

## 测试报告

样品信息			
样品名称	化妆水	编号	Z20220630-005
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/6/30	测试期间	2022/11/23-12/2
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	甲基异噻唑啉酮等 23 种防腐剂		
参考标准			
参考标准	化妆品安全技术规范 2015 版	标样	/
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 <sup>®</sup> ODS-3 (4.6×250 mm,5 μm)		
流动相：	时间	0.12%磷酸水	乙腈
	0	80	20
	11	80	20
	29	50	50
	41	65	35
	52	35	65
	57	5	95
	62	80	20
72	80	20	
检测波长	280 nm; 254nm; 230nm		
柱温：	30℃		
流速：	1 mL/min		
进样量：	5 μL		



注意事项：

/

● 流动相的配置：

0.12%磷酸水：量取磷酸 1.2 mL，加水至 1000 mL 混匀即得；

乙腈：量取 1000mL 色谱纯乙腈，经 0.45 μm 滤膜抽滤即得；

● 样品溶液的配置：

样品处理：准确称取样品 1.0 g，精确至 0.001 g，置于具塞比色管中，加入甲醇 8 mL，涡旋振荡 30 s，使试样与提取溶剂充分混匀，超声提取 20 min，用甲醇定容至 10 mL，摇匀，以 10000 r/min 离心 5 min。上清液经 0.22μm 滤膜过滤，取滤液作为待测溶液。

溶剂：单标储备液溶剂为乙腈，混标取各单标储备液适量用甲醇定容

标准品：标准品浓度如表 1 所示（混标与单标定位浓度一致）；

表 1：甲基异噻唑啉酮等 23 种组分标准溶液浓度

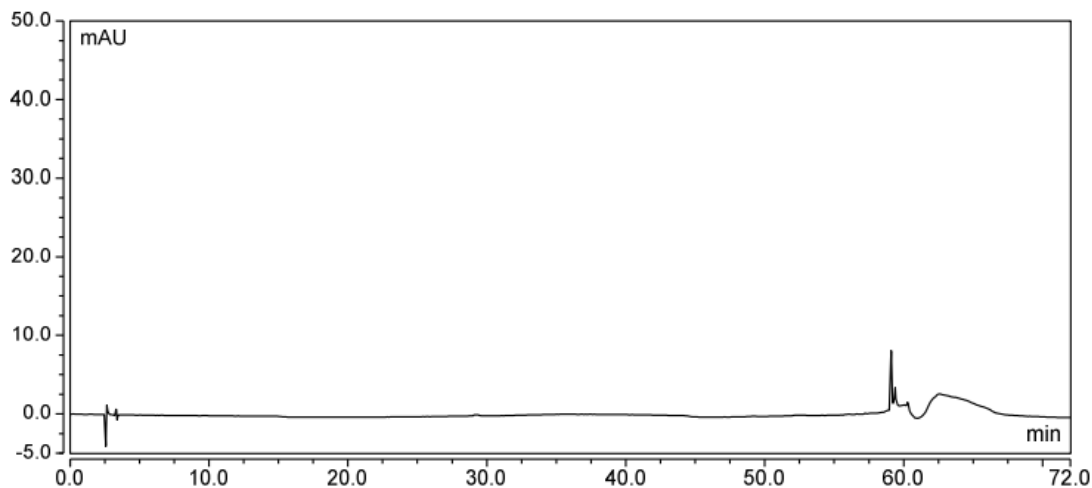
名称	混标浓度 μg/mL	名称	混标浓度 μg/mL
甲基异噻唑啉酮	7.5	4-羟基苯甲酸异丙酯	31.25
2-溴-2-硝基丙烷-1,3-二醇	187.5	4-羟基苯甲酸丙酯	31.25
4-羟基苯甲酸	25	4-羟基苯甲酸苯酯	37.5
甲基氯异噻唑啉酮	7.5	4-羟基苯甲酸异丁酯	37.5
苯甲醇	375	4-羟基苯甲酸丁酯	37.5
苯氧乙醇	250	4-羟基苯甲酸苄酯	37.5
苯甲酸	62.5	苯甲酸乙酯	75
4-羟基苯甲酸甲酯	12.5	4-羟基苯甲酸戊酯	75
氯苯甘醚	37.5	苯甲酸异丙酯	87.5
脱氢乙酸	37.5	苯甲酸丙酯	87.5
5-溴-5-硝基-1,3-二噁烷	312.5	苯甲酸苯基酯	100
4-羟基苯甲酸乙酯	31.25		



