

## 测试报告

样品信息			
样品名称	化妆水、乳液	编号	Z20220622-003
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/6/22	测试期间	2022/11/11-11/14
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	盐酸美满霉素、二水土霉素、盐酸四环素 盐酸金霉素、盐酸多西环素、氯霉素和甲硝唑		
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® LP-AQ (4.6×250 mm,5 μm)
流动相:	0.01 mol/L 草酸溶液（磷酸调节 pH 至 2.0）-甲醇-乙腈=67:11:22
检测波长	268 nm;
柱温:	30℃
流速:	0.8 mL/min
进样量:	10 μL
注意事项:	/

### ● 流动相的配置:

甲醇：量取 1000 mL 甲醇，经 0.45 μm 滤膜抽滤即得；



乙腈：量取 1000 mL 乙腈，经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜抽滤即得；

0.01 mol/L 草酸溶液：称取草酸 0.90 g 加水至 1000 mL，磷酸调 pH 至 2.0，经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜抽滤即得；

量取 0.01 mol/L 草酸溶液 670 mL，加入甲醇 110 mL，再加入乙腈 220 mL，混匀，超声脱气即得；

## ● 样品溶液的配置：

溶剂：甲醇-0.1mol/L 盐酸=1:1

盐酸美满霉素：精密称取盐酸美满霉素 0.0067 g，加入溶剂溶解稀释至浓度为 7 mg/mL 作为储备液，取适量加流动相稀释至浓度约为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，混匀即得；

二水土霉素：精密称取二水土霉素 0.0140 g，加入溶剂溶解稀释至浓度为 7 mg/mL 作为储备液，取适量加流动相稀释至浓度约为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，混匀即得；

盐酸四环素：精密称取盐酸四环素 0.0094 g，加入溶剂溶解稀释至浓度为 7 mg/mL 作为储备液，取适量加流动相稀释至浓度约为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，混匀即得；

盐酸金霉素：精密称取盐酸金霉素 0.0077 g，加入溶剂溶解稀释至浓度为 7 mg/mL 作为储备液，取适量加流动相稀释至浓度约为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，混匀即得；

盐酸多西环素：精密称取盐酸多西环素 0.0085 g，加入溶剂溶解稀释至浓度为 7 mg/mL 作为储备液，取适量加流动相稀释至浓度约为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，混匀即得；

氯霉素：精密称取氯霉素 0.0186 g，加入溶剂溶解稀释至浓度为 7 mg/mL 作为储备液，取适量加流动相稀释至浓度约为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，混匀即得；

甲硝唑：精密称取甲硝唑 0.0100 g，加入溶剂溶解稀释至浓度为 7 mg/mL 作为储备液，取适量加流动相稀释至浓度约为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，混匀即得；

混标：分别取适量盐酸美满霉素、二水土霉素、盐酸四环素、盐酸金霉素、盐酸多西环素、氯霉素和甲硝唑储备溶液，用流动相配制成浓度为 2.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的混合标准系列溶液，混匀即得；

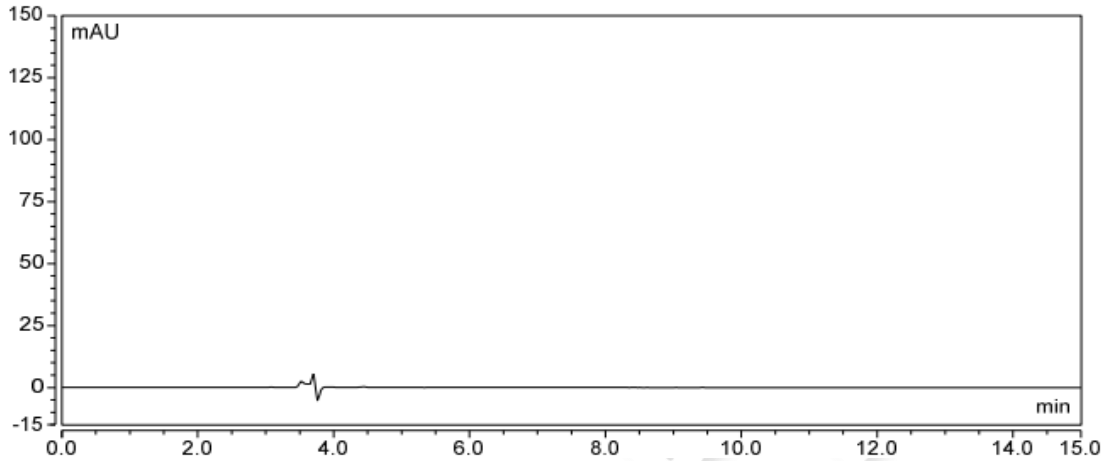
样品处理：称取样品 1 g（精确到 0.001 g）于 10 mL 具塞比色管中，加入溶剂至刻度，振摇，超声提取 20 min-30 min。经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤即得；



