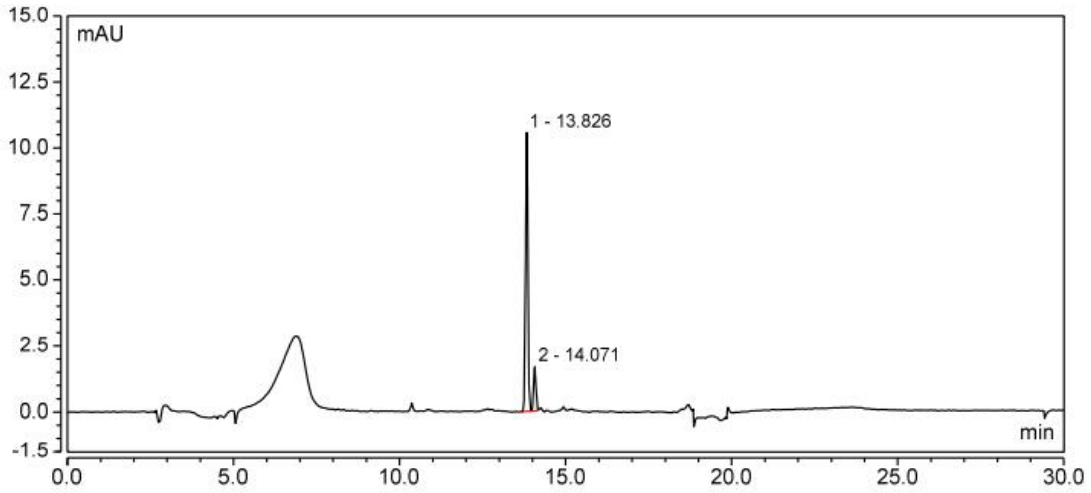
(4) 酸性黄 36



积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	7.578	13.426	294.967	187223	n.a.	1.15
总和:		13.426	294.967	187223.00	0.00	

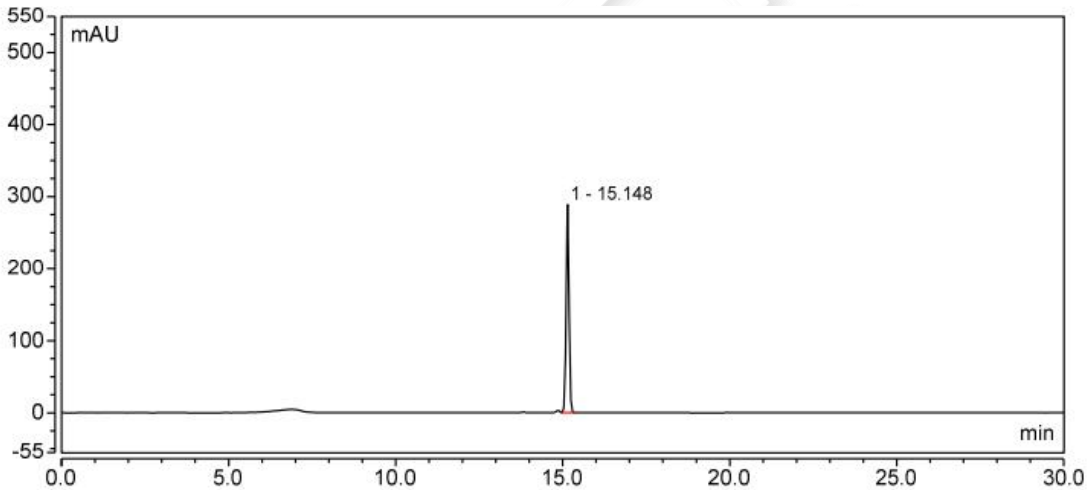
(5) 苏丹红IV





积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	13.826	0.845	10.573	195623	1.98	1.04
2	14.071	0.129	1.665	207144	n.a.	1.01
总和:		0.974	12.238	402767.00	1.98	

