

测试报告

样品信息			
样品名称	洗发水	编号	Z20221206-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/12/6	测试期间	2022/12/5-12/9
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	水杨酸、吡硫鎇锌、酮康唑、氯咪巴唑、吡罗克酮乙醇胺盐		
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 Xtimate [®] C18(4.6×150 mm,5 μm)
流动相：	乙腈+甲醇+10mmol/L 磷酸二氢钾水溶液=50+10+40
检测波长	通用检测波长为 230nm；水杨酸和吡罗克酮乙醇胺盐的测定可采用 300nm；吡硫鎇锌的测定可采用 340nm；
柱温：	30℃
流速：	1.0 mL/min
进样量：	2 μL



注意事项：	<p>当水杨酸出现分叉峰或者肩峰时，将混合标准系列溶液的稀释剂更换为 10mmol/L 磷酸二氢钾水溶液；对于有干扰的样品，测定水杨酸和吡罗克酮乙醇胺盐时建议检测波长调整为 300 nm，测定吡硫鎓锌时检测波长调整为 340 nm。</p>
--------------	--

● **流动相的配置：**

乙腈+甲醇+10mmol/L 磷酸二氢钾水溶液[添加乙二胺四乙酸二钠至 $c(\text{Na}_2\text{EDTA})=0.5\text{mmol/L}$ 用磷酸调节水溶液的 pH 至 4.0] (50+10+40)

磷酸二氢钾水溶液：称取 1.36g 磷酸二氢钾，加入二水乙二胺四乙酸二钠 0.1861g 加入水至 1000mL，用磷酸调节 pH 至 4.0，混匀抽滤即得；

取配好的磷酸二氢钾水溶液 400mL，加入乙腈 500mL，再加入乙腈 100mL，混匀，超声脱气即得；

● **样品溶液的配置：**

稀释剂：乙腈-甲醇=95：5；

样品处理：称取样品 0.5g（精确到 0.001g）于 50mL 具塞比色管中，加入稀释剂至刻度，振摇，超声提取 30min，取出后冷却至室温。浑浊溶液可取适量 5000rpm 离心 5min。经 0.45 μm 滤膜过滤，滤液作为待测溶液备用。必要时用甲醇稀释滤液备用；

水杨酸：精密称取 0.0236g 水杨酸，加入稀释剂使浓度为 20mg/mL 作为储备液，取 8 μL ，加入稀释剂至 1mL，混匀即得；

吡硫鎓锌：精密称取 0.0037g 吡硫鎓锌，加入稀释剂使浓度为 1mg/mL 作为储备液，取 80 μL ，加入稀释剂至 1mL，混匀即得；

氯咪巴唑：精密称取 0.0022g 氯咪巴唑，加入稀释剂使浓度为 2mg/mL 作为储备液，取 80 μL ，加入稀释剂至 1mL，混匀即得；

吡罗克酮乙醇胺盐：精密称取 0.0027g 吡罗克酮乙醇胺盐，加入稀释剂使浓度为 100 μL 作为储备液，取 0.08mL，加入稀释剂至 1mL，混匀即得；

酮康唑：精密称取酮康唑 0.0021g 加入稀释剂溶解稀释至浓度为 2mg/mL 作为储备液，取 80 μL ，加入稀释剂至 1mL，混匀即得；



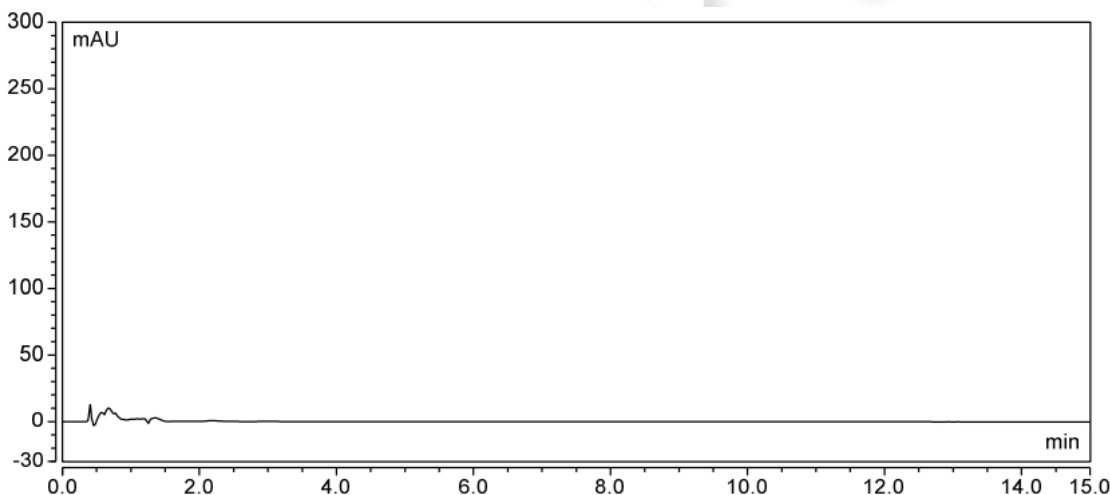
混标：标准品浓度如表 1 所示（混标稀释剂为：10mmol/L 磷酸二氢钾水溶液[添加乙二胺四乙酸二钠至 $c(\text{Na}_2\text{EDTA})=0.5\text{mmol/L}$ 用磷酸调节水溶液的 pH 至 4.0]