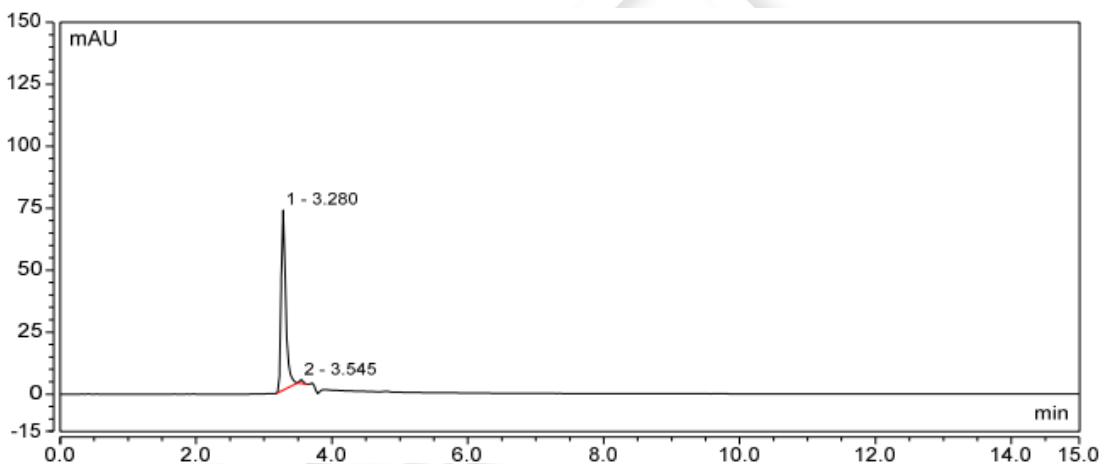
● 谱图和数据

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

(1) 空白



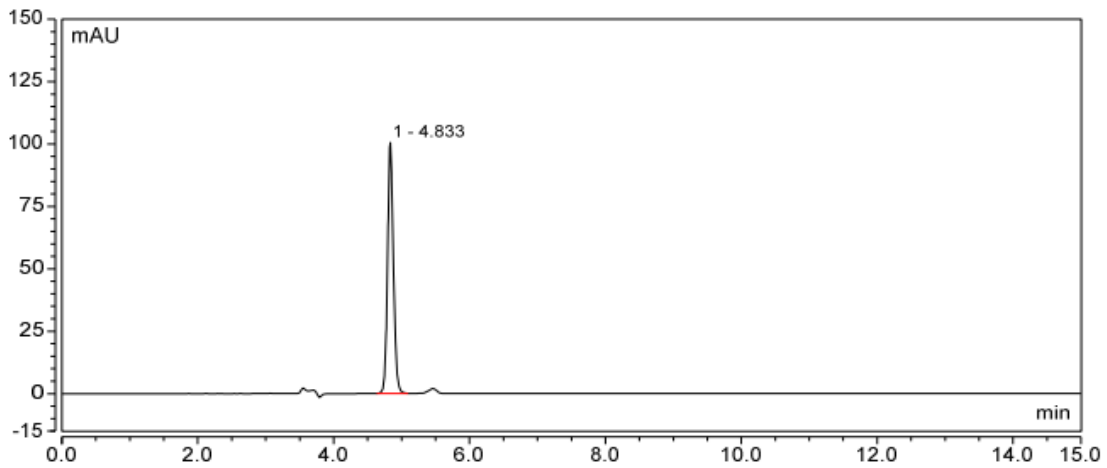
(2) 盐酸美满霉素



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	3.280	5.642	72.617	13424	2.50	1.53
2	3.545	0.090	1.518	20267	n.a.	1.14
总和:		5.733	74.135	33691.00	2.50	

