

## 测试报告

样品信息			
样品名称	薏仁水、乳液、洗发水	编号	W20220221-005
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/2/21	测试期间	2022/2/22-2022/2/24
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	水杨酸		
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 Infinity II

● 色谱条件：

酸水解样品色谱条件

色谱柱：	月旭 Ultimate® LP-C8(4.6×250mm,5μm) 月旭 Ultimate® LP-C18(4.6×250mm,5μm)		
流动相：	时间	流动相 A（磷酸水溶液）%	流动相 B：（磷酸甲醇）%
	0	80	20
	10	10	90
	15	10	90
	15.1	80	20
	20	80	20
柱温：	25°C		



紫外检测器	300nm
流速:	1.2mL/min
进样量:	20 $\mu$ L
注意事项:	后平衡 5min, 使得出峰时间更稳定。

### 流动相的配置:

磷酸溶液：称取 11.5 g 磷酸，加入 950 mL 水，用氨水调节 pH 至 2.3-2.5，加水至 1000 mL。抽滤，备用。

甲醇溶液：色谱级甲醇，抽滤，备用。

流动相 A：量取磷酸溶液 200 mL，用水稀释至 1000 mL。

流动相 B：量取磷酸溶液 250 mL，并用甲醇稀释至 1000 mL。

### ● 标准溶液的配置:

甲醇水溶液：甲醇+水（75+25）

标准储备溶液：称取水杨酸 0.05 g（精确到 0.0001 g）于 50 mL 棕色容量瓶中，加入甲醇水溶液溶解并定容至刻度，即得浓度为 1.0 mg/mL 的水杨酸标准储备溶液。避光保存，5 日内稳定。

标准系列溶液：分别取水杨酸标准储备溶液 50  $\mu$ L、250  $\mu$ L、500  $\mu$ L、1000  $\mu$ L、1500  $\mu$ L 于 10 mL 容量瓶中，对应浓度为 5.0  $\mu$ g/mL、25.0  $\mu$ g/mL、50.0  $\mu$ g/mL、100.0  $\mu$ g/mL、150.0  $\mu$ g/mL。

### ● 样品溶液的配置:

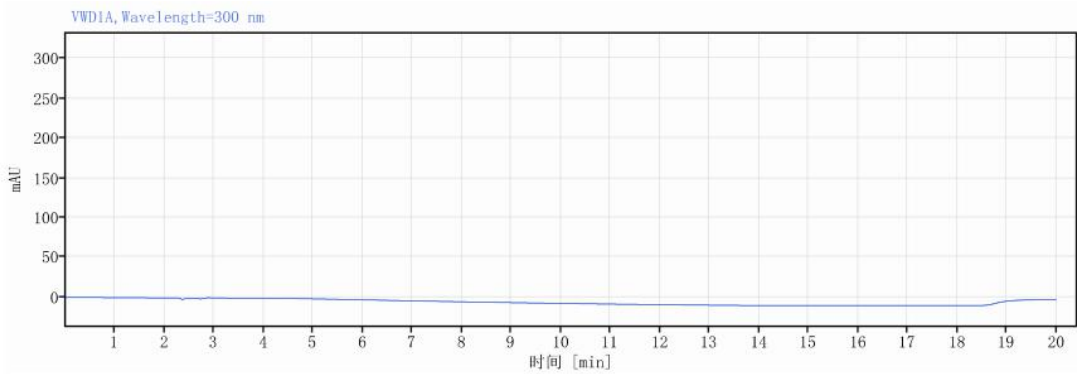
称取 0.25 g 试样（精确至 0.0001 g），于 50 mL 离心管中，加入甲醇水溶液 20 mL，涡旋 60 s，分散均匀，超声提取 15 min，冷却到室温后，用甲醇水溶液定容至 25 mL 刻度线，涡旋振荡摇匀后过 0.22  $\mu$ m 有机系滤膜。