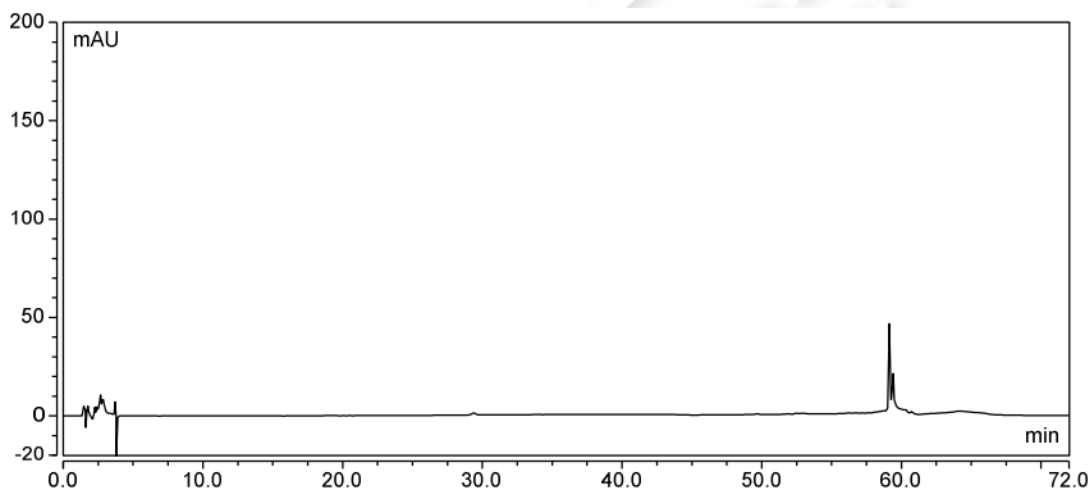
● 谱图和数据

使用仪器: Thermo UltiMate 3000 月旭 Ultimate® ODS-3 (4.6×250 mm,5 μm)

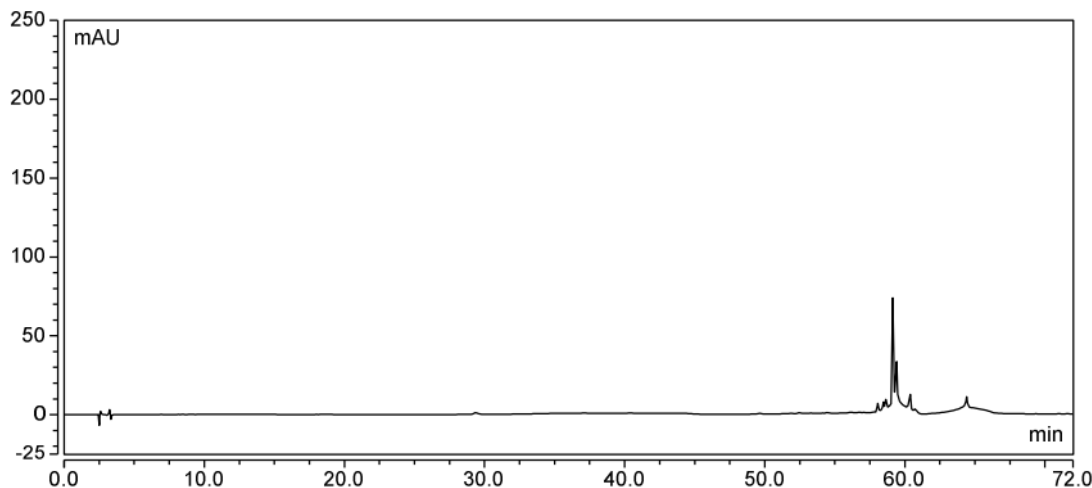
(1) 空白 (280nm)