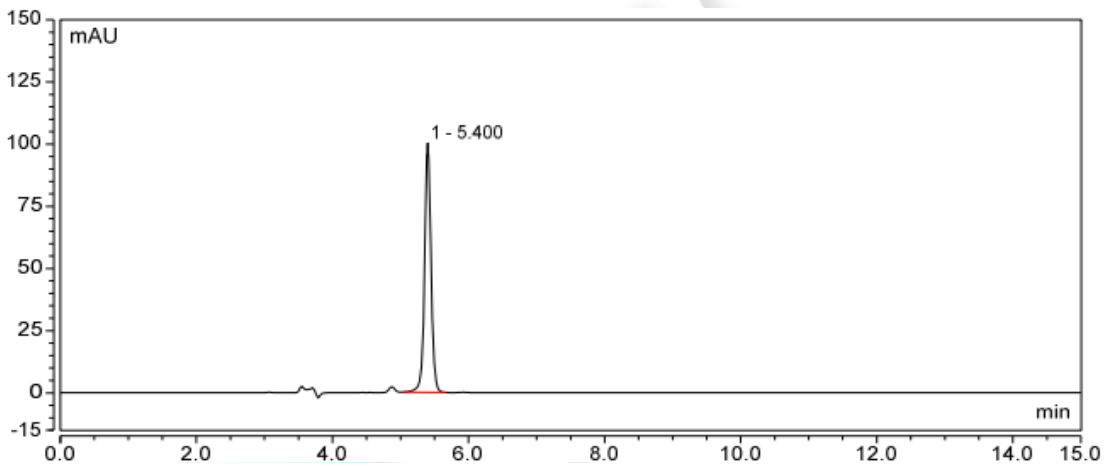
(3) 二水土霉素





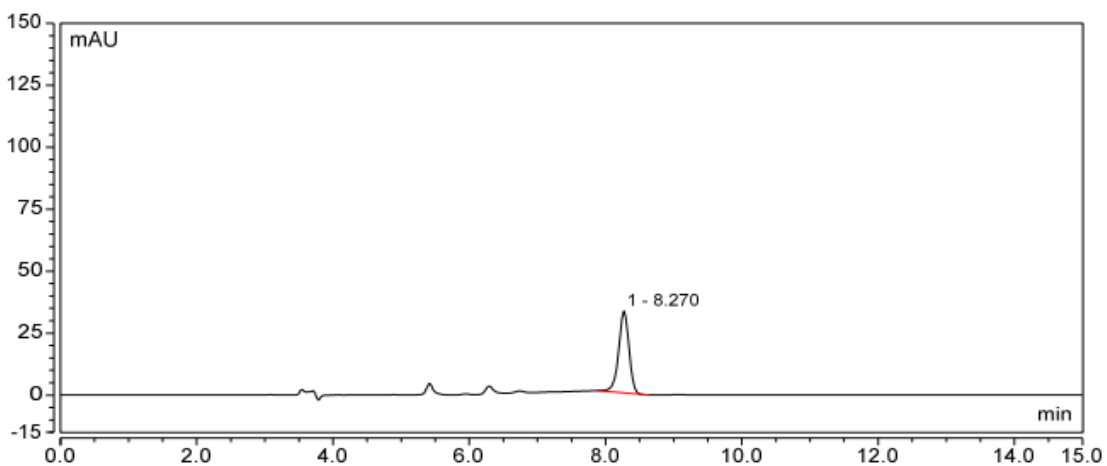
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	4.833	9.850	100.518	16459	n.a.	1.12
总和:		9.850	100.518	16459.00	0.00	

(4) 盐酸四环素



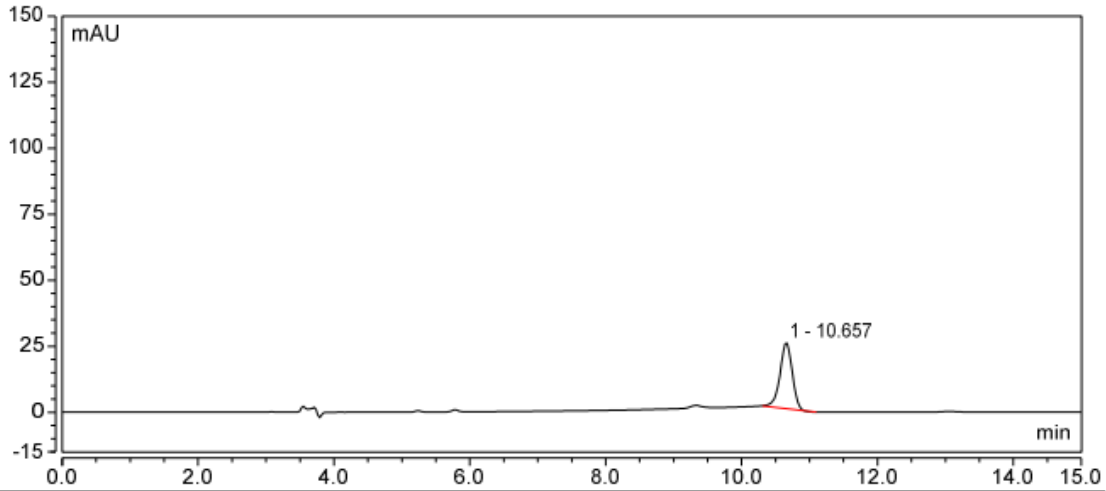
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	5.400	11.021	100.181	16938	n.a.	1.02
总和:		11.021	100.181	16938.00	0.00	