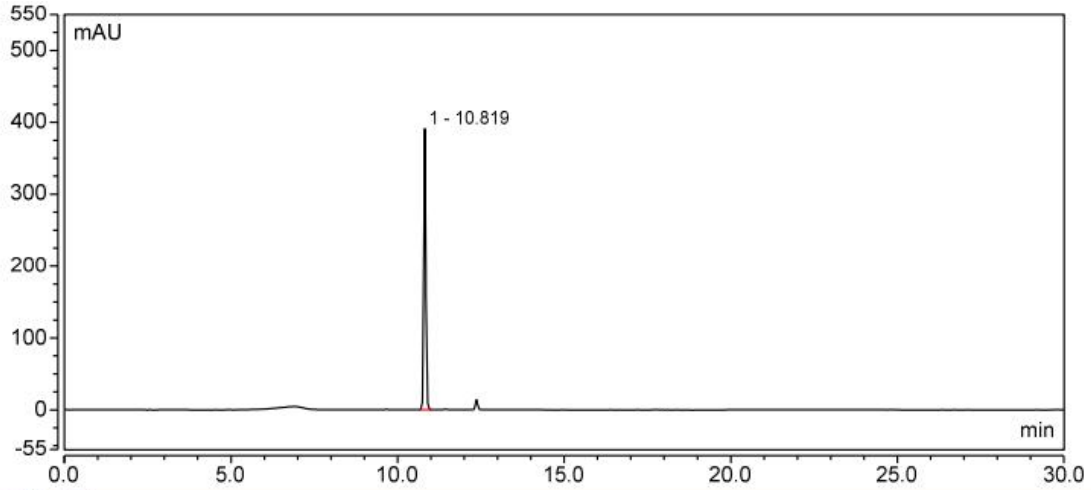
(6) 苏丹红 II



积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	15.148	28.223	288.874	156359	n.a.	1.01
总和:		28.223	288.874	156359.00	0.00	

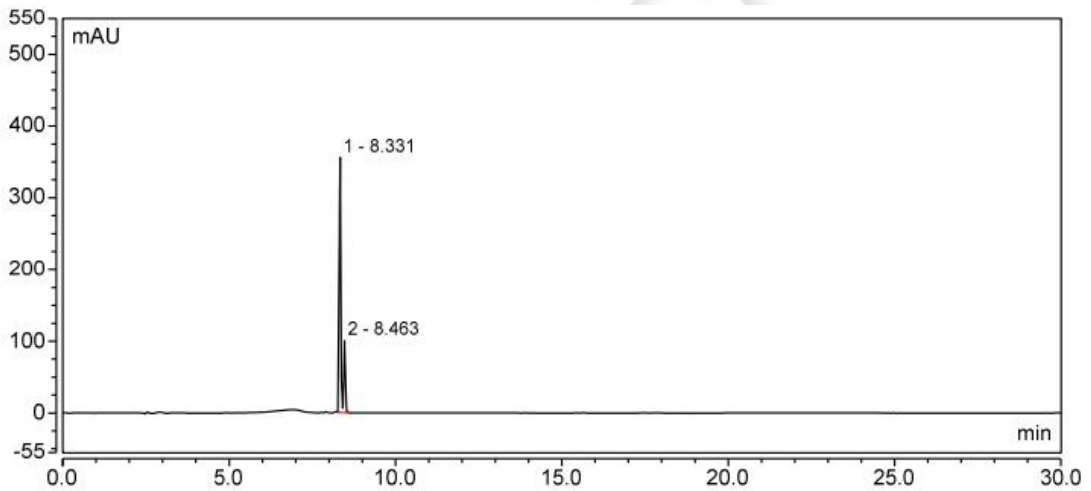
(7) 颜料橙 5





积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	10.819	25.413	390.812	185755	n.a.	1.04
总和:		25.413	390.812	185755.00	0.00	

