

## 测试报告

样品信息			
样品名称	乳液、化妆水	编号	Z20220803-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/8/3	测试期间	2022/10/31-11/2
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	亚苾基樟脑磺酸		
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> LP-C18 (4.6×250 mm,5 μm)
流动相：	20 mmol/L 醋酸铵水溶液（乙酸调 pH 至 pH=5.1）+乙腈=65+35
检测波长	300 nm
柱温：	25℃
流速：	1.0 mL/min
进样量：	10 μL
注意事项：	流动相需手动混合，柱温需控制在 25℃

### ● 流动相的配置：

乙腈：量取 500 mL 乙腈，经 0.45 μm 滤膜抽滤即得；

20 mmol/L 醋酸铵水溶液：称取醋酸铵 1.54 g 加水至 1000 mL，冰醋酸调 pH 至 5.1，经 0.45 μm



滤膜抽滤即得；

取 650 mL 20 mmol/L 醋酸铵水溶液，加入 350 mL 乙腈，混匀，超声脱气即得；

## ● 样品溶液的配制：

硫酸甲醇溶液：精密吸取硫酸 0.6 mL 于 100 mL 量瓶中，加甲醇稀释并定容至 100mL，即得硫酸甲醇溶液。

亚苄基樟脑磺酸储备液：精密称取亚苄基樟脑磺酸 0.0030 g 于刻度离心管，加入硫酸甲醇溶液至 1 mL，混匀即得；

亚苄基樟脑磺酸标准系列溶液：将亚苄基樟脑磺酸储备液用硫酸甲醇溶液，得到浓度为 0.5  $\mu\text{g/mL}$ 、5  $\mu\text{g/mL}$ 、25  $\mu\text{g/mL}$ 、50  $\mu\text{g/mL}$ 、100  $\mu\text{g/mL}$ 、600  $\mu\text{g/mL}$  的标准系列溶液；

样品：称取样品 0.1 g（精确到 0.0001 g），置于 10 mL 具塞刻度管中，加硫酸甲醇溶液 0.1 mL，涡旋 60 s 混匀，加硫酸甲醇溶液约 4.0 mL，涡旋 60 s 混匀，超声 5 min，置 60 °C 热水浴中加热 5 min。待冷却到室温后，用硫酸甲醇溶液定容至 5 mL 刻度，必要时以 4500 rpm 离心 10min，取上清液经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤，取续滤液作为待测溶液，即得；（若样品中亚苄基樟脑磺酸的质量浓度超过了线性范围的上限，需对待测溶液进行适当稀释。）

样品+标：称取样品 0.1 g（精确到 0.0001 g），置于 10 mL 具塞刻度管中，加入亚苄基樟脑磺酸储备液（3 mg/mL）83  $\mu\text{L}$ ，再加硫酸甲醇溶液 0.1 mL，涡旋 60 s 混匀，加硫酸甲醇溶液约 4.0 mL，涡旋 60 s 混匀，超声 5 min，置 60 °C 热水浴中加热 5 min。待冷却到室温后，用硫酸甲醇溶液定容至 5 mL 刻度，必要时以 4500 rpm 离心 10min，取上清液经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤，取续滤液作为待测溶液，即得；

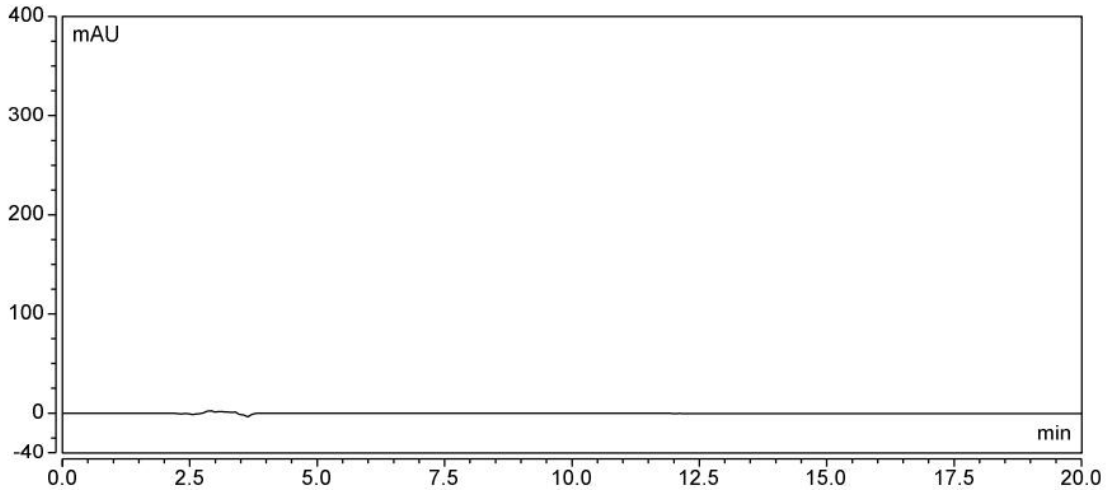
空白：取 10 mL 具塞刻度管，加硫酸甲醇溶液 0.1 mL，涡旋 60 s 混匀，加硫酸甲醇溶液约 4.0 mL，涡旋 60 s 混匀，超声 5 min，置 60 °C 热水浴中加热 5 min。待冷却到室温后，用硫酸甲醇溶液定容至 5 mL 刻度，经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤，即得；