(5) 盐酸金霉素



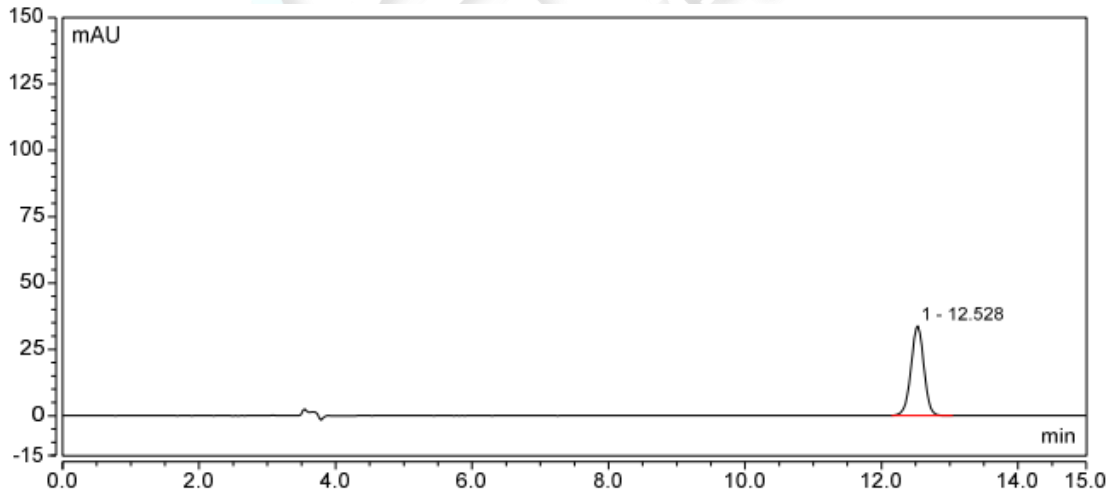
积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	8.270	5.796	32.991	14963	n.a.	0.93
总和:		5.796	32.991	14963.00	0.00	

(6) 盐酸多西环素



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	10.657	5.182	25.025	17349	n.a.	0.93
总和:		5.182	25.025	17349.00	0.00	

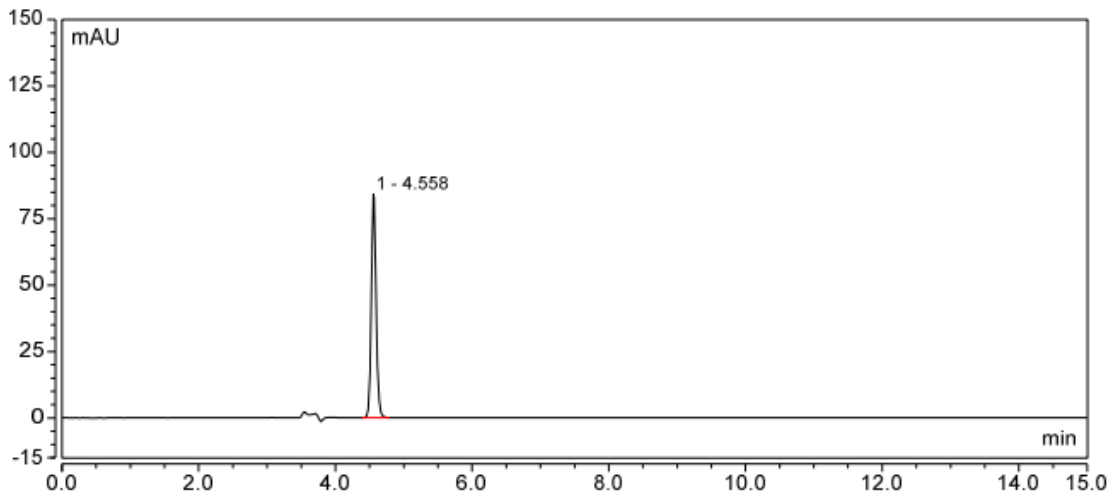
(7) 氯霉素



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	12.528	7.398	33.818	21518	n.a.	0.98
总和:		7.398	33.818	21518.00	0.00	