### ● 谱图和数据

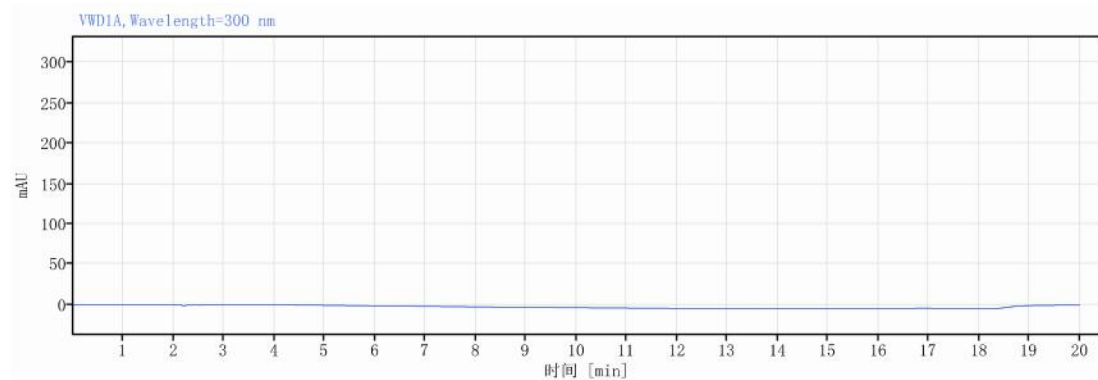
(1) 试剂空白。



C8 柱

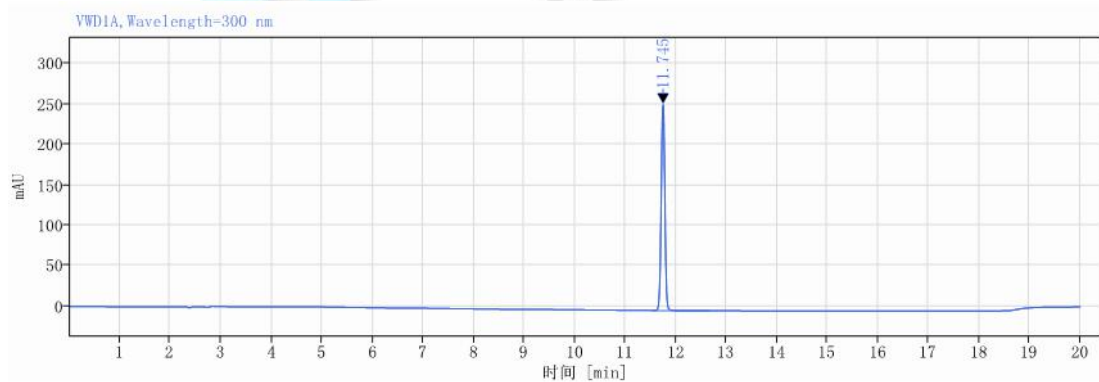


C18 柱



(2) 水杨酸标准品 50 µg/mL。

C8 柱

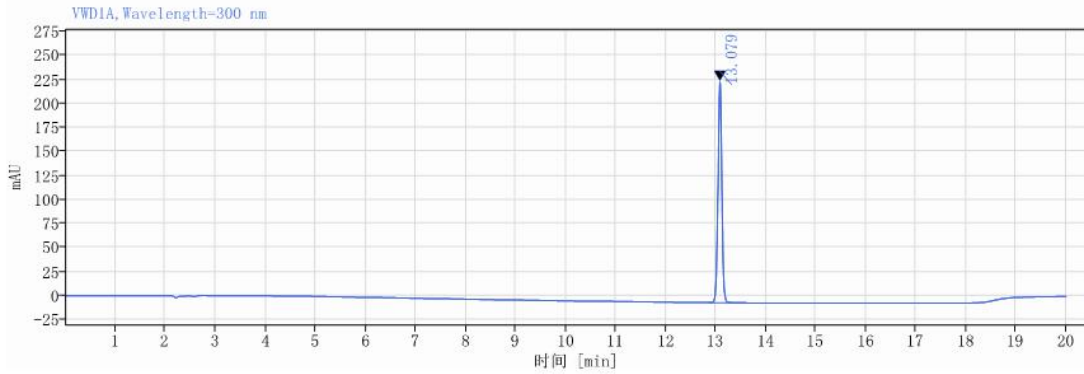


信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.745	1.11	1254.87	254.78	132021.33296	0.99042
		<b>总和</b>	<b>1254.87</b>			



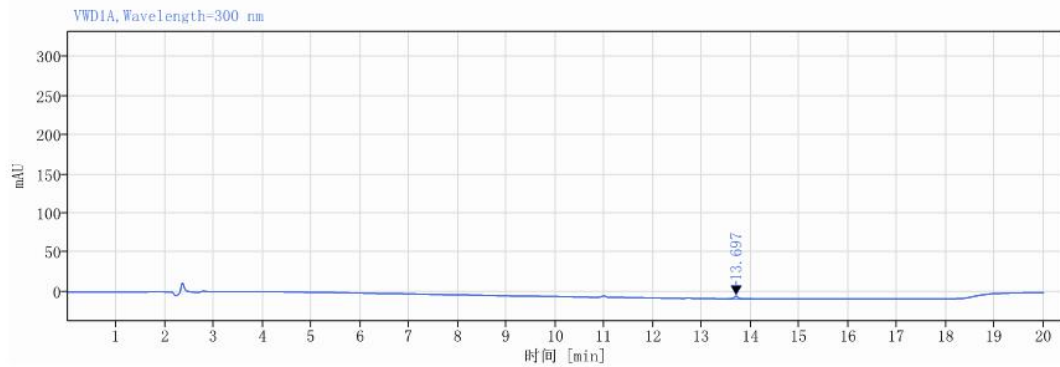
C18 柱



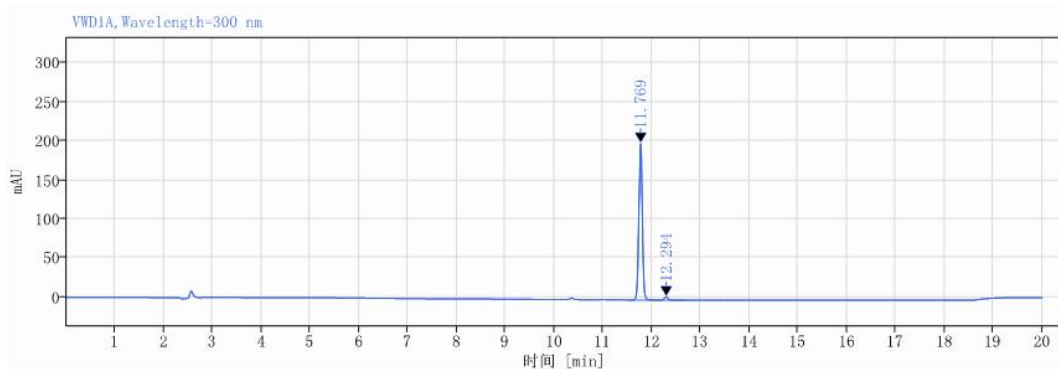
信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	13.079	0.73	1240.66	229.98	137445.04948	1.00572
<b>总和</b>			<b>1240.66</b>			