表 1：水杨酸等 5 种组分标准溶液浓度

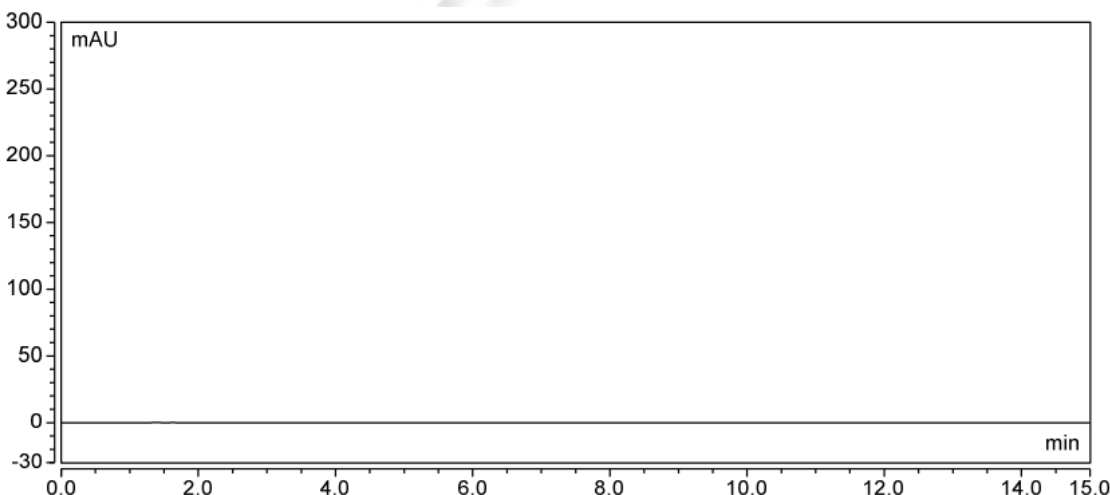
组分名称	水杨酸	吡硫翁锌	酮康唑	氯咪巴唑	吡罗克酮乙醇胺盐
混合标准系	40	20	40	40	50
列溶液浓度	160	80	160	160	200
(mg/L)	400	200	400	400	500

● 谱图和数据

(1) 空白（230nm）

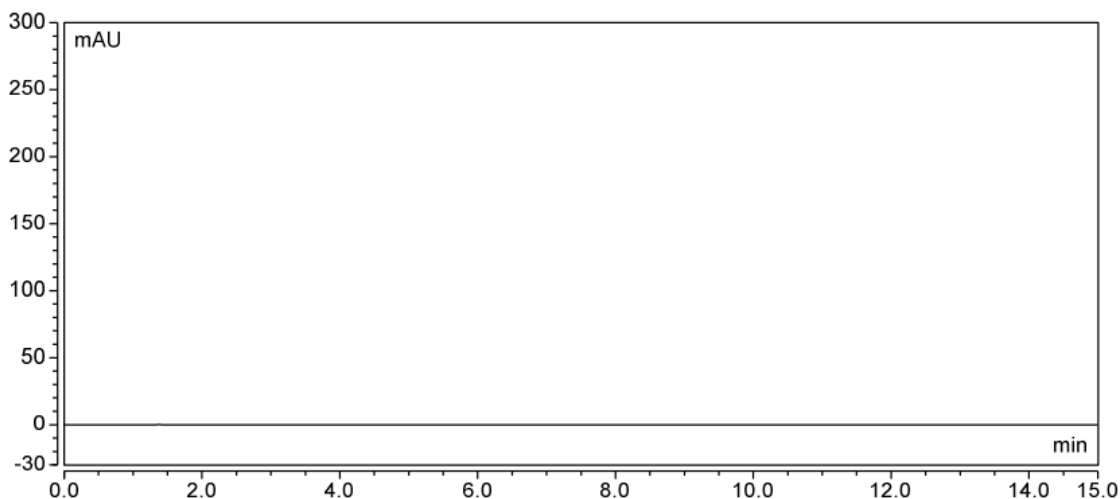


(2) 空白（300nm）

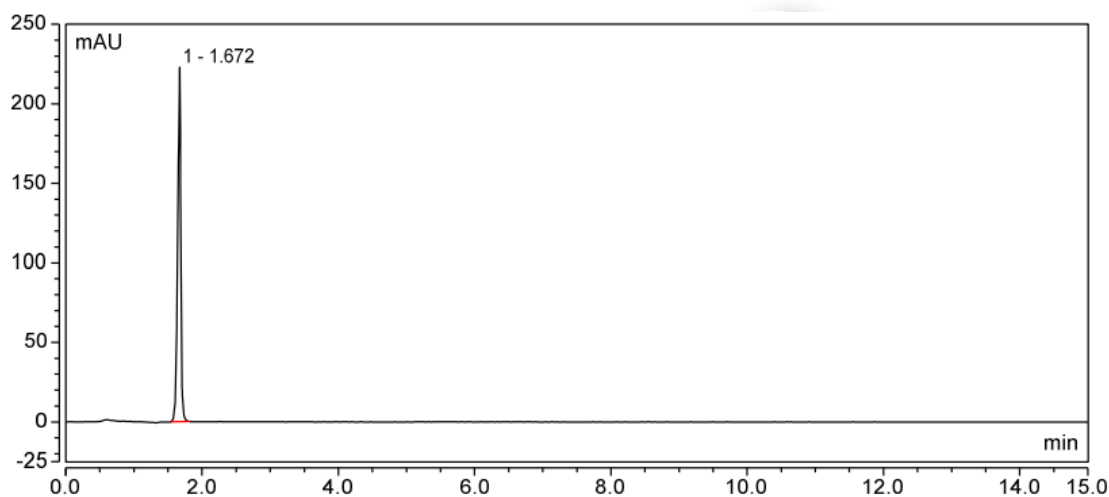


(3) 空白（340nm）



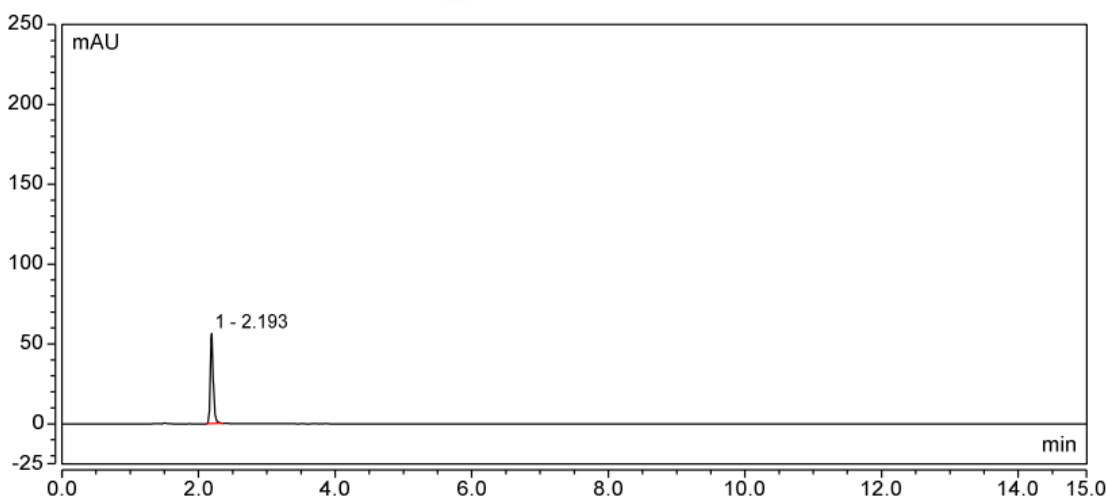


(4) 水杨酸 (300nm)