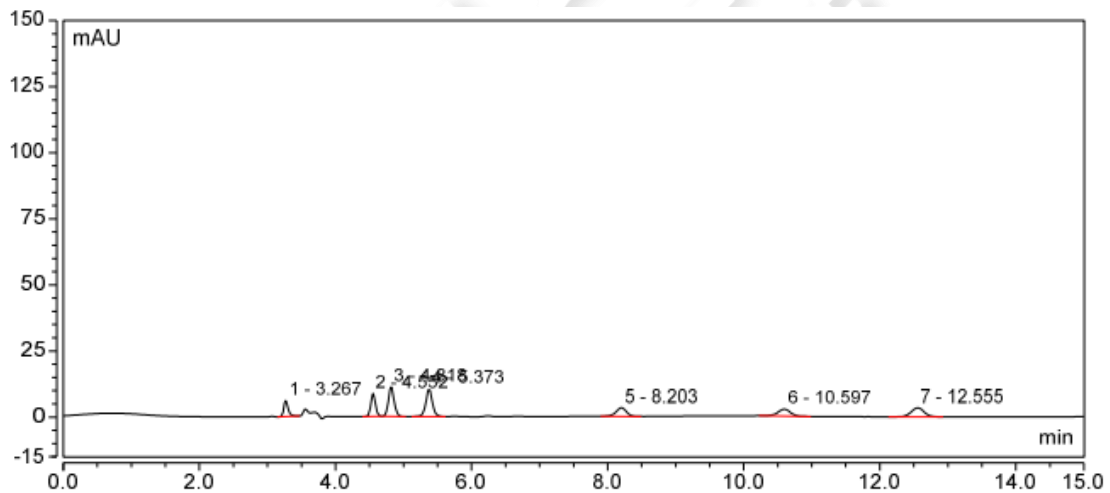


(8) 甲硝唑



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	4.558	6.676	84.054	22289	n.a.	1.13
总和:		6.676	84.054	22289.00	0.00	

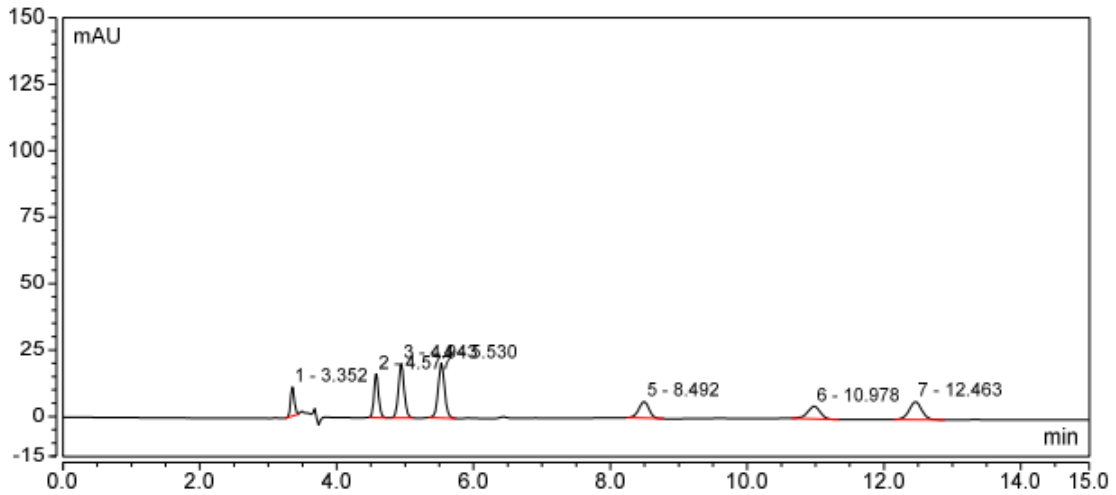
(9) 混标 2.0 µg/mL



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	3.267	0.429	5.973	14846	11.23	1.39
2	4.552	0.684	8.731	22209	1.95	1.11
3	4.818	1.088	11.119	15987	3.49	1.10
4	5.373	1.173	10.607	16686	13.05	1.07
5	8.203	0.569	3.285	14936	8.08	0.93
6	10.597	0.556	2.634	16929	5.85	0.91
7	12.555	0.758	3.445	21180	n.a.	0.98
总和:		5.256	45.794	122773.00	43.65	