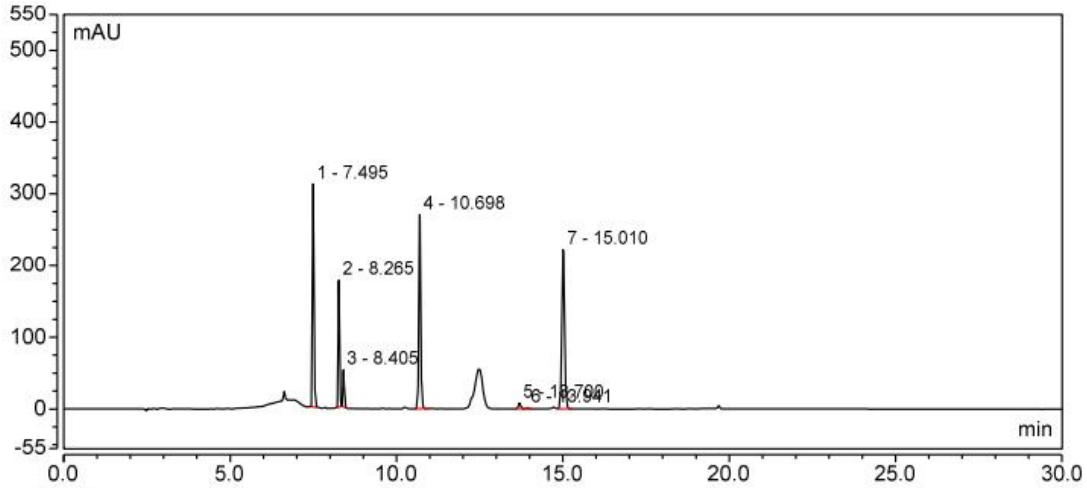
(8) 颜料红 53:1



积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	8.331	16.265	355.797	224958	1.85	1.19
2	8.463	4.767	100.015	219177	n.a.	n.a.
总和:		21.033	455.811	444135.00	1.85	

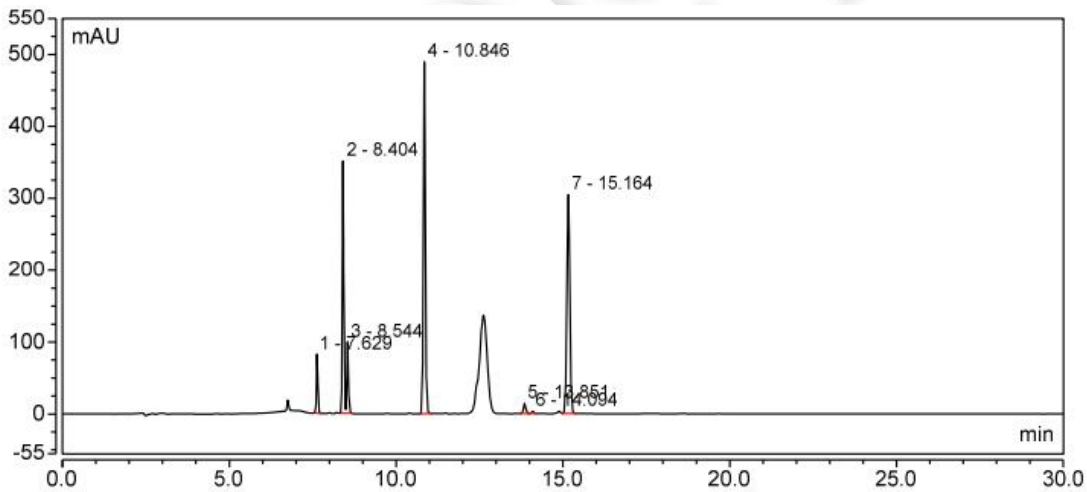
(9) 混标 50.0 µg/mL (416 nm)