(3) 洗发水样品。



加标浓度 40  $\mu\text{g/mL}$ , C8 柱。

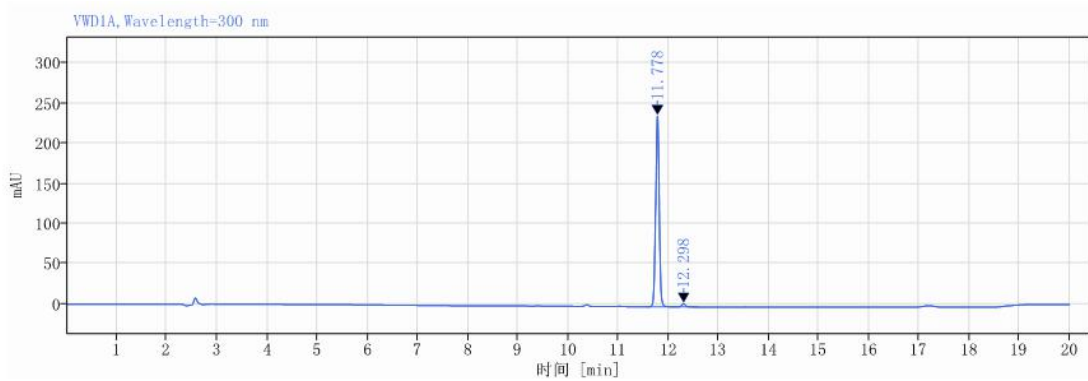


信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.769	0.57	996.16	200.59	130338.73216	0.98888
	12.294	0.53	20.13	4.09	147580.53879	1.00769
<b>总和</b>			<b>1016.29</b>			



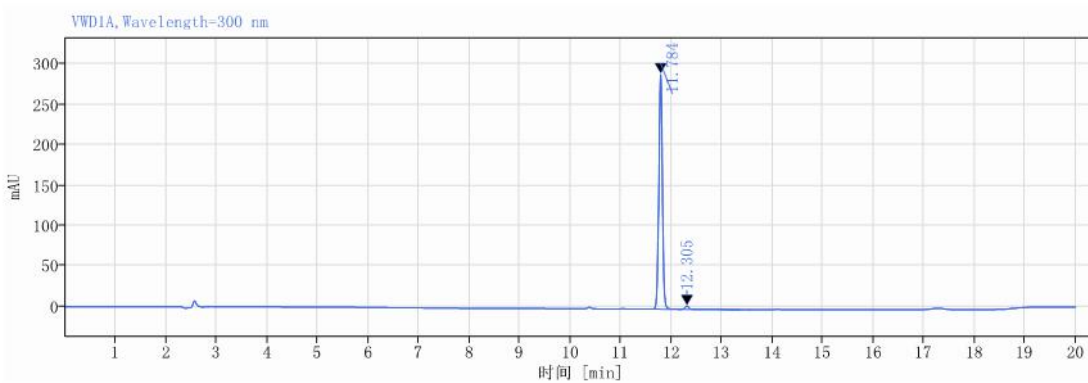
加标浓度 50  $\mu\text{g/mL}$ , C8 柱。



信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.778	0.58	1173.84	237.84	131958.99077	0.99631
	12.298	0.42	19.80	4.06	149371.08598	1.00438
		<b>总和</b>	<b>1193.64</b>			

加标浓度 60  $\mu\text{g/mL}$ , C8 柱。

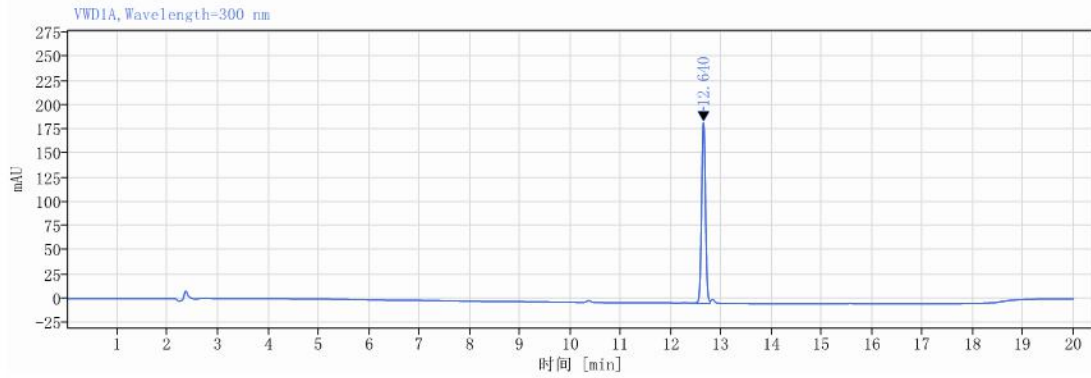


信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.784	0.60	1441.15	290.85	131335.99659	0.99818
	12.305	1.17	22.17	4.12	143439.53559	1.01317
		<b>总和</b>	<b>1463.32</b>			