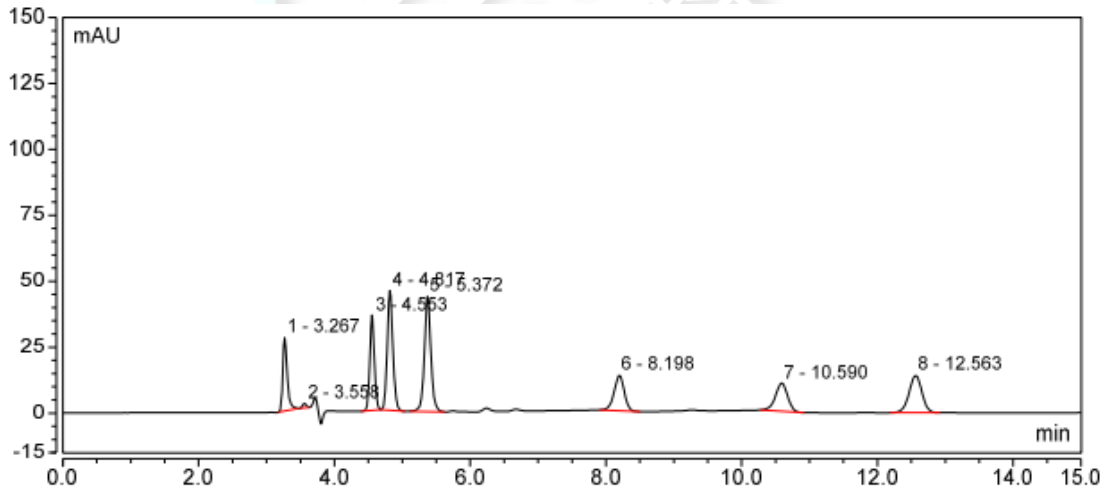


(10)混标 5.0 µg/mL



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	3.352	0.692	10.900	17325	11.04	1.11
2	4.577	1.281	16.476	22994	2.70	1.16
3	4.943	2.004	20.416	16908	3.69	1.09
4	5.530	2.247	20.665	17608	13.51	1.04
5	8.492	1.083	6.216	15491	8.29	0.96
6	10.978	1.000	4.736	17891	4.49	0.93
7	12.463	1.442	6.747	22064	n.a.	0.98
总和:		9.749	86.156	130281.00	43.71	

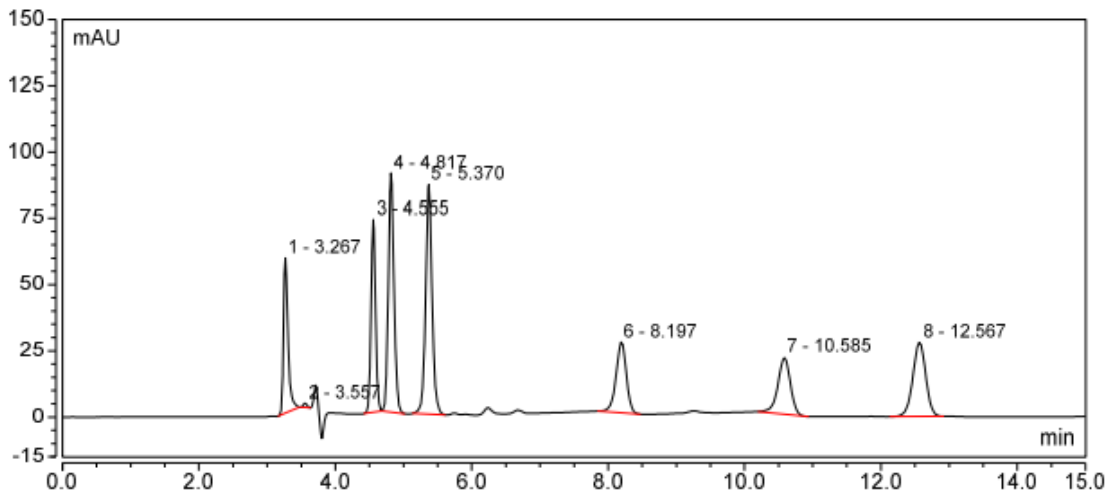
(11)混标 10.0 µg/mL



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	3.267	2.063	27.785	14311	2.73	1.47
2	3.558	0.109	1.736	18329	8.86	1.03
3	4.553	2.780	36.097	22959	1.95	1.10
4	4.817	4.373	45.390	16502	3.52	1.12
5	5.372	4.826	43.565	16735	13.05	1.07
6	8.198	2.321	13.452	14924	8.10	0.94
7	10.590	2.219	10.690	17159	5.92	0.93
8	12.563	3.104	14.103	21238	n.a.	0.97
总和:		21.795	192.818	142157.00	44.13	