积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	7.495	14.233	311.030	183087	10.95	1.21
2	8.265	8.080	177.164	217266	1.97	1.22
3	8.405	2.362	51.737	221912	27.12	1.17
4	10.698	17.273	270.609	189906	27.23	1.08
5	13.700	0.669	8.552	199042	1.99	1.07
6	13.941	0.140	1.846	215107	7.94	1.05
7	15.010	21.180	221.699	161448	n.a.	1.04
总和:		63.936	1042.636	1387768.00	77.22	

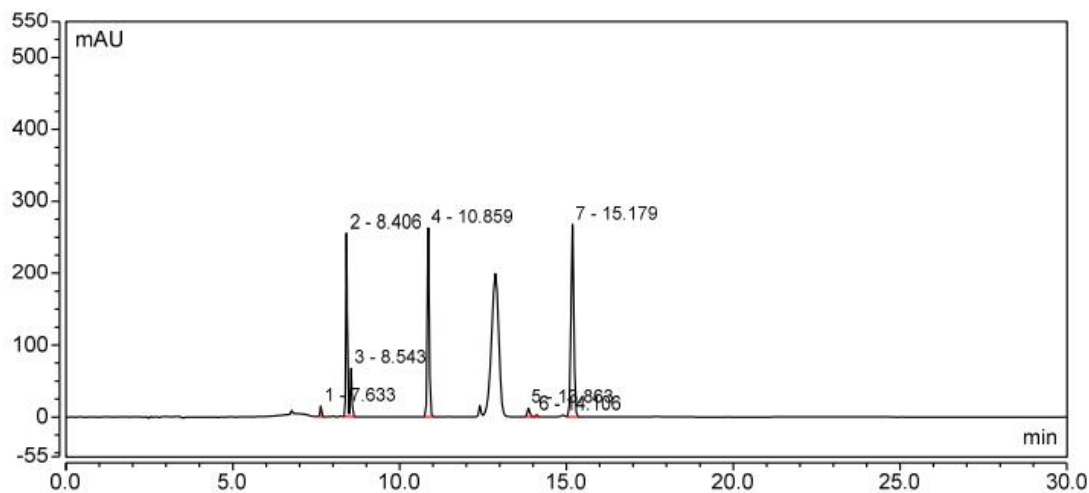
(10)混标 50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (484 nm)



积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	7.629	3.757	82.028	187361	10.96	1.19
2	8.404	16.297	350.740	222563	1.94	1.26
3	8.544	4.798	99.345	217157	26.89	n.a.
4	10.846	31.242	489.631	194738	27.31	1.08
5	13.851	1.129	14.432	205065	2.01	1.05
6	14.094	0.236	3.119	219009	7.94	1.03
7	15.164	29.058	304.308	164245	n.a.	1.02
总和:		86.518	1343.603	1410138.00	77.06	

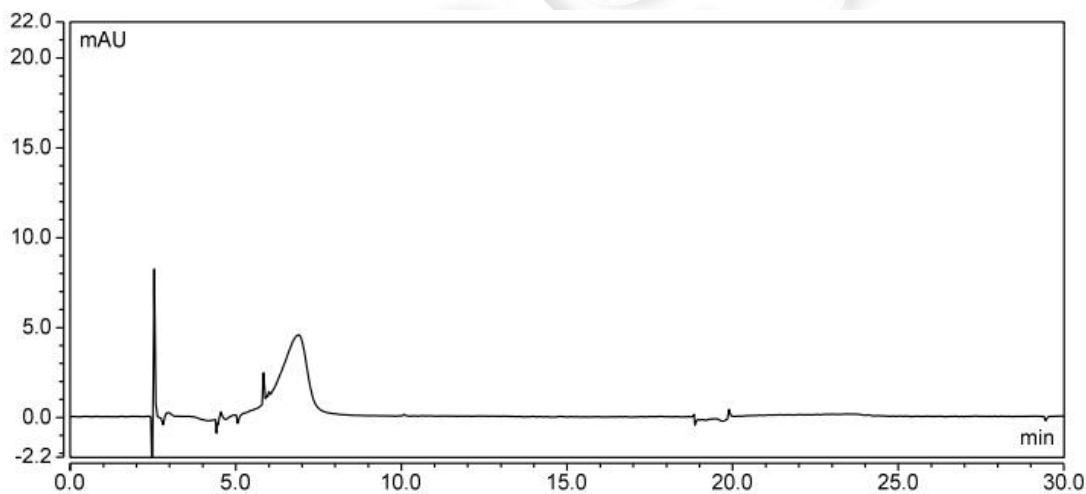
(11)混标 50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (514 nm)