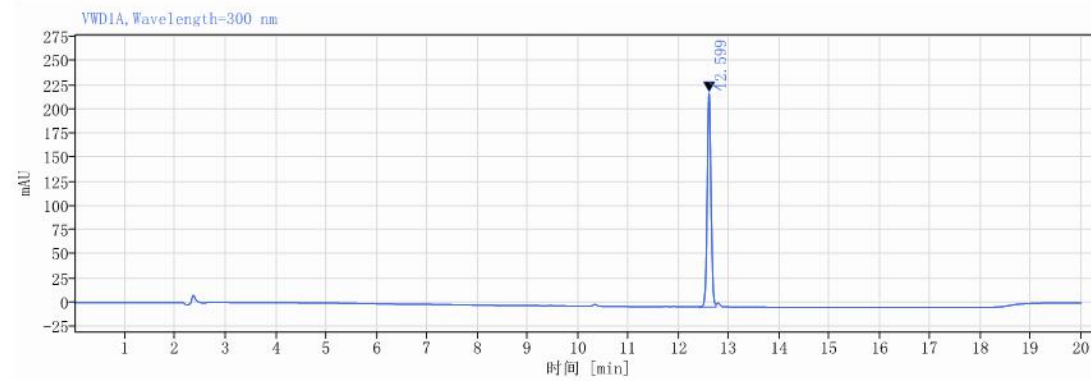
加标浓度 40  $\mu\text{g/mL}$ , C18 柱。



信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	12.640	0.34	990.59	187.18	132600.98888	1.04952
<b>总和</b>			<b>990.59</b>			

加标浓度 50  $\mu\text{g/mL}$ , C18 柱。

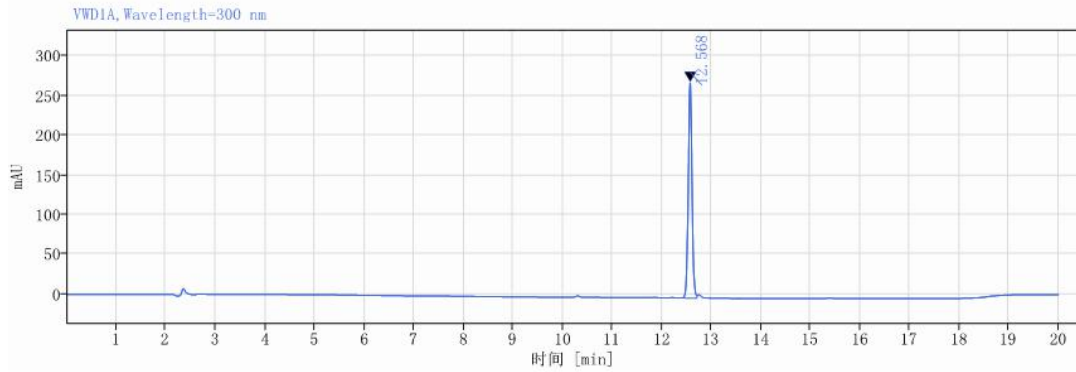


信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	12.599	0.35	1174.47	221.75	131768.78938	1.03390
<b>总和</b>			<b>1174.47</b>			