## ● 谱图和数据

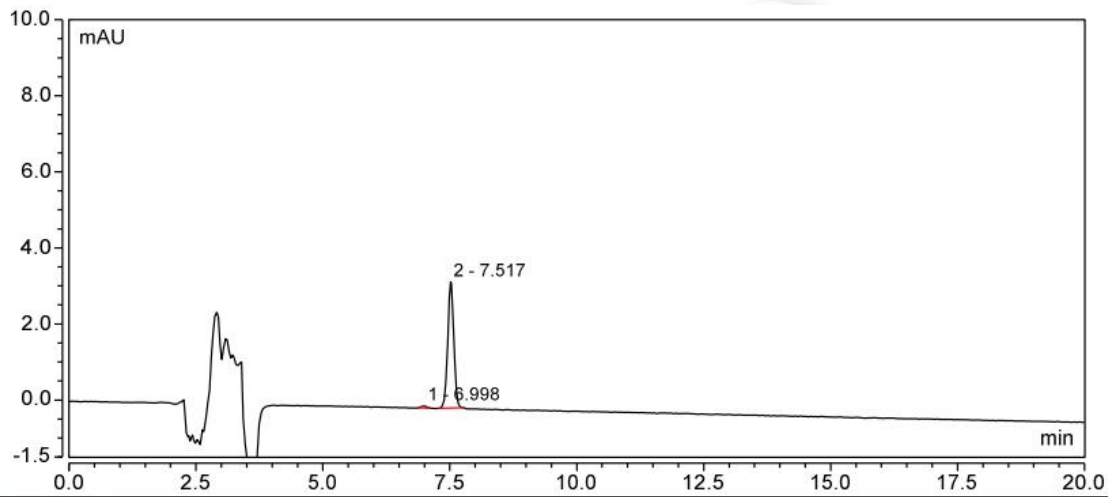
使用仪器：Thermo UltiMate 3000 月旭 Ultimate® LP-C18 (4.6×250 mm,5  $\mu\text{m}$ )