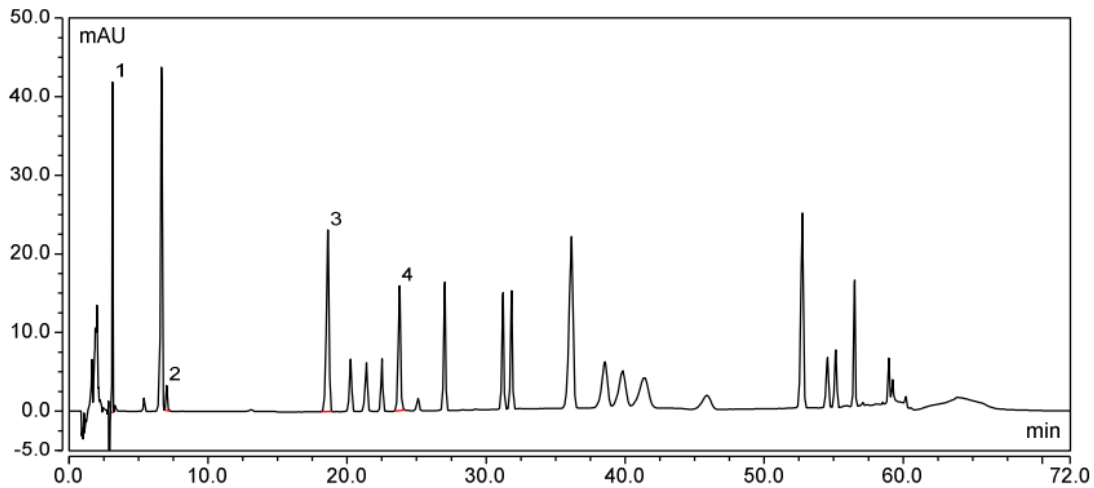
(2) 空白 (254nm)



(3) 空白 (230nm)

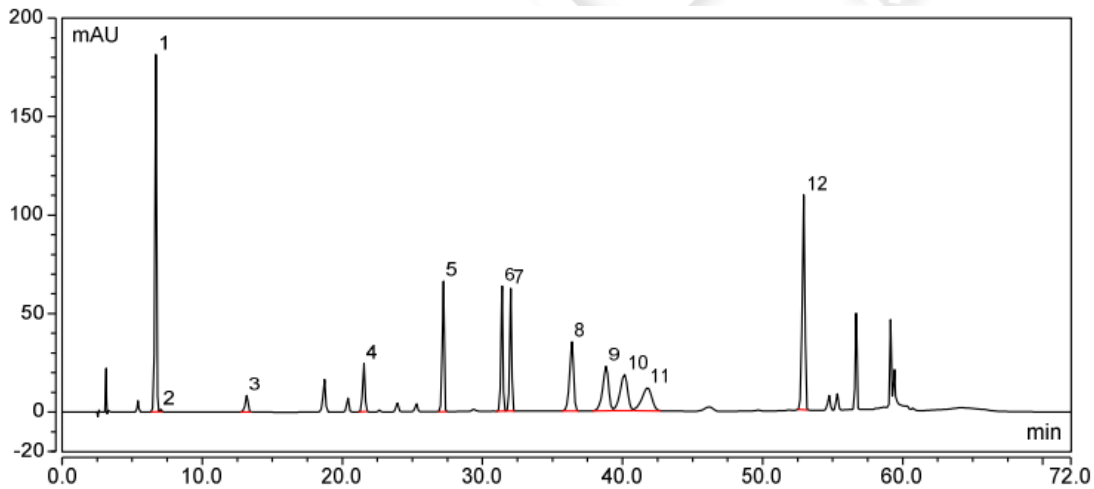


(4) 混标 (280nm)



积分结果							
序号	峰名称	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	甲基异噻唑啉酮	3.128	2.049	41.997	30118	28.77	1.02
2	甲基氯异噻唑啉酮	7.037	0.414	3.172	19735	44.65	0.95
3	苯氧乙醇	18.620	4.840	23.093	54212	16.48	0.81
4	脱氢乙酸	23.777	3.158	15.889	95550	n.a.	0.89
总和:			10.461	84.152	199615.00	89.89	