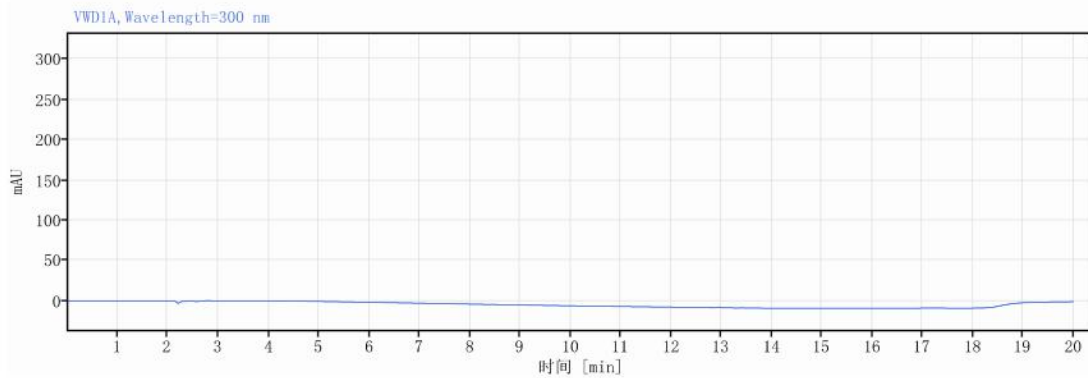
加标浓度 60  $\mu\text{g/mL}$ ，C18 柱。



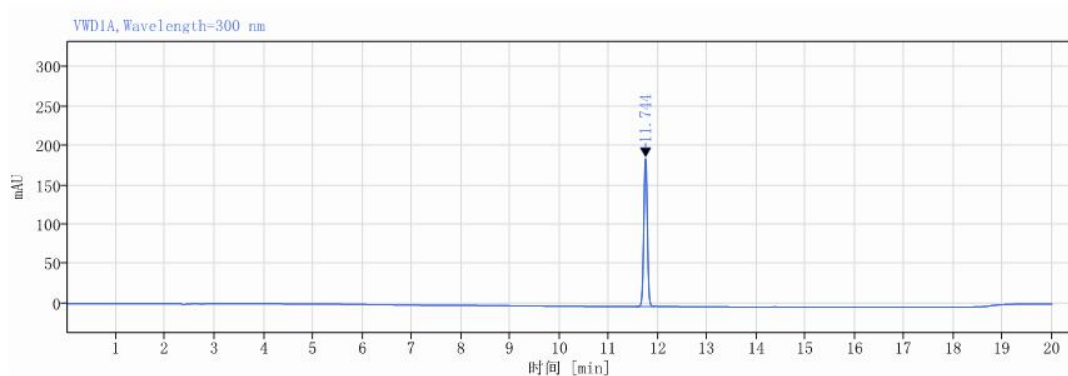
信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	12.568	0.35	1435.09	271.26	131494.76275	1.02251
<b>总和</b>			<b>1435.09</b>			

(4) 乳液样品。



加标浓度 40  $\mu\text{g/mL}$ ，C8 柱。

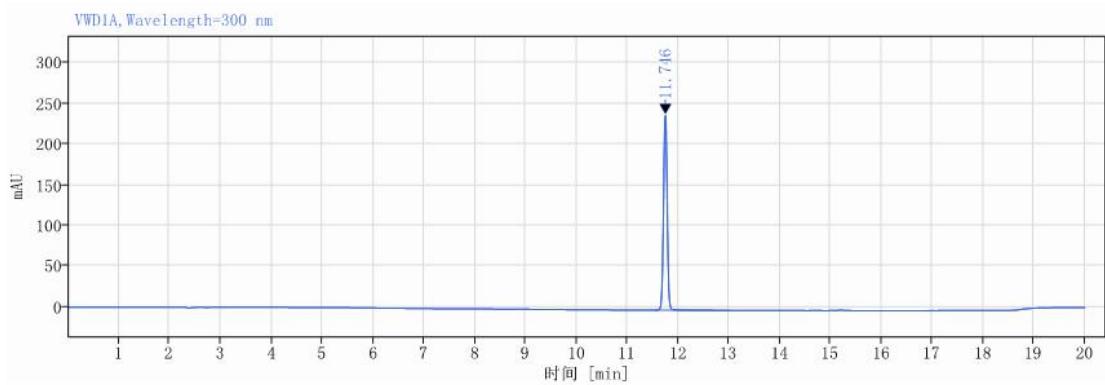


信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.744	0.37	929.36	188.26	131245.82816	1.00306
<b>总和</b>			<b>929.36</b>			



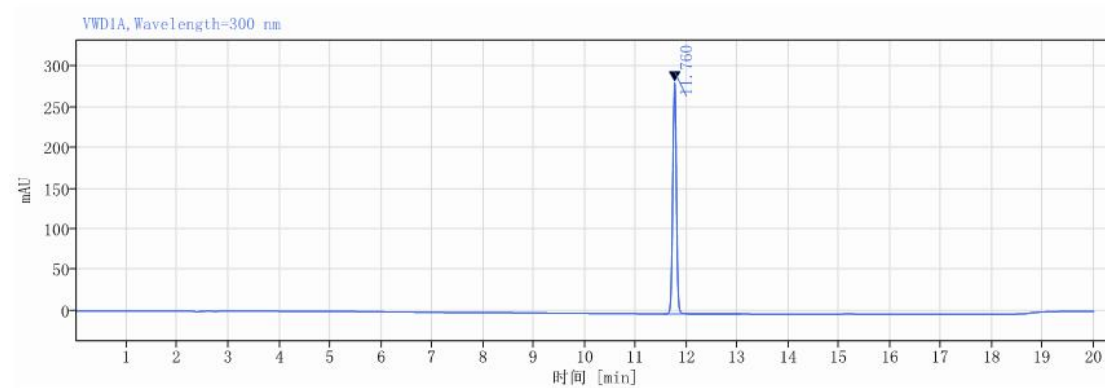
加标浓度 50  $\mu\text{g/mL}$ ，C8 柱。



信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.746	1.48	1182.67	239.72	132221.50940	1.01573
<b>总和</b>			<b>1182.67</b>			

加标浓度 60  $\mu\text{g/mL}$ ，C8 柱。



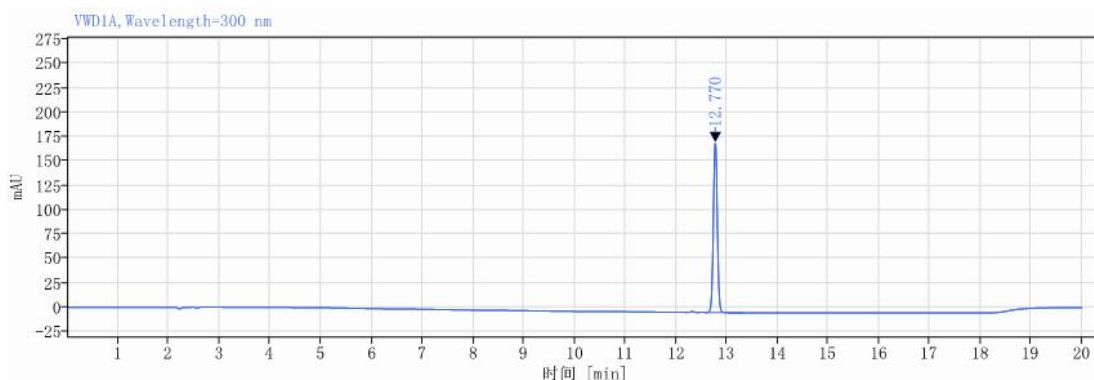
信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.760	1.49	1404.25	284.07	131747.49051	1.02736
<b>总和</b>			<b>1404.25</b>			