### (1) 空白



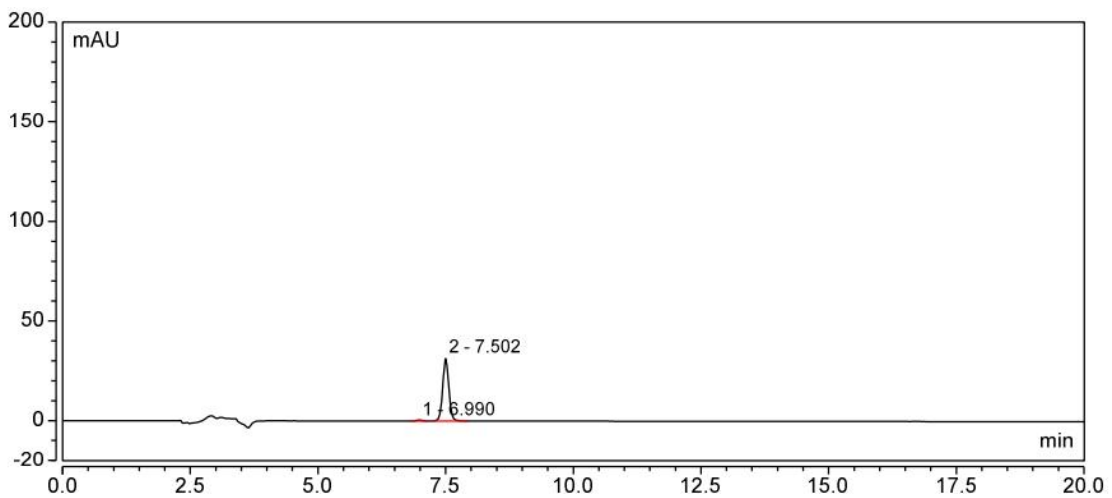


(2) 亚苾基樟脑磺酸 0.5 µg/mL



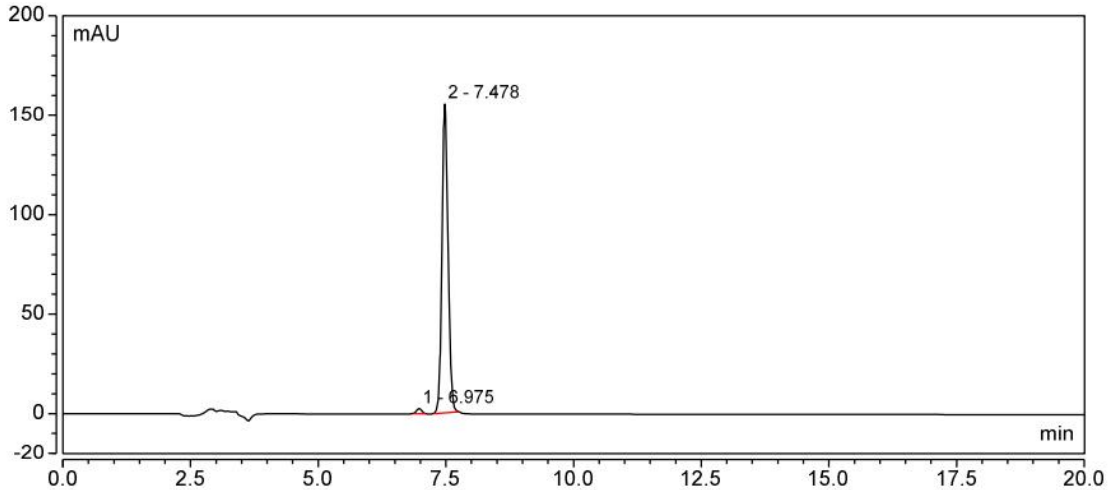
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	6.998	0.006	0.056	27159	2.71	1.02
2	7.517	0.455	3.317	19672	n.a.	1.03
总和:		0.461	3.373	46831.00	2.71	

(3) 亚苾基樟脑磺酸 5 µg/mL



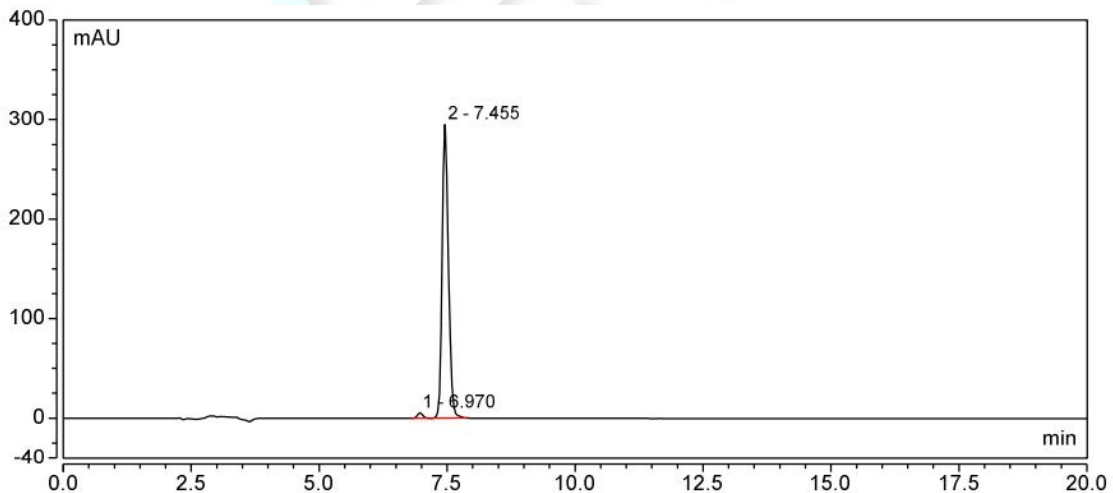
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	6.990	0.068	0.559	20559	2.50	0.95
2	7.502	4.351	31.324	19469	n.a.	1.04
<b>总和:</b>		<b>4.419</b>	<b>31.883</b>	<b>40028.00</b>	<b>2.50</b>	