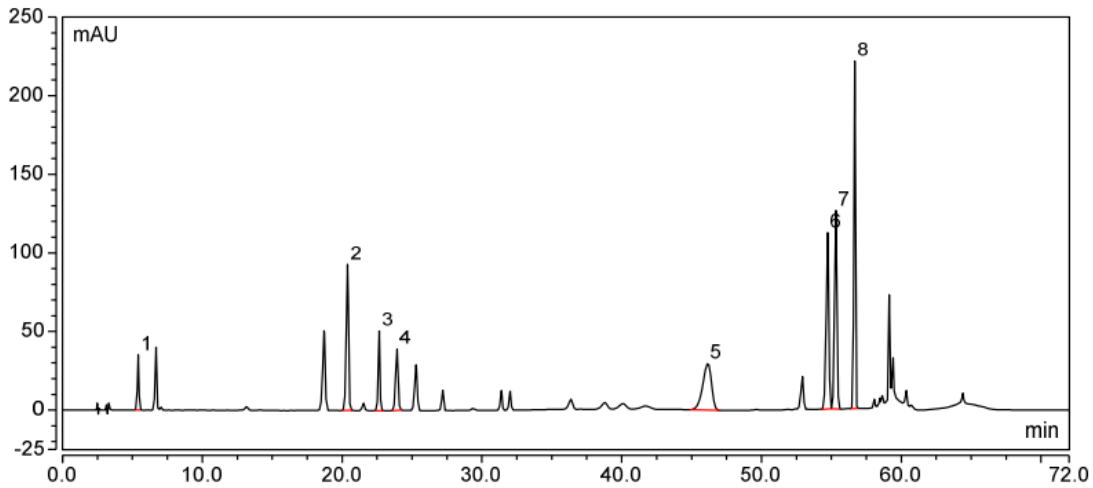
(5) 混标 (254nm)



积分结果							
序号	峰名称	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	4-羟基苯甲酸	6.693	24.914	181.274	16665	1.80	0.83
2	甲基氯异噻唑啉酮	7.048	0.143	1.226	22389	21.83	1.02
3	苯甲醇	13.178	2.041	8.374	19801	25.48	0.84
4	4-羟基苯甲酸甲酯	21.550	4.447	24.356	91936	21.24	0.82
5	4-羟基苯甲酸乙酯	27.217	10.685	66.152	188542	17.09	0.83
6	4-羟基苯甲酸异丙酯	31.412	9.971	63.575	270528	2.54	0.82
7	4-羟基苯甲酸丙酯	32.032	10.014	62.347	267092	11.27	0.83
8	4-羟基苯甲酸苯酯	36.390	11.999	35.125	76204	3.77	0.82
9	4-羟基苯甲酸异丁酯	38.828	11.374	22.737	40671	1.52	0.86
10	4-羟基苯甲酸丁酯	40.132	11.377	18.506	28314	1.46	0.86
11	4-羟基苯甲酸苯酯	41.778	9.693	11.649	16353	13.70	n.a.
12	4-羟基苯甲酸戊酯	52.940	22.784	109.008	420311	n.a.	0.84
总和:			129.443	604.330	1458806.00	121.70	

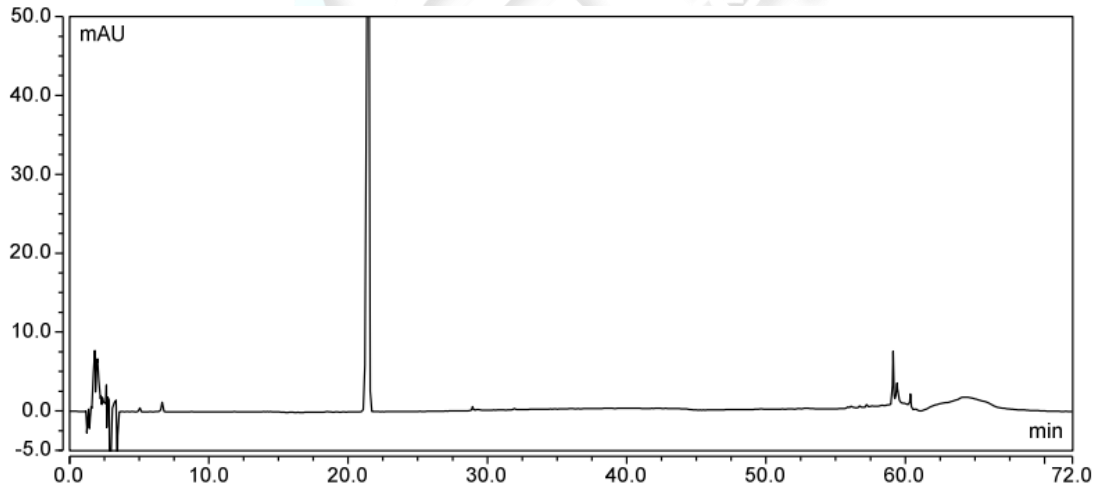


(6) 混标 (230nm)