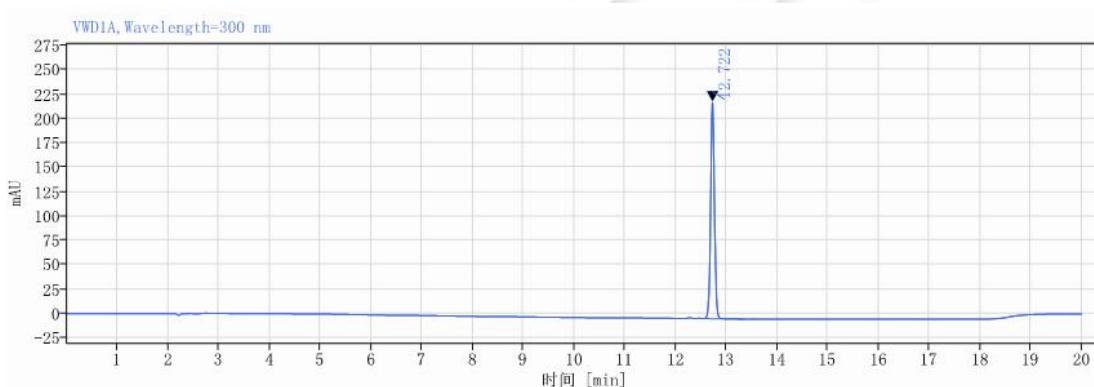
加标浓度 40  $\mu\text{g/mL}$ , C18 柱。



信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	12.770	0.73	925.11	174.05	134855.91776	1.02407
<b>总和</b>			<b>925.11</b>			

加标浓度 50  $\mu\text{g/mL}$ , C18 柱。

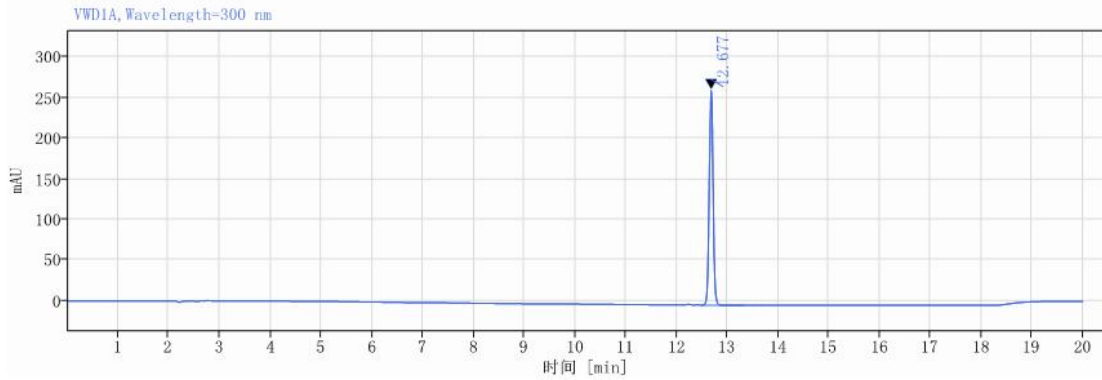


信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	12.722	0.80	1176.35	222.13	134526.34806	1.03976
<b>总和</b>			<b>1176.35</b>			