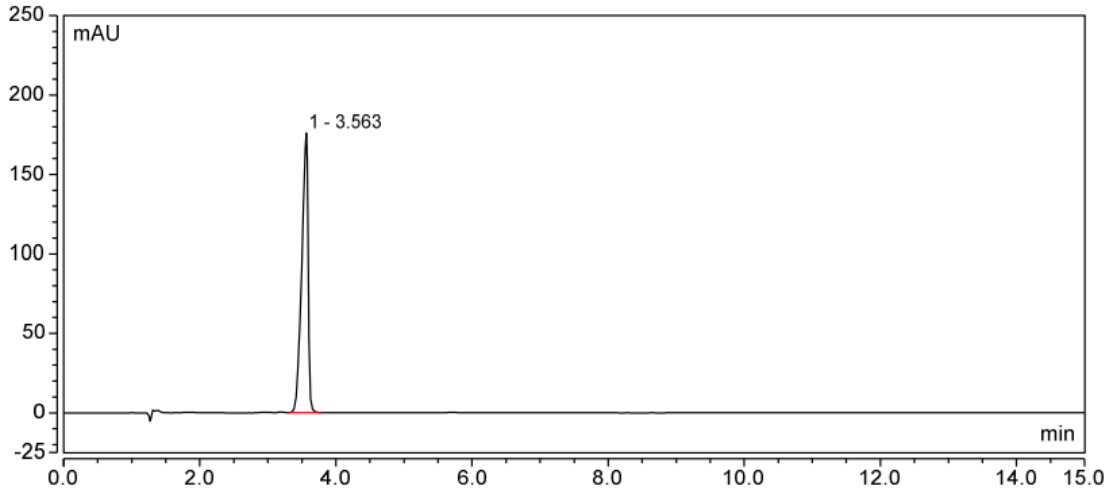
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	1.672	11.498	222.763	7466	n.a.	0.82
总和:		11.498	222.763	7466.00	0.00	

(5) 吡硫翁锌 (340nm)



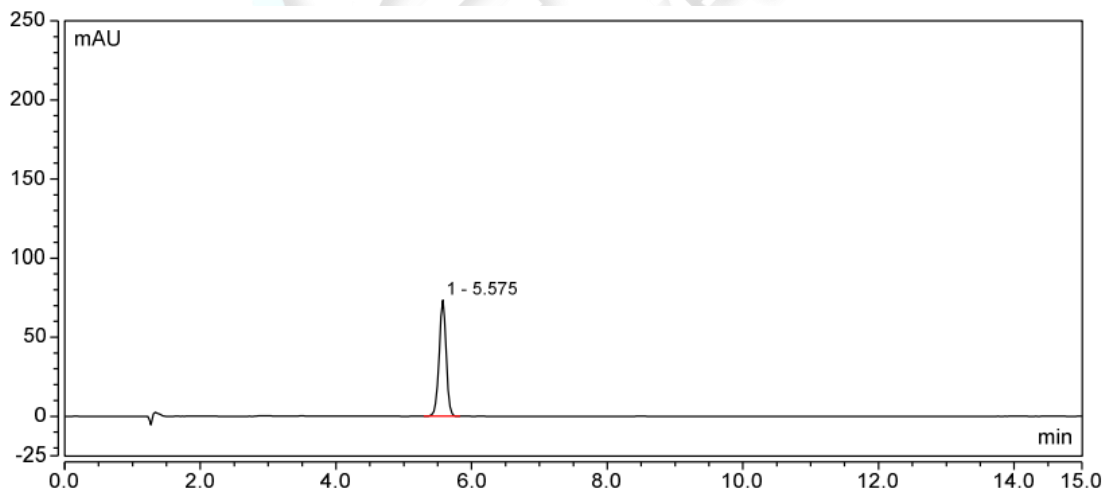
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	2.193	2.676	56.528	15435	n.a.	1.22
总和:		2.676	56.528	15435.00	0.00	

(6) 酮康唑 (230nm)



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	3.563	18.940	175.992	7033	n.a.	0.72
总和:		18.940	175.992	7033.00	0.00	

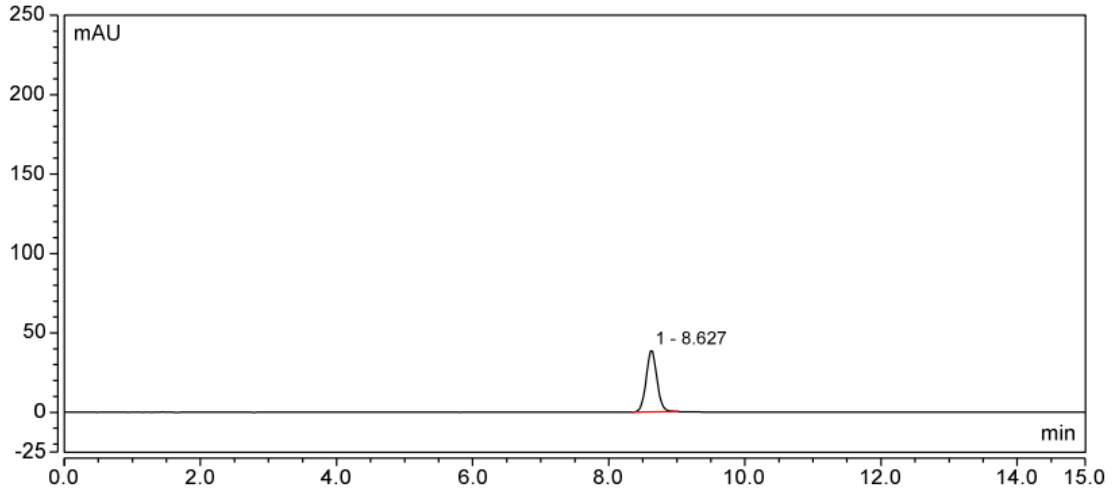
(7) 氯咪巴唑 (280nm)