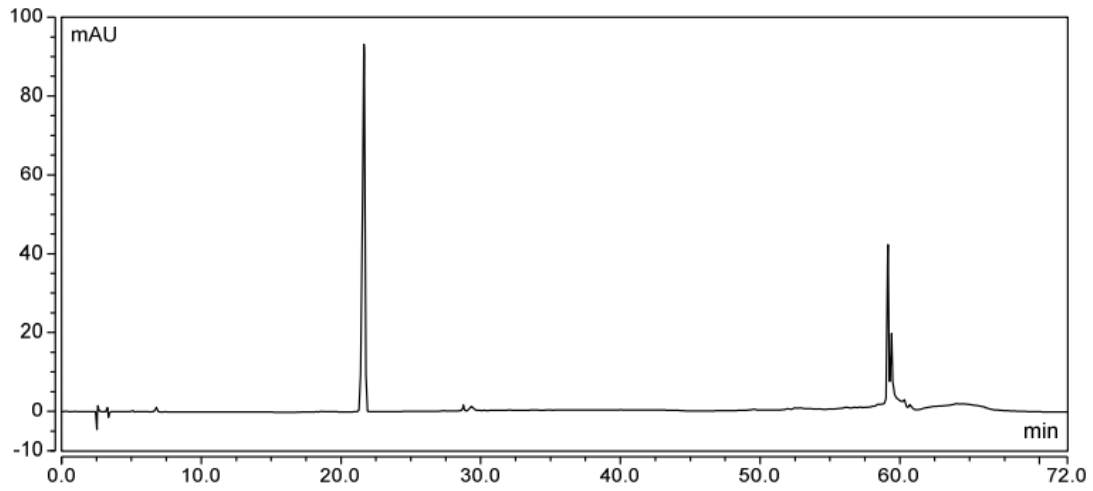
积分结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	2-溴-2-硝基丙烷-1, 3-二醇	5.415	3.635	35.137	19281	66.26	0.85
2	苯甲酸	20.393	17.810	92.910	75255	8.85	0.87
3	氯苯甘醚	22.660	7.135	50.675	175871	4.78	0.82
4	脱氢乙酸	23.927	7.843	38.957	92419	30.51	0.89
5	苯甲酸乙酯	46.157	21.720	29.904	25951	11.56	0.83
6	苯甲酸异丙酯	54.728	24.095	112.188	413835	1.85	0.88
7	苯甲酸丙酯	55.323	24.140	126.255	530730	5.31	0.88
8	苯甲酸苯基酯	56.670	28.737	221.207	1227853	n.a.	0.88
总和:			135.114	707.233	2561195.00	129.14	

(7) 化妆水 (280nm)

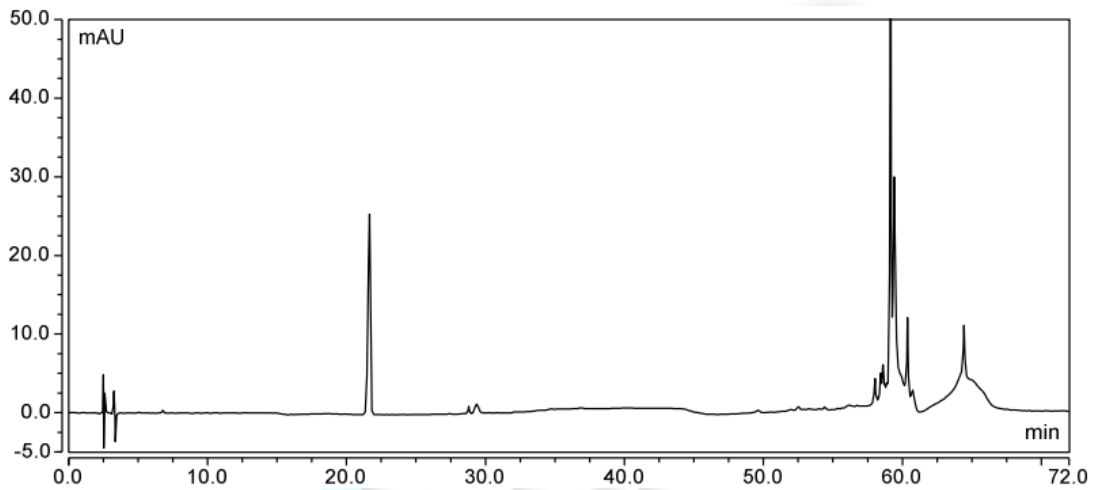


(8) 化妆水 (254nm)