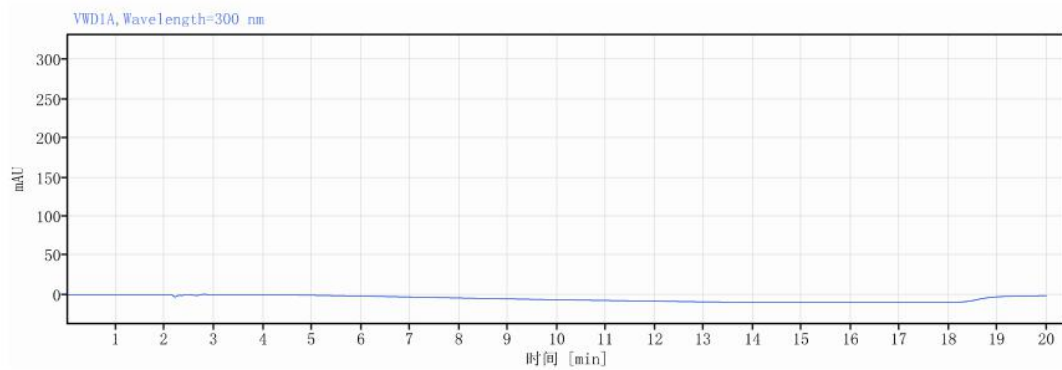
加标浓度 60  $\mu\text{g/mL}$ , C18 柱。



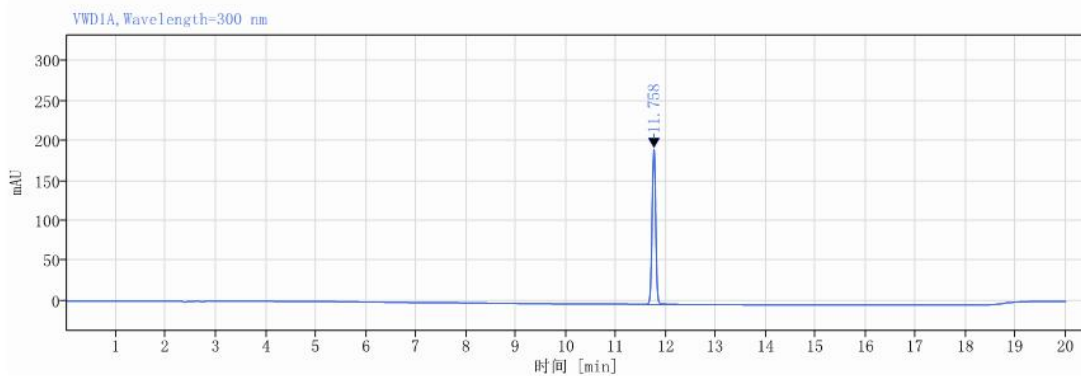
信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	12.677	0.83	1399.99	264.84	134023.85591	1.04304
总和			1399.99			

(5) 薏仁水样品。



加标浓度 40  $\mu\text{g/mL}$ , C8 柱。

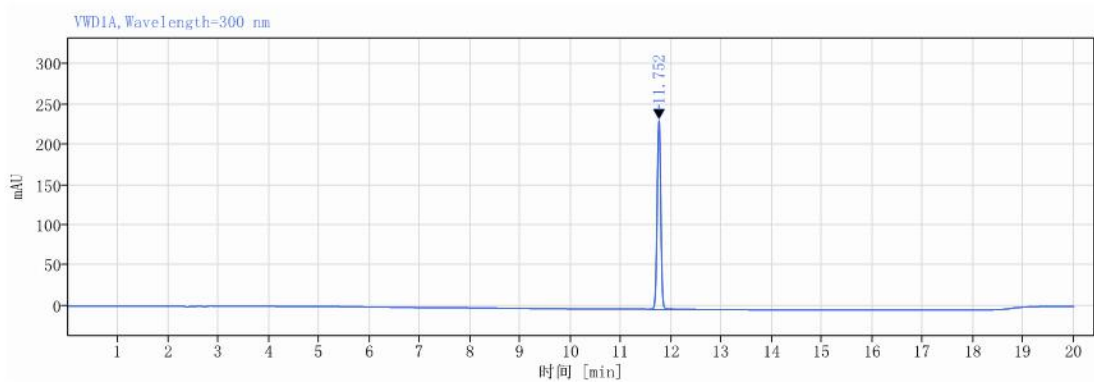


信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.758	1.04	958.07	194.43	132402.26099	1.01945
总和			958.07			



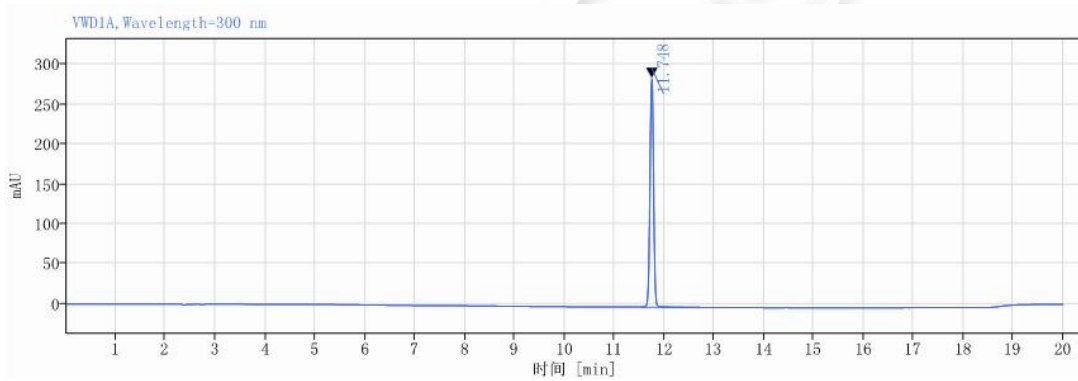
加标浓度 50  $\mu\text{g/mL}$ , C8 柱。



信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.752	1.42	1156.10	234.77	132441.57028	1.00755
<b>总和</b>			<b>1156.10</b>			