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	5.575	8.871	73.451	14026	n.a.	0.96
总和:		8.871	73.451	14026.00	0.00	

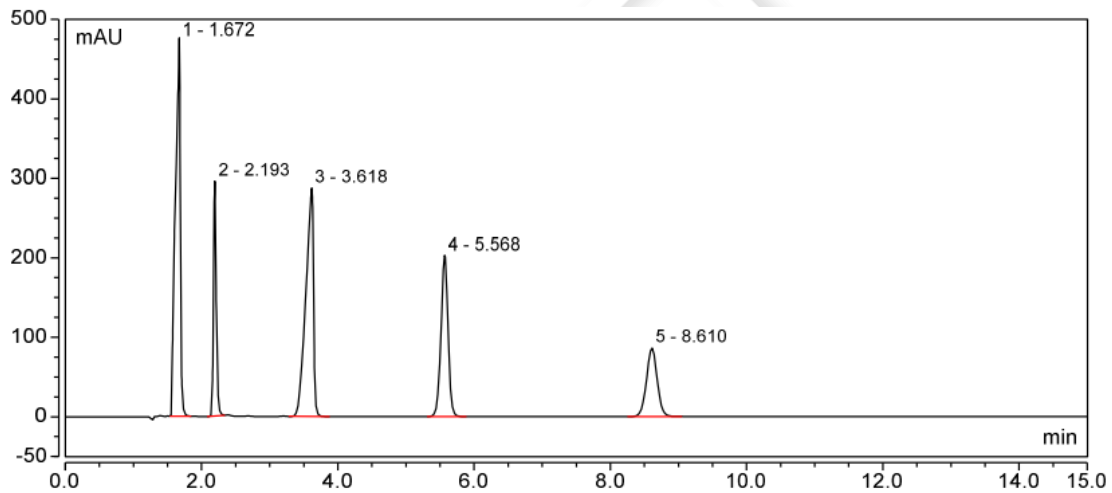
(8) 吡罗克酮乙醇胺盐 (300nm)





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	8.627	7.152	39.073	14796	n.a.	1.06
总和:		7.152	39.073	14796.00	0.00	

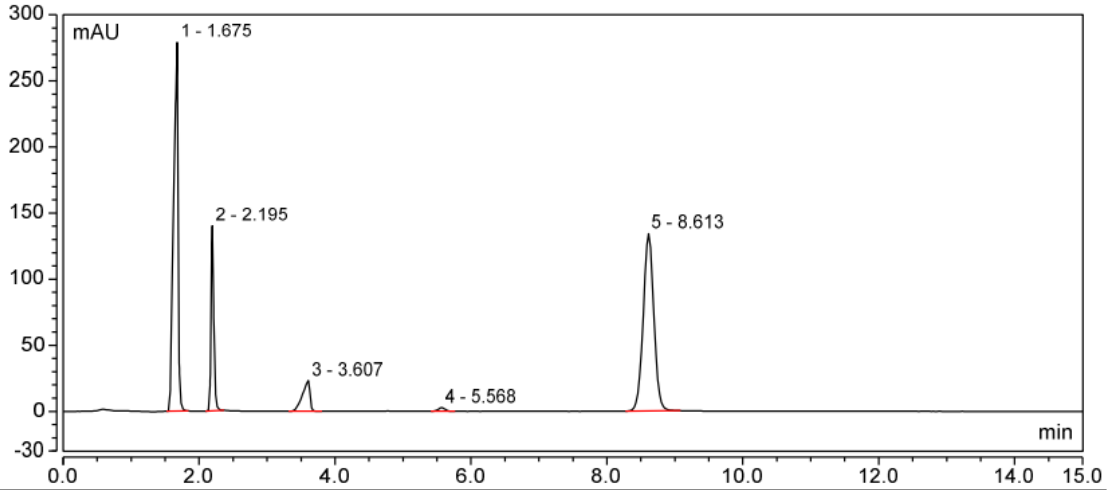
(9) 高浓度混标 (230nm)



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	1.672	39.316	476.245	2128	4.87	0.71
2	2.193	13.758	295.421	15681	10.27	1.18
3	3.618	37.376	287.315	4835	9.89	0.65
4	5.568	24.432	202.729	14130	12.96	0.96
5	8.610	15.731	86.479	14790	n.a.	1.01
总和:		130.614	1348.189	51564.00	37.99	

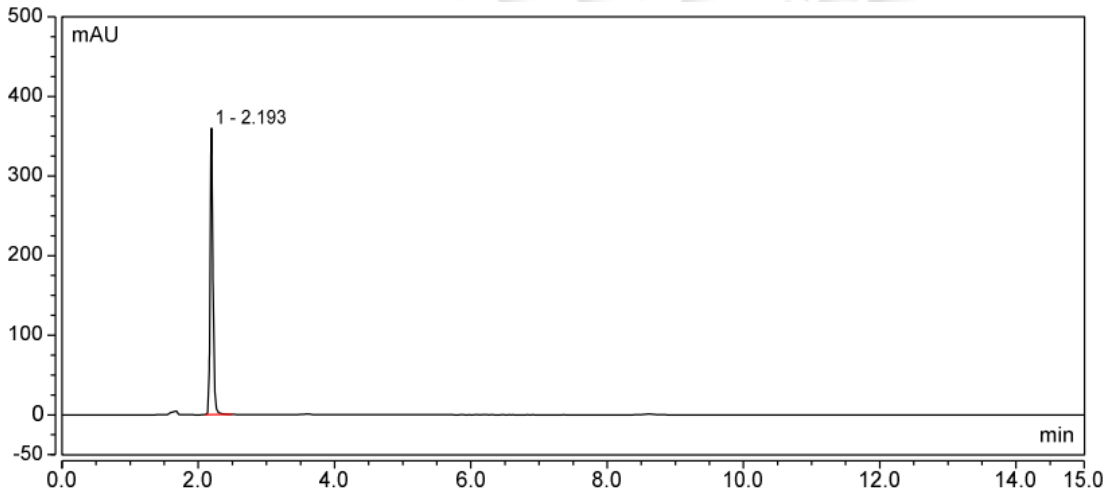
(10) 高浓度混标 (300nm)