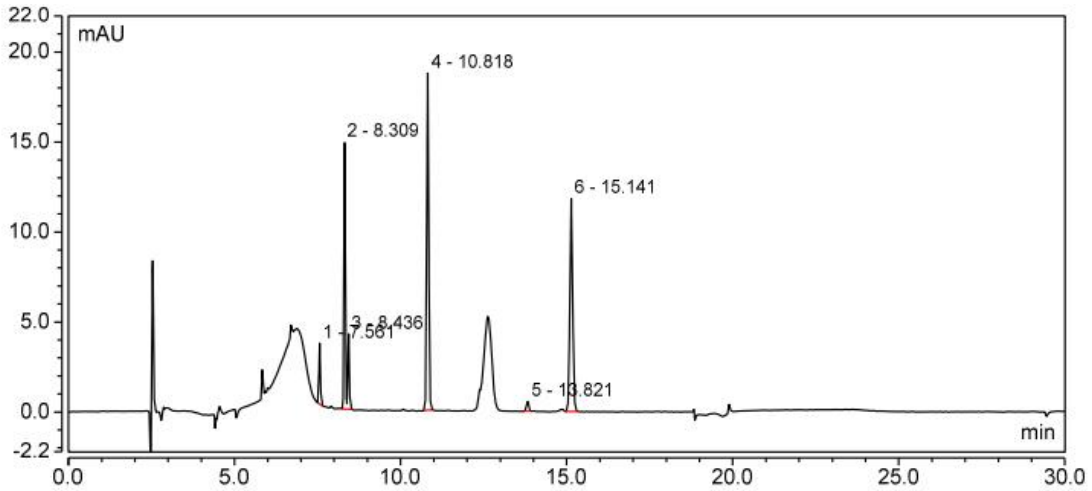
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	7.633	0.663	14.843	197855	11.12	1.23
2	8.406	11.808	254.904	225278	1.91	1.21
3	8.543	3.254	67.133	219029	26.96	n.a.
4	10.859	16.916	262.653	191425	27.06	1.06
5	13.863	0.945	11.983	202200	2.00	1.06
6	14.106	0.205	2.727	218465	7.93	1.03
7	15.179	25.708	267.390	162372	n.a.	1.03
总和:		59.499	881.633	1416624.00	76.98	

(12) 散粉 (484 nm)



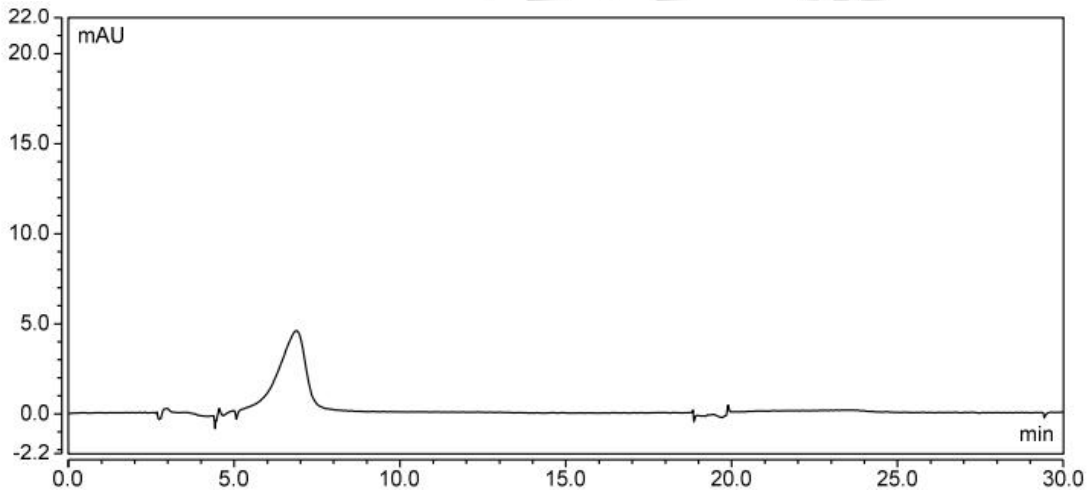
(13) 散粉+标 (484 nm)