(4) 亚苄基樟脑磺酸 25 µg/mL



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	6.975	0.307	2.677	22228	2.50	1.04
2	7.478	21.422	155.296	19117	n.a.	1.12
<b>总和:</b>		<b>21.730</b>	<b>157.974</b>	<b>41345.00</b>	<b>2.50</b>	

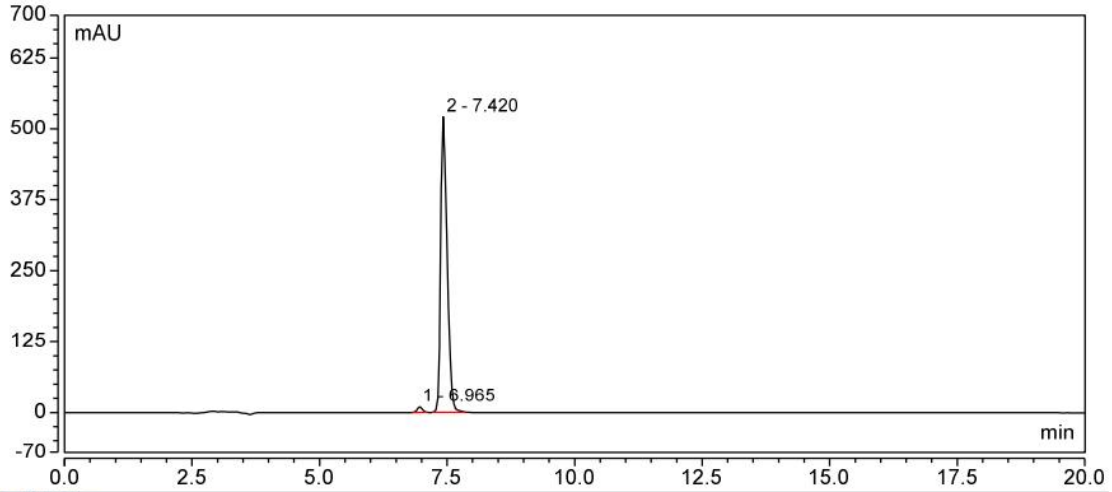
(5) 亚苄基樟脑磺酸 50 µg/mL



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	6.970	0.663	5.444	20925	2.35	1.02
2	7.455	41.786	294.948	18224	n.a.	1.23
<b>总和:</b>		<b>42.449</b>	<b>300.392</b>	<b>39149.00</b>	<b>2.35</b>	

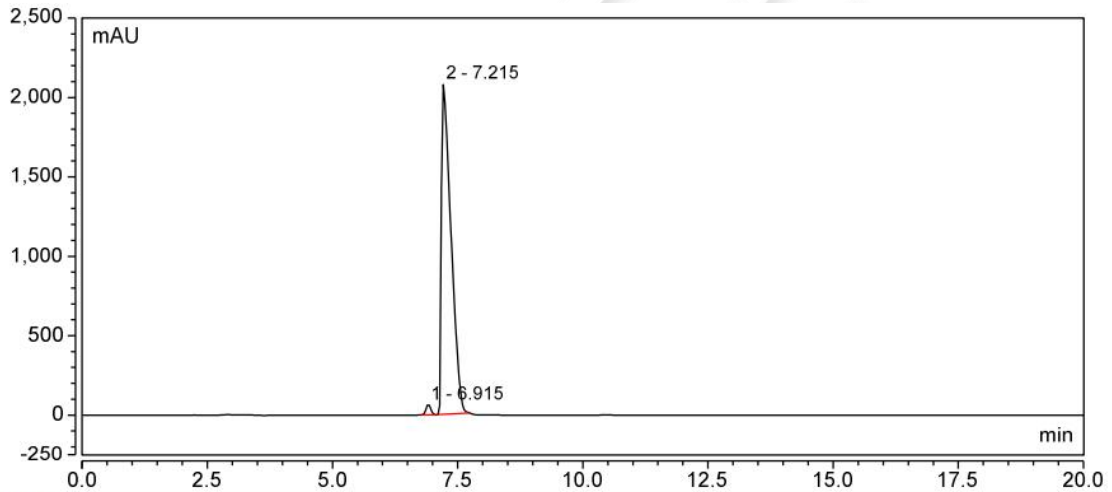
(6) 亚苄基樟脑磺酸 100 µg/mL





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	6.965	1.199	10.047	21529	2.17	1.02
2	7.420	76.722	521.026	16436	n.a.	1.45
总和:		77.921	531.073	37965.00	2.17	