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	1.675	21.024	278.891	2798	5.33	0.73
2	2.195	6.464	140.110	16121	10.24	1.16
3	3.607	2.990	23.100	4839	9.99	0.65
4	5.568	0.329	2.784	14275	12.99	0.98
5	8.613	24.449	134.197	14768	n.a.	1.01
总和:		55.256	579.082	52801.00	38.55	

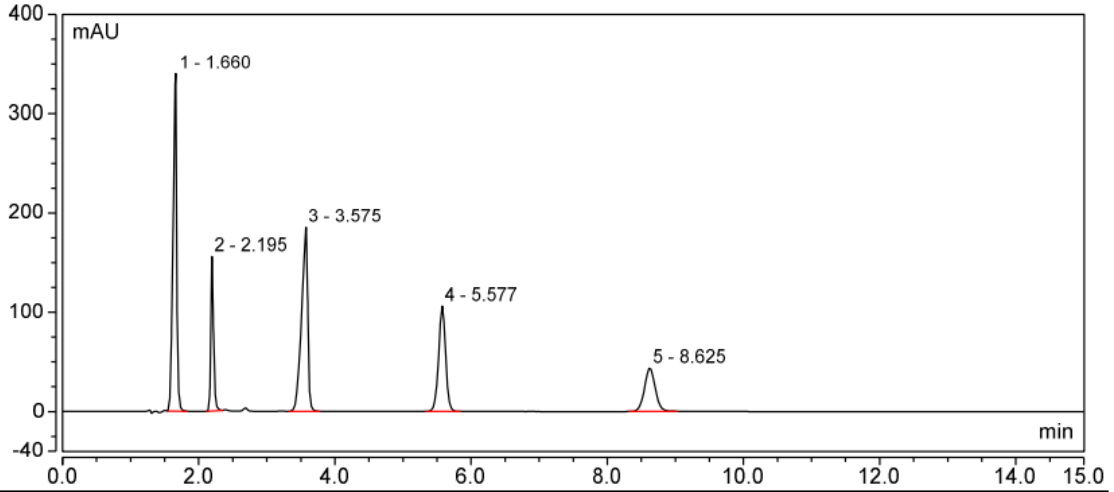
(11)高浓度混标（340nm）



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	2.193	16.614	359.663	16301	n.a.	1.16
总和:		16.614	359.663	16301.00	0.00	

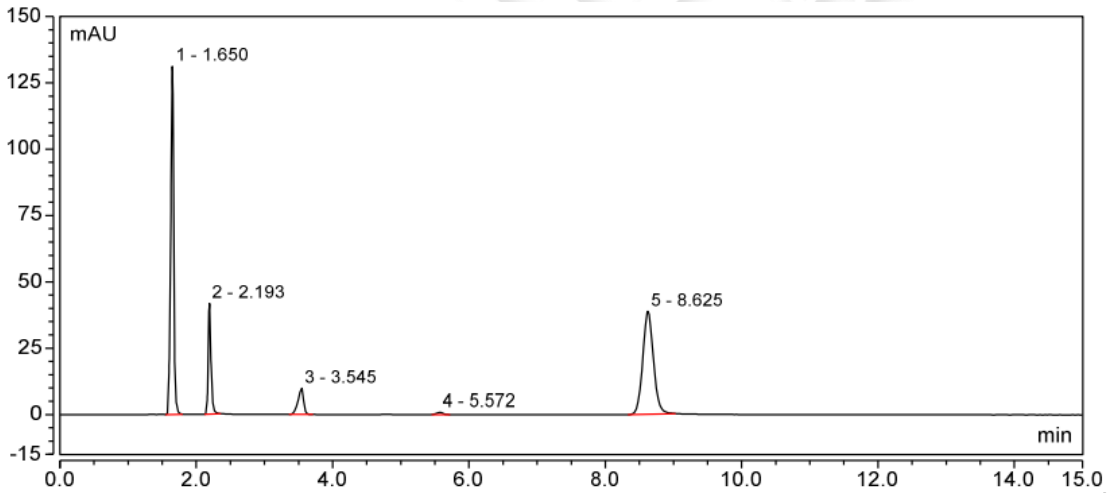
(12)中浓度混标（230nm）





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	1.660	20.855	340.110	4910	6.54	0.79
2	2.195	7.226	155.807	16051	11.71	1.25
3	3.575	19.802	185.330	7329	11.36	0.72
4	5.577	12.755	106.308	14337	13.00	0.97
5	8.625	7.999	43.722	14755	n.a.	1.04
总和:		68.637	831.277	57382.00	42.61	

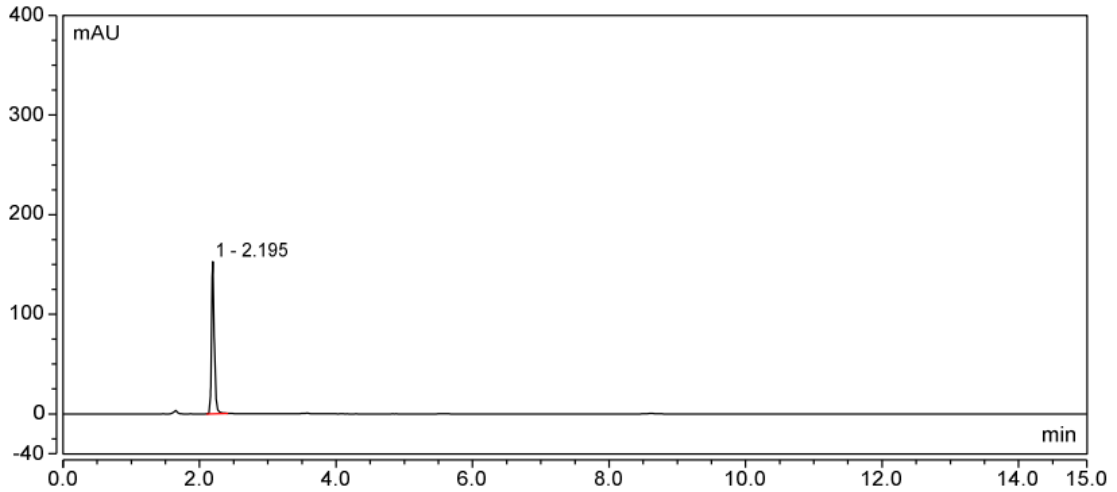
(13)中浓度混标 (300nm)