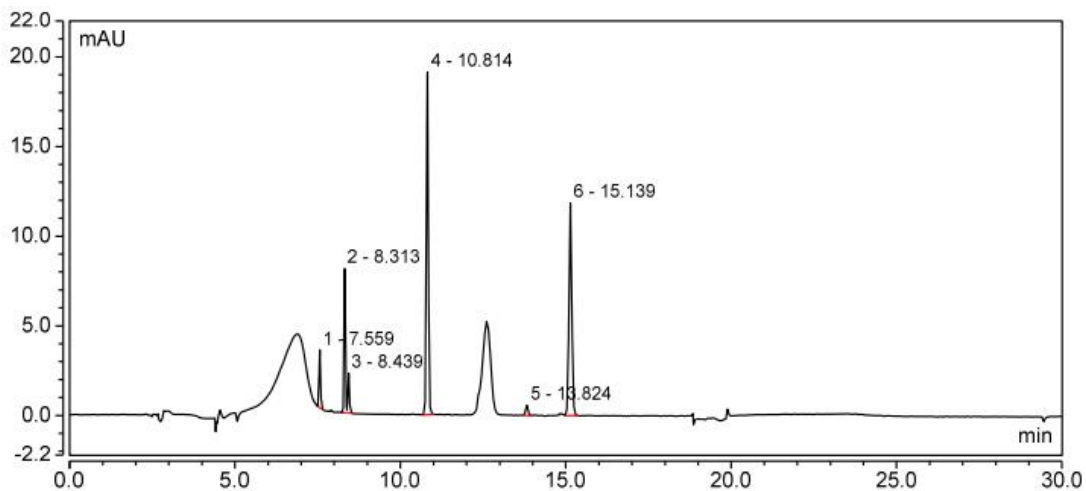
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	7.561	0.152	3.370	185489	10.70	1.12
2	8.309	0.675	14.795	225496	1.79	1.17
3	8.436	0.198	4.177	217786	27.52	n.a.
4	10.818	1.226	18.734	182616	26.88	1.05
5	13.821	0.041	0.541	202680	9.58	1.07
6	15.141	1.156	11.827	155419	n.a.	1.01
总和:		3.449	53.445	1169486.00	76.46	

(14) 唇膏 (484 nm)