加标浓度 60  $\mu\text{g/mL}$ , C8 柱。

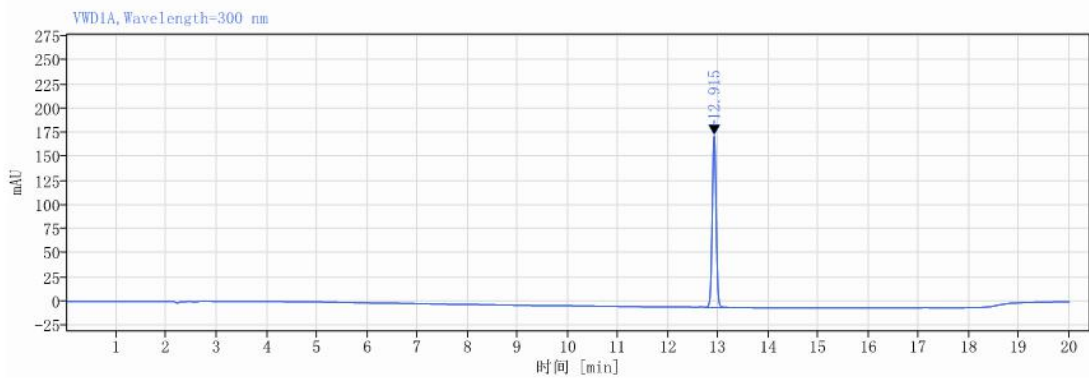


信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	11.748	1.48	1406.89	286.58	133146.79581	0.99578
<b>总和</b>			<b>1406.89</b>			



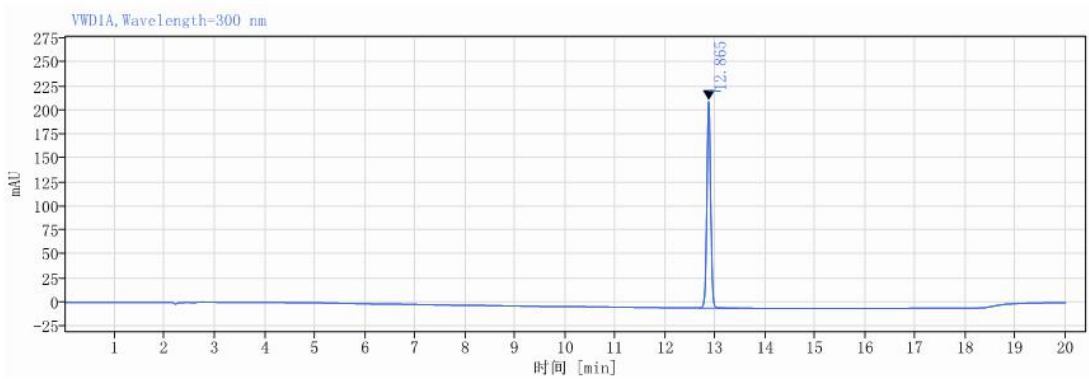
加标浓度 40  $\mu\text{g/mL}$ , C18 柱。



信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	12.915	0.65	952.34	178.13	136427.15858	1.00723
<b>总和</b>			<b>952.34</b>			

加标浓度 50  $\mu\text{g/mL}$ , C18 柱。

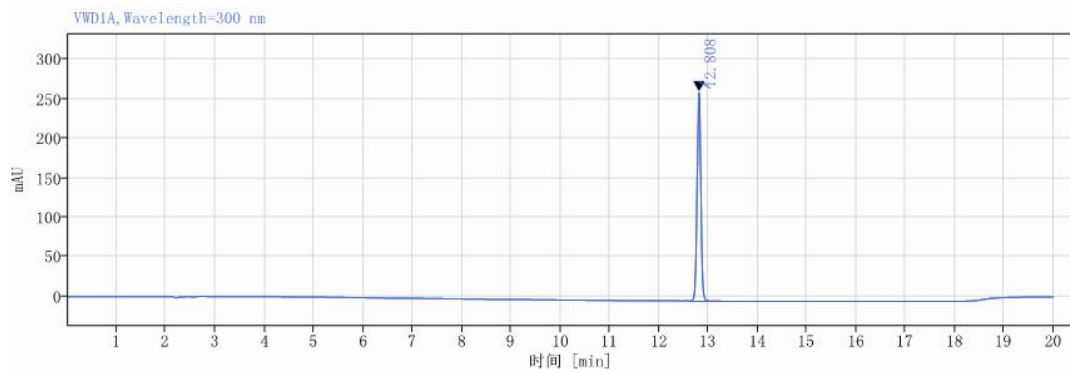


信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	12.865	0.76	1149.49	215.47	135717.09794	1.00029
<b>总和</b>			<b>1149.49</b>			



加标浓度 60  $\mu\text{g/mL}$ , C18 柱。



信号: VWD1A, Wavelength=300 nm

名称	保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
水杨酸	12.808	0.86	1404.57	264.68	135869.56578	1.03594
总和			1404.57			

### 回收率统计

样品名称	峰面积	加标浓度, $\mu\text{g/mL}$	浓度, $\mu\text{g/mL}$	回收率, %
薏仁水	958.068	40	37.7	94.2%
	1156.095	50	45.4	90.7%
	1406.889	60	55.1	91.8%
乳液	929.355	40	36.6	91.5%
	1182.667	50	46.4	92.8%
	1404.248	60	55.0	91.6%
洗发水	996.16	40	39.2	97.9%
	1173.843	50	46.1	92.1%
	1441.145	60	56.4	94.0%

### ● 结论:

使用月旭 Ultimate® LP-C8(4.6 $\times$ 250mm,5 $\mu\text{m}$ )与月旭 Ultimate® LP-C18(4.6 $\times$ 250mm,5 $\mu\text{m}$ )能分离水杨酸与样品中的杂质, 样品回收率满足要求。

日期: 2022/02/24