(7) 亚苄基樟脑磺酸 600 µg/mL

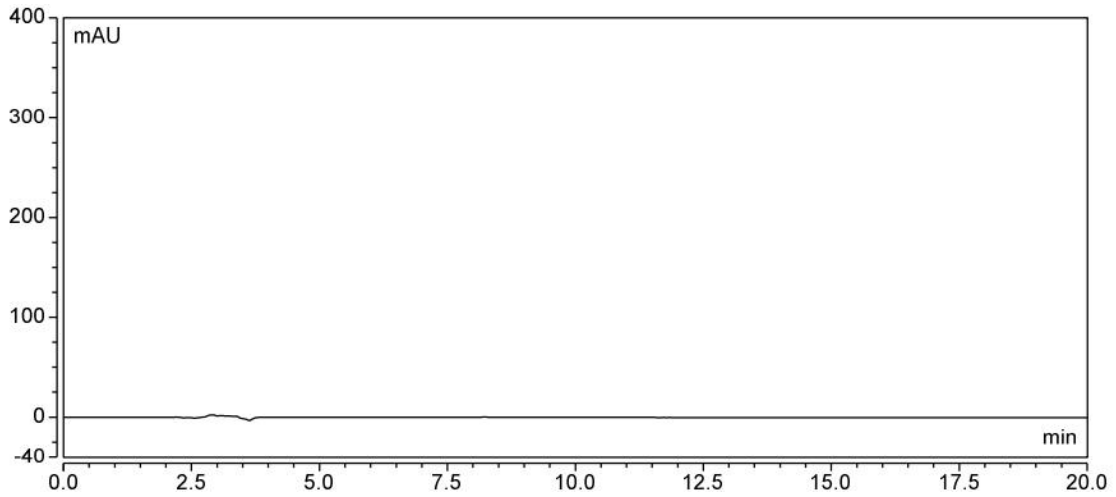


积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	6.915	7.217	65.538	24776	1.12	1.04
2	7.215	461.080	2076.653	6393	n.a.	3.09
总和:		468.297	2142.191	31169.00	1.12	