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	1.650	6.614	131.115	7387	7.46	0.93
2	2.193	1.947	41.734	16050	12.46	1.27
3	3.545	0.944	9.912	9144	12.36	0.79
4	5.572	0.095	0.847	15238	13.26	1.05
5	8.625	7.045	38.762	15045	n.a.	1.09
总和:		16.645	222.370	62864.00	45.54	

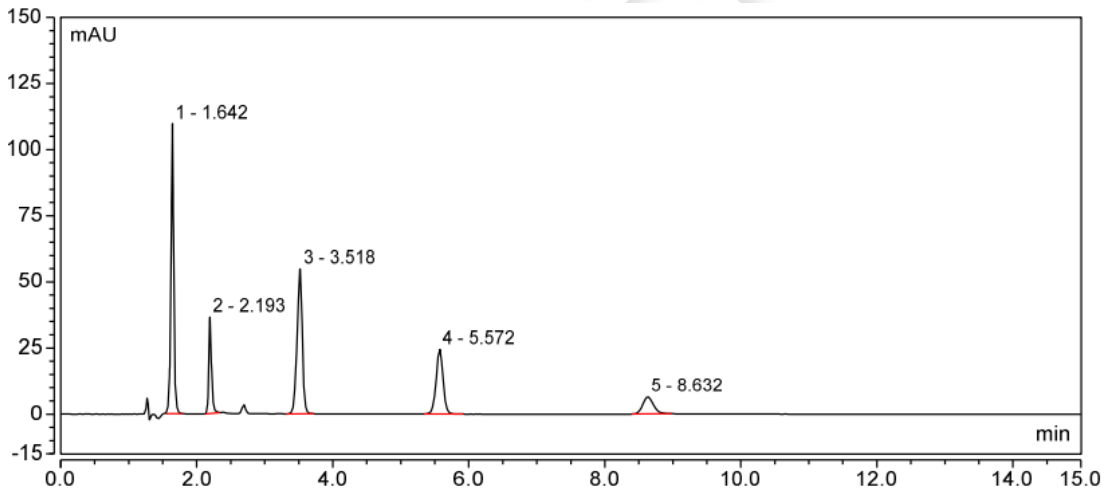
(14)中浓度混标 (340nm)





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	2.195	7.076	152.635	16338	n.a.	1.21
总和:		7.076	152.635	16338.00	0.00	

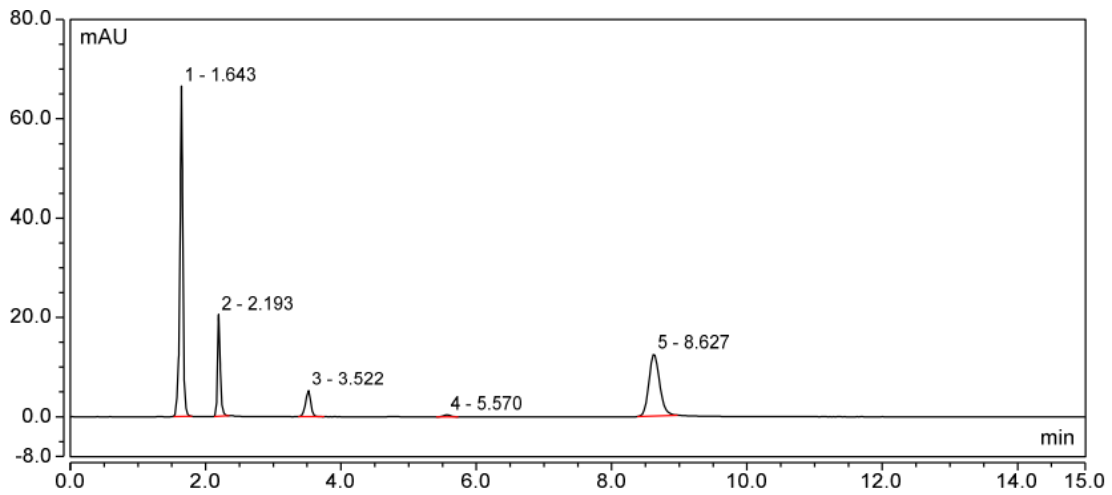
(15)低浓度混标（230nm）



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	1.642	5.125	109.569	9482	8.06	0.97
2	2.193	1.712	36.433	15807	12.84	1.34
3	3.518	4.870	54.833	10533	12.79	0.91
4	5.572	2.923	24.530	14523	13.10	0.99
5	8.632	1.186	6.479	14826	n.a.	1.15
总和:		15.816	231.844	65171.00	46.79	

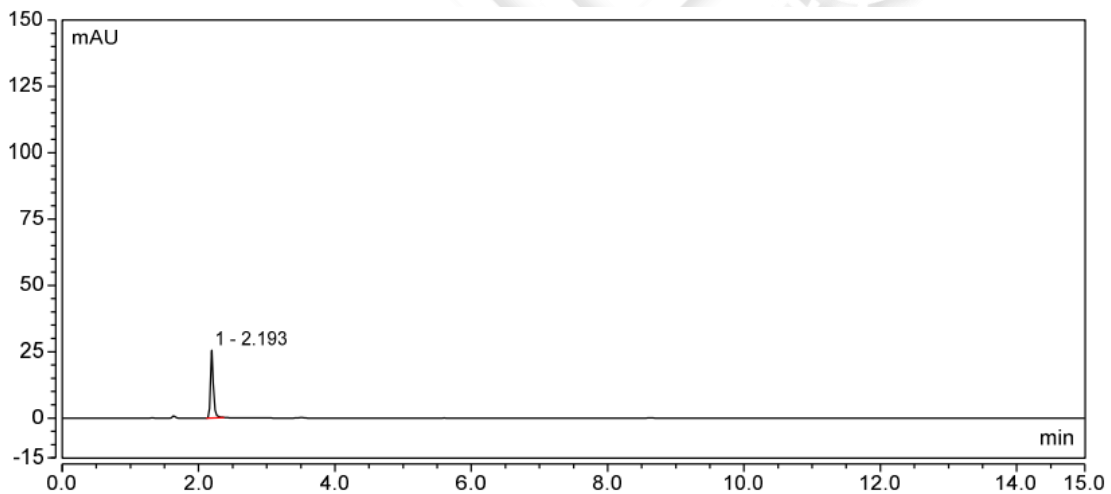
(16)低浓度混标（300nm）





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	1.643	3.292	66.534	9205	7.99	0.87
2	2.193	0.963	20.515	15891	12.85	1.31
3	3.522	0.470	5.294	10453	12.82	0.89
4	5.570	0.048	0.409	14895	13.19	1.01
5	8.627	2.289	12.562	14946	n.a.	1.14
总和:		7.061	105.314	65390.00	46.84	