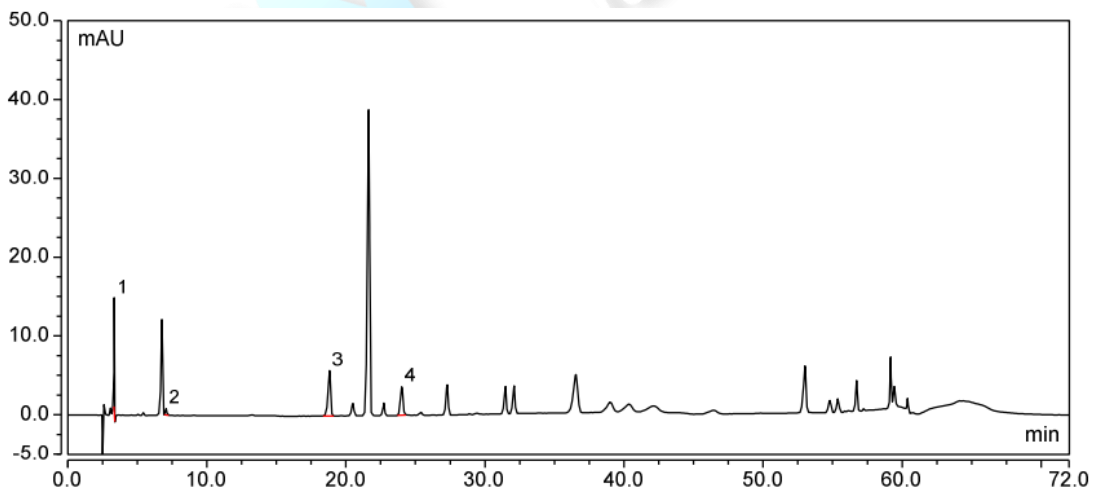




(9) 化妆水 (230nm)



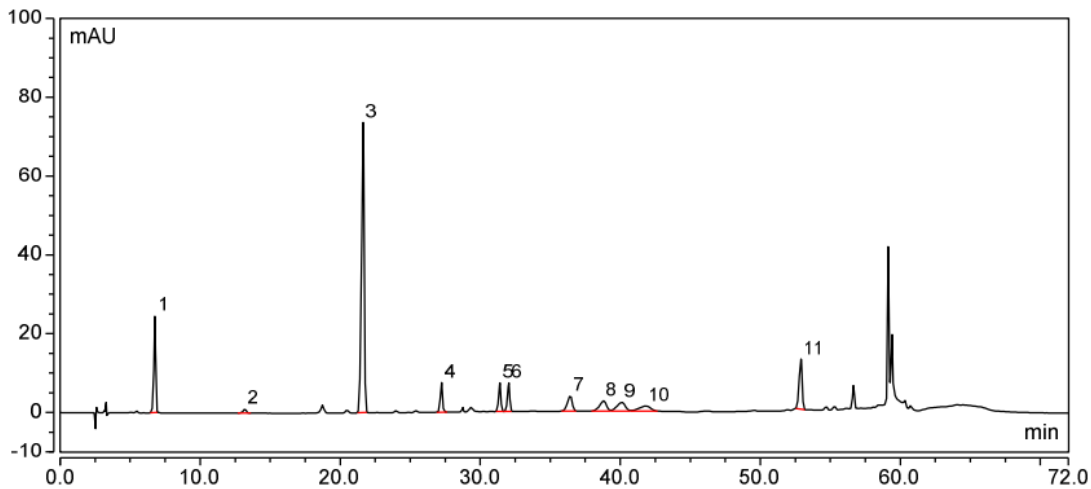
(10) 化妆水+标 (280nm)