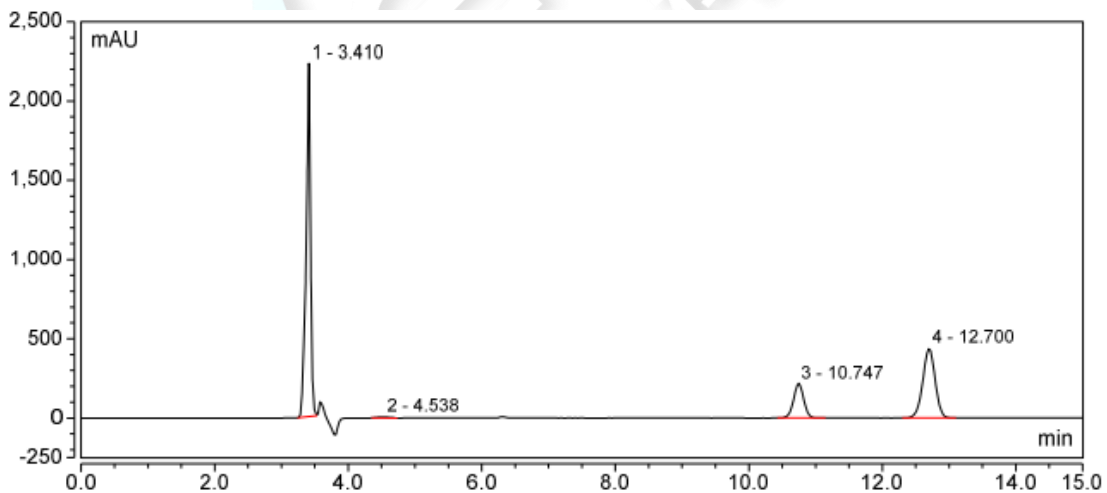


(12)混标 20.0 µg/mL



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	3.267	4.491	58.584	13607	2.76	1.54
2	3.557	0.089	1.613	20755	9.24	1.02
3	4.555	5.492	72.664	23886	1.97	1.11
4	4.817	8.626	90.272	16786	3.53	1.12
5	5.370	9.536	86.557	16834	13.04	1.08
6	8.197	4.694	26.893	14842	8.06	0.92
7	10.585	4.511	21.349	16951	5.93	0.91
8	12.567	6.151	27.927	21263	n.a.	0.96
总和:		43.591	385.860	144924.00	44.53	

(13)化妆水

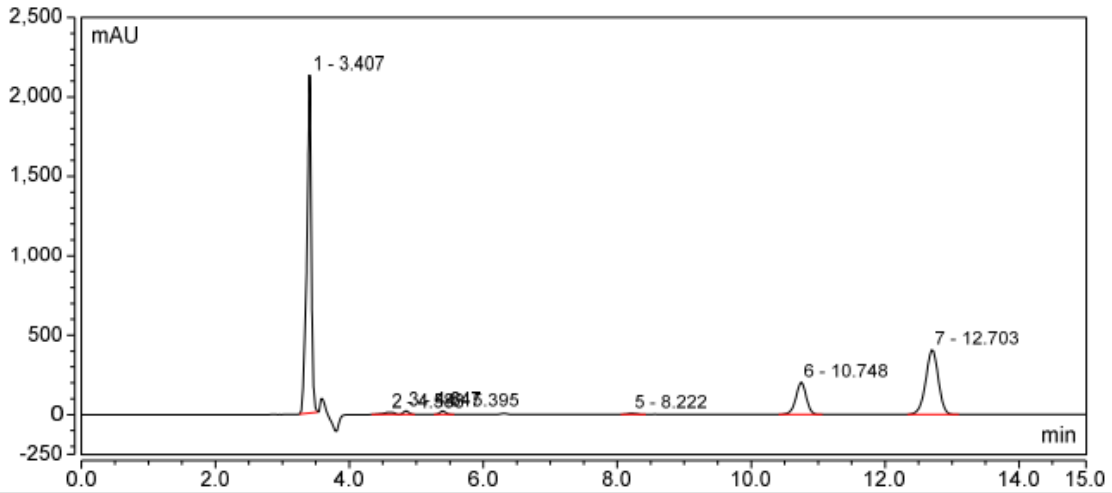


积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	3.410	168.190	2228.662	16464	4.45	0.82
2	4.538	1.375	6.177	2036	18.34	0.97
3	10.747	38.444	217.657	24169	6.41	1.00
4	12.700	93.506	437.894	23081	n.a.	0.98
总和:		301.514	2890.390	65750.00	29.20	