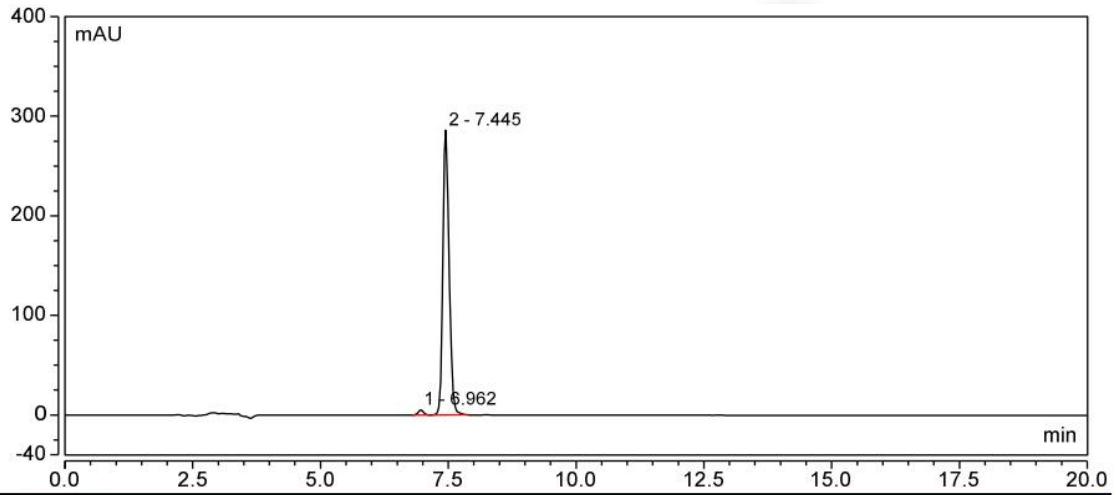
(8) 化妆水





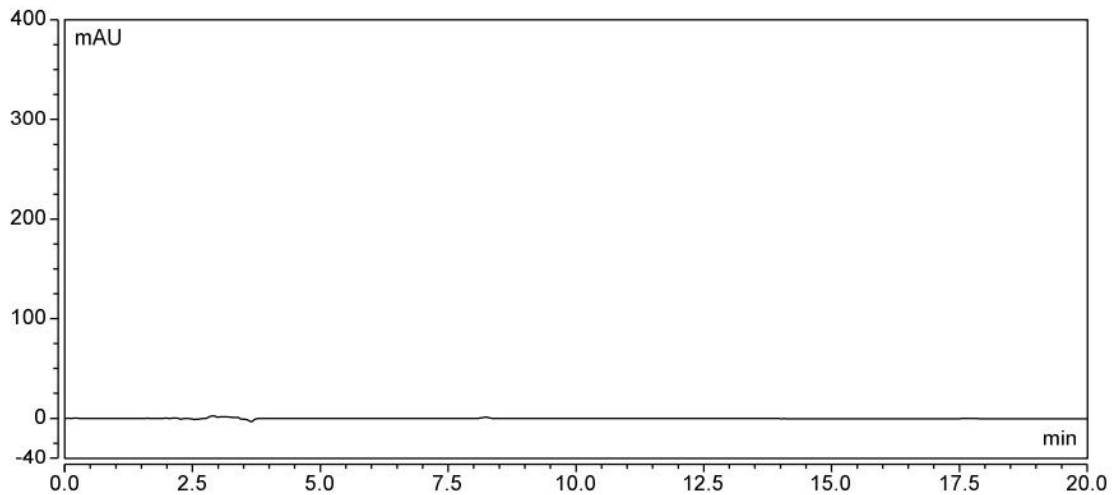


(9) 化妆水+标

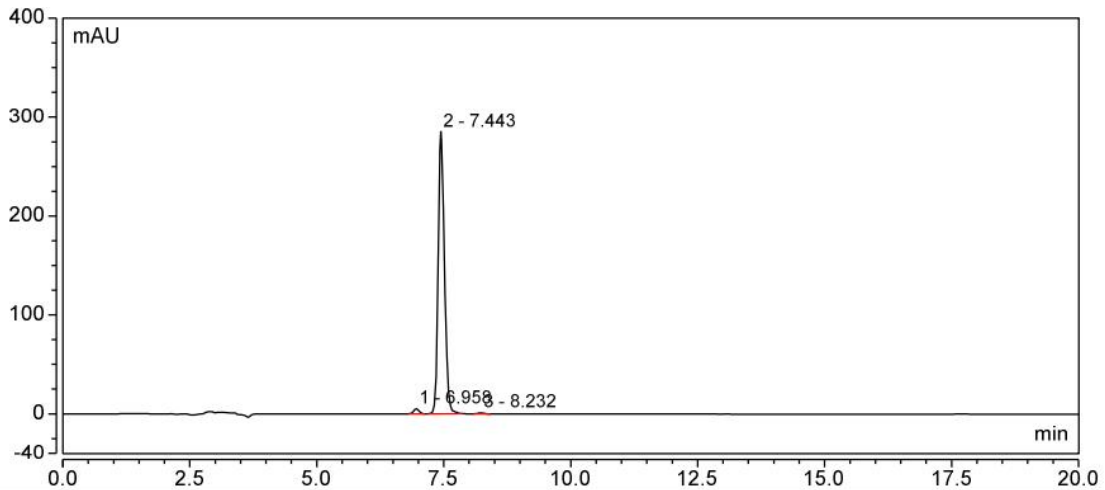


积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	6.962	0.637	5.248	21031	2.35	1.03
2	7.445	40.280	285.890	18393	n.a.	1.24
总和:		40.917	291.137	39424.00	2.35	

(10) 乳液



(11)乳液+标



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	6.958	0.638	5.249	20953	2.36	1.04
2	7.443	40.297	285.433	18300	3.60	1.23
3	8.232	0.150	1.106	22631	n.a.	1.06
总和:		41.085	291.788	61884.00	5.96	

结论:

物质	回收率
乳液	102.2%
化妆水	102.2%

使用月旭 Ultimate® LP-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：2022.11.3