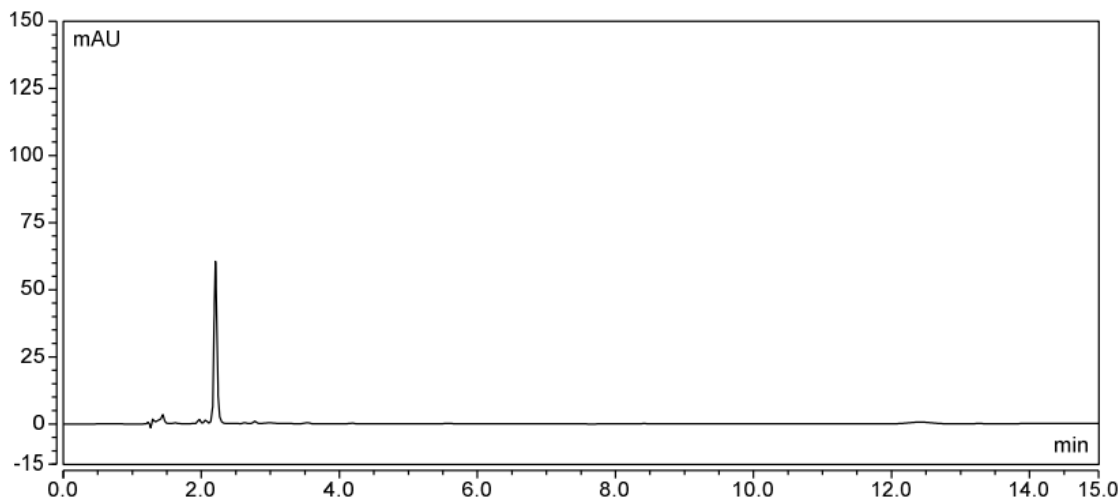
(17)低浓度混标 (340nm)



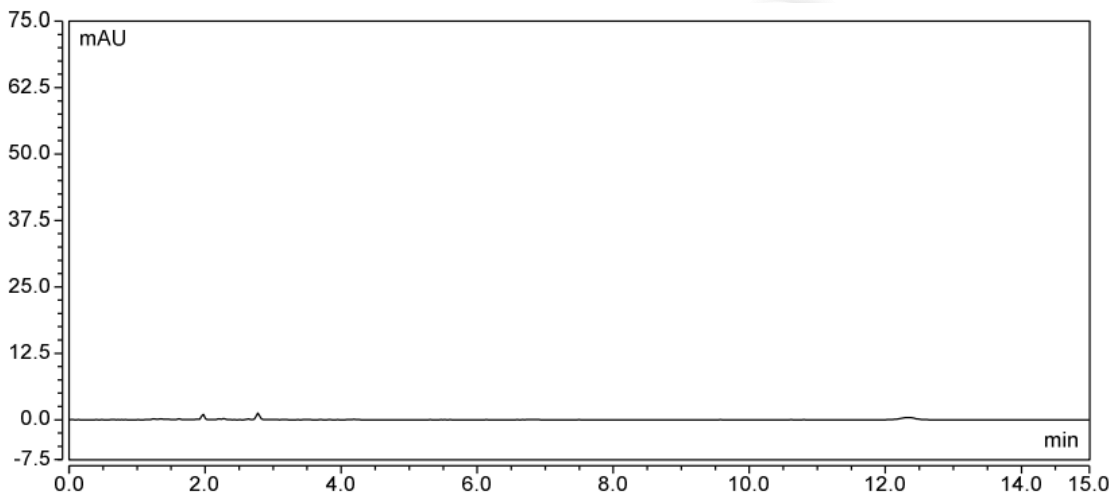
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	2.193	1.215	25.549	15752	n.a.	1.34
总和:		1.215	25.549	15752.00	0.00	

(18)洗发水 (230nm)

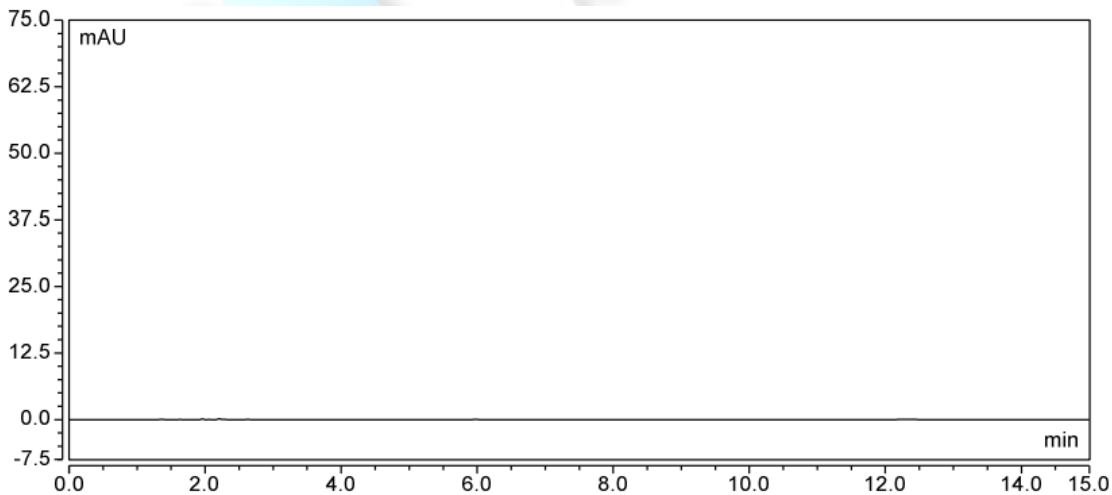




(19)洗发水 (300nm)