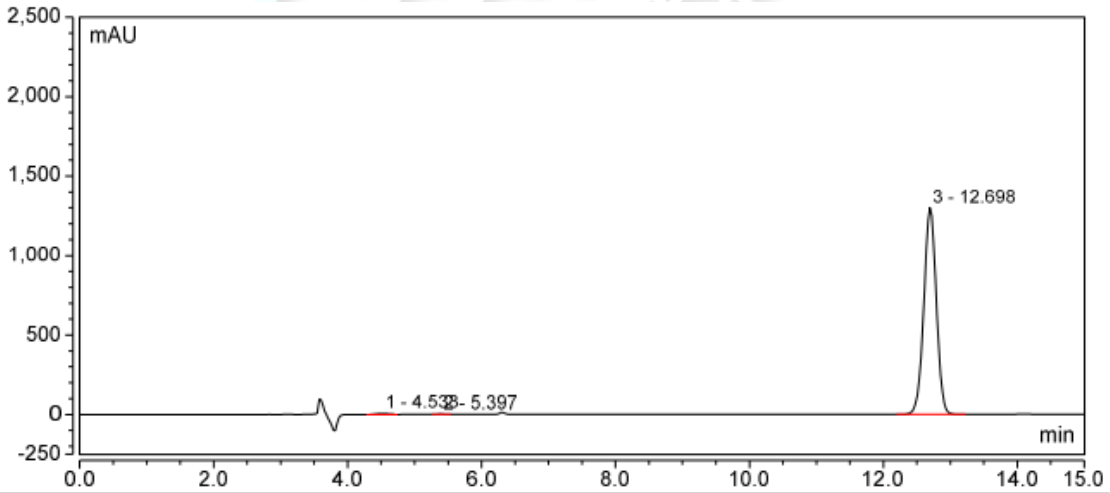


(14) 化妆水+标



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	3.407	158.366	2126.668	16745	5.71	0.82
2	4.588	2.635	13.596	3510	1.15	0.79
3	4.847	2.119	23.558	18737	3.67	1.13
4	5.395	2.252	22.122	18744	13.68	1.11
5	8.222	1.080	6.810	16402	9.44	1.00
6	10.748	36.757	203.837	23597	6.35	0.95
7	12.703	88.421	408.753	22711	n.a.	0.96
总和:		291.631	2805.345	120446.00	40.00	

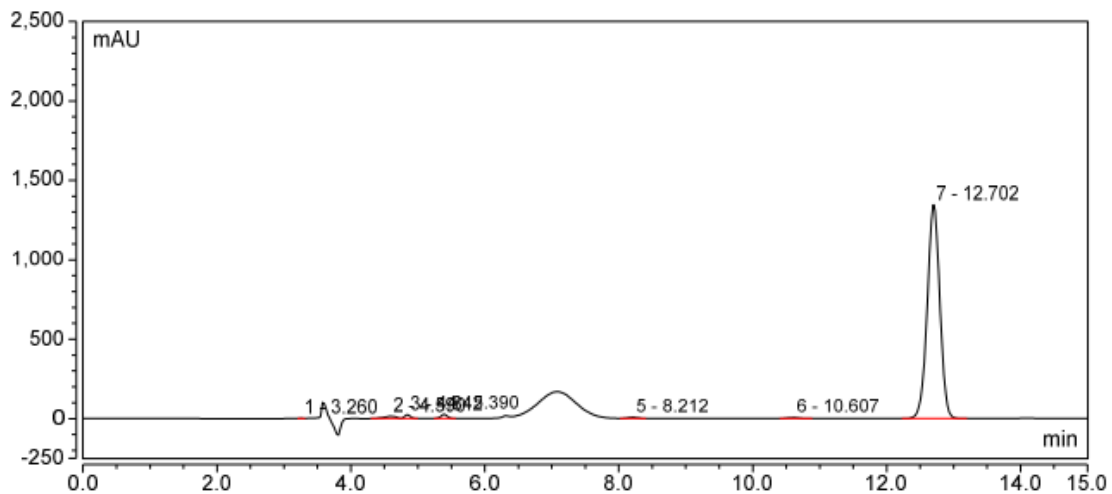
(15) 乳液



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	4.533	1.534	6.583	1928	3.13	0.89
2	5.397	0.257	2.865	23507	30.67	1.10
3	12.698	279.660	1301.726	22772	n.a.	0.99
总和:		281.452	1311.173	48207.00	33.80	



(16)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	3.260	0.092	1.795	24274	6.21	0.99
2	4.590	2.824	13.624	2820	1.04	0.77
3	4.842	2.191	24.889	19413	3.72	1.15
4	5.390	2.707	26.551	18872	13.65	1.10
5	8.212	1.181	7.377	16264	8.30	1.00
6	10.607	1.104	5.472	17483	6.37	1.10
7	12.702	291.264	1346.686	22561	n.a.	0.98
总和:		301.364	1426.395	121687.00	39.30	

结论:

该测定组分为禁用物质，产品中只要检出即不合格，使用月旭 Ultimate® LP-AQ (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: 2022.11.15