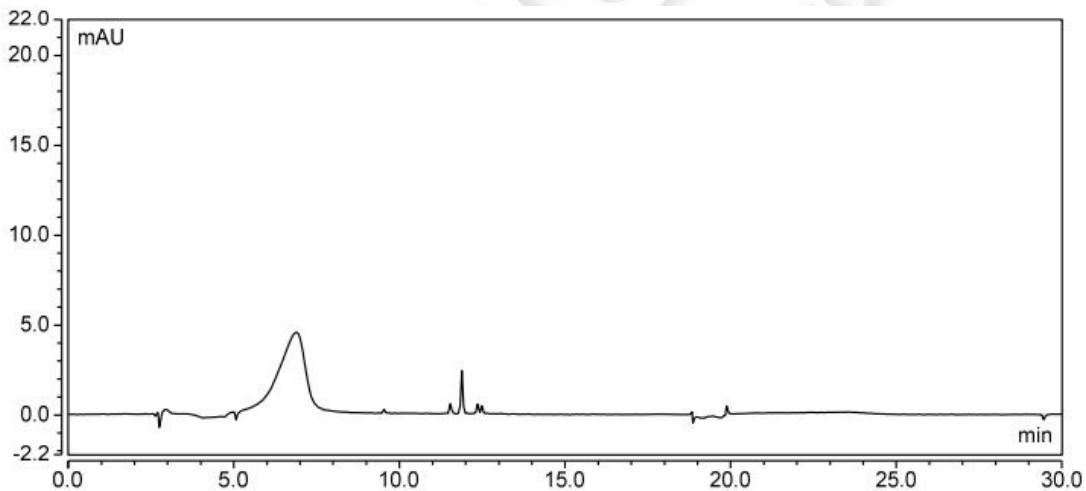
(15) 唇膏+标 (484 nm)





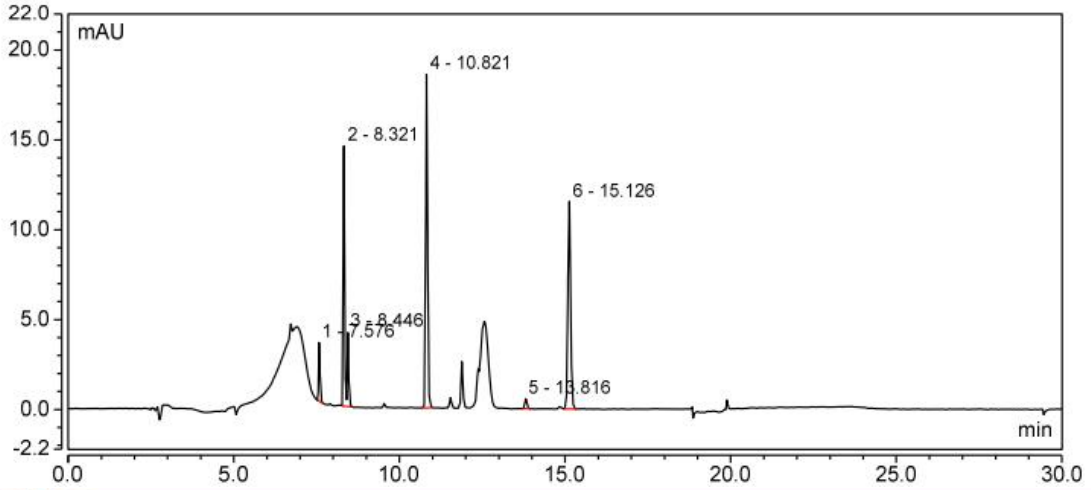
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	7.559	0.146	3.212	182205	10.72	1.15
2	8.313	0.365	8.034	225290	1.78	1.13
3	8.439	0.105	2.208	217804	27.52	n.a.
4	10.814	1.247	19.091	184326	27.04	1.06
5	13.824	0.045	0.562	203809	9.57	0.97
6	15.139	1.156	11.843	156353	n.a.	1.03
总和:		3.062	44.949	1169787.00	76.63	

(16) 指甲油 (484 nm)



(17) 指甲油+标 (484 nm)





积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	7.576	0.149	3.263	189957	10.75	1.27
2	8.321	0.664	14.475	230040	1.78	1.28
3	8.446	0.196	4.111	224708	28.36	n.a.
4	10.821	1.164	18.561	200587	27.94	1.14
5	13.816	0.042	0.565	218145	9.88	1.09
6	15.126	1.090	11.547	168116	n.a.	1.06
总和:		3.305	52.522	1231553.00	78.72	

● 结论:

使用月旭 Ultimate® XB-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: 2022.6.30