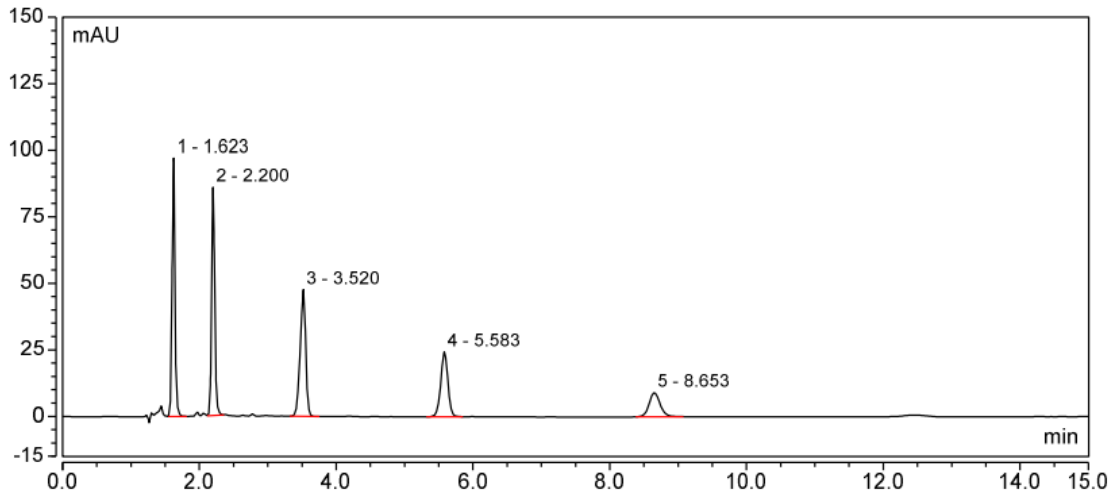


(20)洗发水 (340nm)



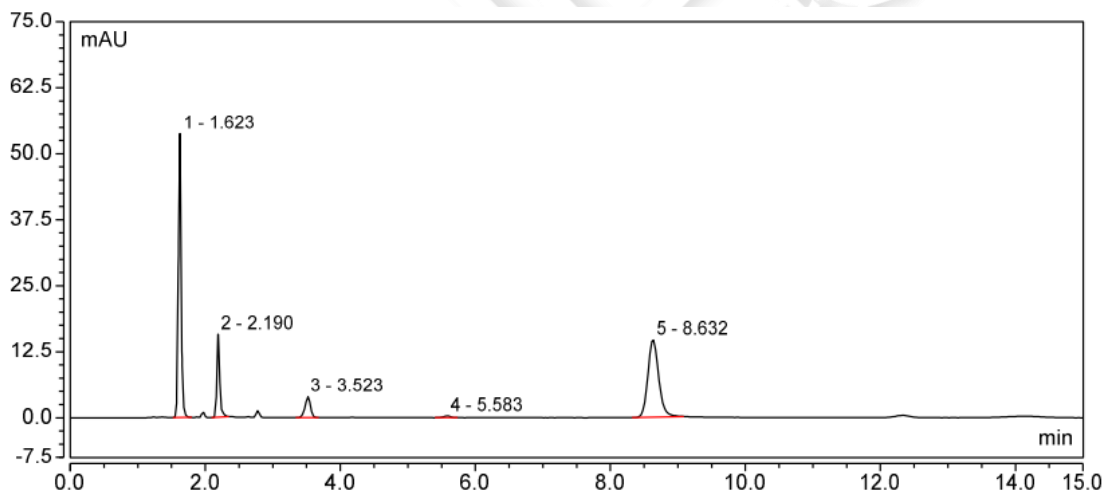
(21)洗发水+标 (230nm)





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	1.623	4.733	97.067	7561	7.42	1.03
2	2.200	4.561	85.729	11760	11.64	1.12
3	3.520	4.474	47.625	9262	12.32	0.88
4	5.583	2.974	24.383	13864	12.96	0.97
5	8.653	1.695	9.121	14722	n.a.	1.11
总和:		18.437	263.925	57169.00	44.34	

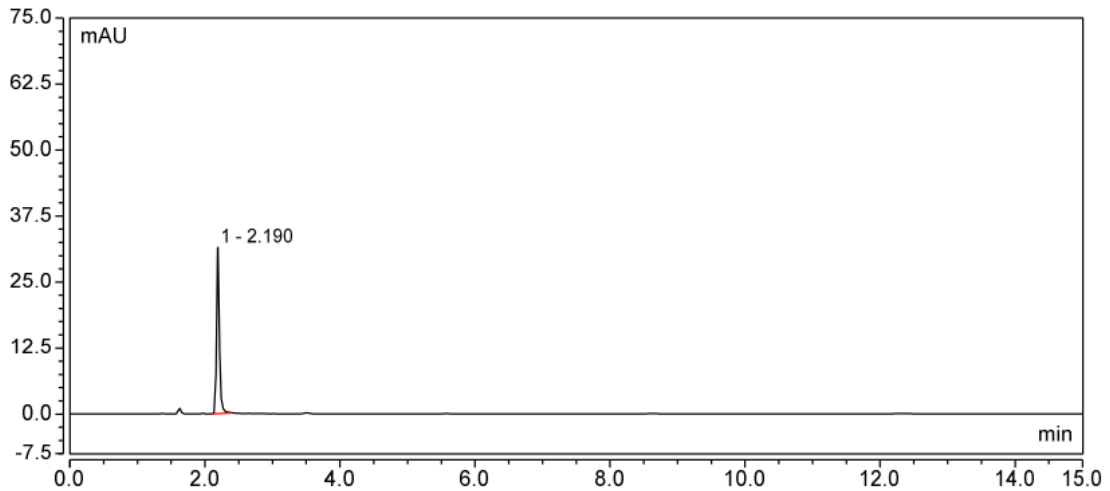
(22) 洗发水+标 (300nm)



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	1.623	2.631	53.739	7493	7.78	1.03
2	2.190	0.762	15.719	15169	12.31	1.34
3	3.523	0.370	3.953	9317	12.47	0.89
4	5.583	0.041	0.353	14521	13.06	0.95
5	8.632	2.711	14.730	14918	n.a.	1.15
总和:		6.515	88.493	61418.00	45.62	

(23) 洗发水+标 (340nm)





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	2.190	1.520	31.493	15122	n.a.	1.29
总和:		1.520	31.493	15122.00	0.00	

结论:

使用月旭 Xtimate® C18(4.6×150 mm,5 μm)色谱柱,在此条件下,能符合检测要求。

报告日期: 2022.12.9