积分结果

序号	峰名称	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	甲基异噻唑啉酮	3.342	0.340	14.682	138416	33.57	1.15
2	甲基氯异噻唑啉酮	7.082	0.092	0.779	22823	45.23	0.99
3	苯氧乙醇	18.822	1.243	5.737	51106	15.97	0.81
4	脱氢乙酸	24.018	0.732	3.585	90449	n.a.	0.92
总和:			2.407	24.783	302794.00	94.77	

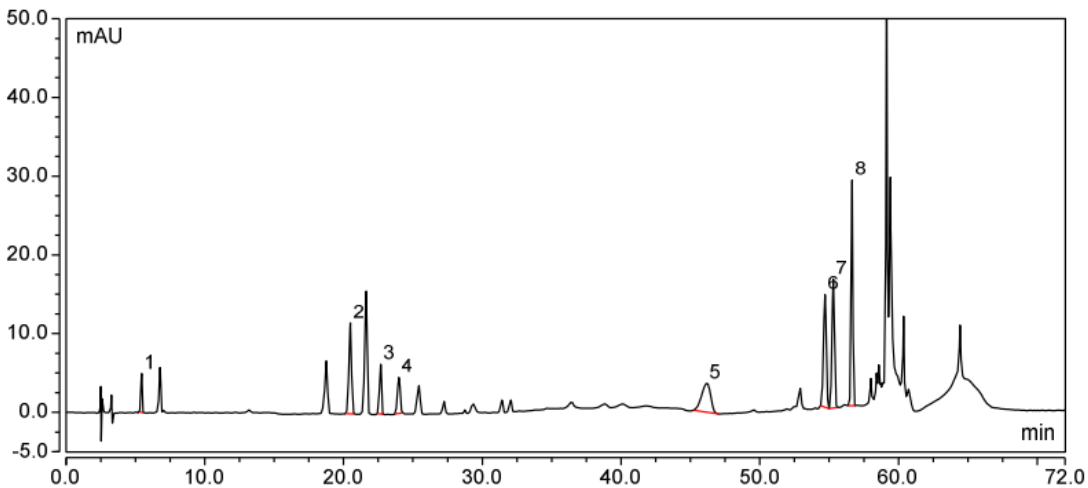
(11) 化妆水+标 (254nm)



积分结果

序号	峰名称	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	4-羟基苯甲酸	6.770	3.435	24.453	16683	20.65	0.79
2	苯甲醇	13.198	0.284	1.056	16209	22.18	0.79
3	4-羟基苯甲酸甲酯	21.638	15.959	73.668	61685	17.20	0.80
4	4-羟基苯甲酸乙酯	27.255	1.435	7.526	126795	14.04	0.82
5	4-羟基苯甲酸异丙酯	31.418	1.316	7.292	189634	2.14	0.81
6	4-羟基苯甲酸丙酯	32.042	1.347	7.250	186473	9.41	0.81
7	4-羟基苯甲酸苯酯	36.438	1.569	3.949	51797	3.08	0.81
8	4-羟基苯甲酸异丁酯	38.808	1.506	2.638	29714	1.28	n.a.
9	4-羟基苯甲酸丁酯	40.100	1.523	2.185	20427	1.28	n.a.
10	4-羟基苯甲酸苄酯	41.825	1.251	1.311	11295	11.37	n.a.
11	4-羟基苯甲酸戊酯	52.903	2.999	12.739	311255	n.a.	0.83
总和:			32.624	144.065	1021967.00	102.63	

(12) 化妆水+标 (230nm)



积分结果

序号	峰名称	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	2-溴-2-硝基丙烷-1, 3-二酮	5.443	0.498	4.925	20518	60.26	0.81
2	苯甲酸	20.503	2.509	11.539	55177	7.27	0.84
3	氯苯甘醚	22.673	0.990	6.338	132276	4.46	0.81
4	脱氢乙酸	23.995	0.987	4.574	77606	28.33	0.90
5	苯甲酸乙酯	46.192	2.769	3.692	22680	10.66	0.84
6	苯甲酸异丙酯	54.710	3.307	14.298	340840	1.69	0.87
7	苯甲酸丙酯	55.308	3.427	16.408	431506	4.80	0.87
8	苯甲酸苯基酯	56.660	4.095	28.651	986109	n.a.	0.87
<b>总和:</b>			<b>18.581</b>	<b>90.426</b>	<b>2066712.00</b>	<b>117.47</b>	

结论:

使用月旭 Ultimate® ODS-3 (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: 2022.12.2

