

## 测试报告

样品信息			
样品名称	化妆水、散粉	编号	Z20220622-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/6/22	测试期间	2022/6/22-6/24
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	补骨脂素、异补骨脂素、新补骨脂异黄酮、补骨脂二氢黄酮		
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 <sup>®</sup> XB-C18 (4.6×150 mm,5 μm)		
流动相：	时间	乙腈	0.1%乙酸水溶液
	0	40	60
	3	40	60
	18	70	30
	19.5	90	10
	22.5	90	10
	24	40	60
	35	40	60
检测波长	246 nm		
柱温：	30℃		
流速：	1.0 mL/min		
进样量：	10 μL		



注意事项：

/

● **流动相的配置：**

0.1%乙酸水溶液：量取 1000 mL 水，加入 1 mL 乙酸，混匀，经 0.45  $\mu\text{m}$  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；

● **样品溶液的配置：**

补骨脂素储备液：精密称取 0.0004 g 补骨脂素于刻度离心管，加入甲醇至 1 mL，混匀即得；

异补骨脂素储备液：精密称取 0.0017 g 异补骨脂素于刻度离心管，加入甲醇至 1 mL，混匀即得；

新补骨脂异黄酮储备液：精密称取 0.0006 g 新补骨脂异黄酮于刻度离心管，加入甲醇至 1 mL，混匀即得；

补骨脂二氢黄酮储备液：精密称取 0.0005 g 补骨脂二氢黄酮于刻度离心管，加入甲醇至 1 mL，混匀即得；

混合标准溶液：分别称取补骨脂素储备液、异补骨脂素储备液、新补骨脂异黄酮储备液、补骨脂二氢黄酮储备液适量，加甲醇稀释至浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的混合对照储备液。精密量取混合对照储备液 0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中，加甲醇定容至刻度，摇匀，即得浓度为 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的混合标准溶液；

单标溶液：分别称取补骨脂素储备液、异补骨脂素储备液、新补骨脂异黄酮储备液、补骨脂二氢黄酮储备液适量，加甲醇稀释至浓度各为 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的单标对照溶液；

限度标准对照液：取混合对照储备液适量，加入甲醇稀释至浓度为 0.03  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，混匀即得；

样品处理：称取样品 0.5 g（精确到 0.001 g）于 10 mL 具塞比色管中，液态类样品直接加甲醇定容至刻度，粉类样品加 8 mL 甲醇，混匀，超声提取 20 min，放至室温，加甲醇定容至刻度，混匀，必要时，转移至 10 mL 具塞塑料离心管中，以 12000 r/min 离心 5 min，上清液经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤即得；

样品+标：称取样品 0.5 g（精确到 0.001 g）于 10 mL 具塞比色管中，再加入 0.1 mL 混合对照储备液（浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ），液态类样品直接加甲醇定容至刻度，粉类样品加 8 mL 甲醇，混



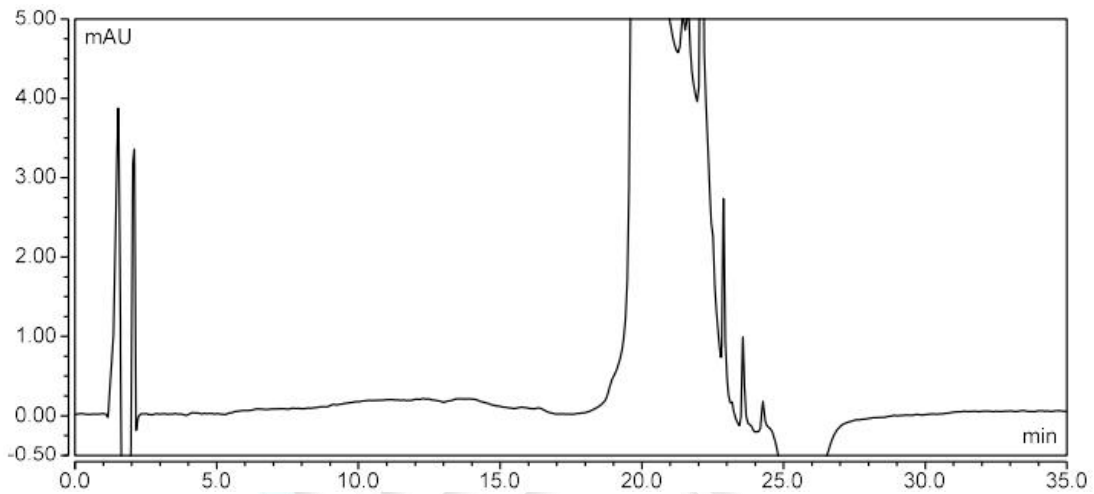
匀, 超声提取 20 min, 放至室温, 加甲醇定容至刻度, 混匀, 必要时, 转移至 10 mL 具塞塑料离心管中, 以 12000 r/min 离心 5 min, 上清液经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤即得;

空白: 取 10 mL 具塞比色管, 加 8 mL 甲醇, 混匀, 超声提取 20 min, 放至室温, 加甲醇定容至刻度, 混匀, 经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤即得;

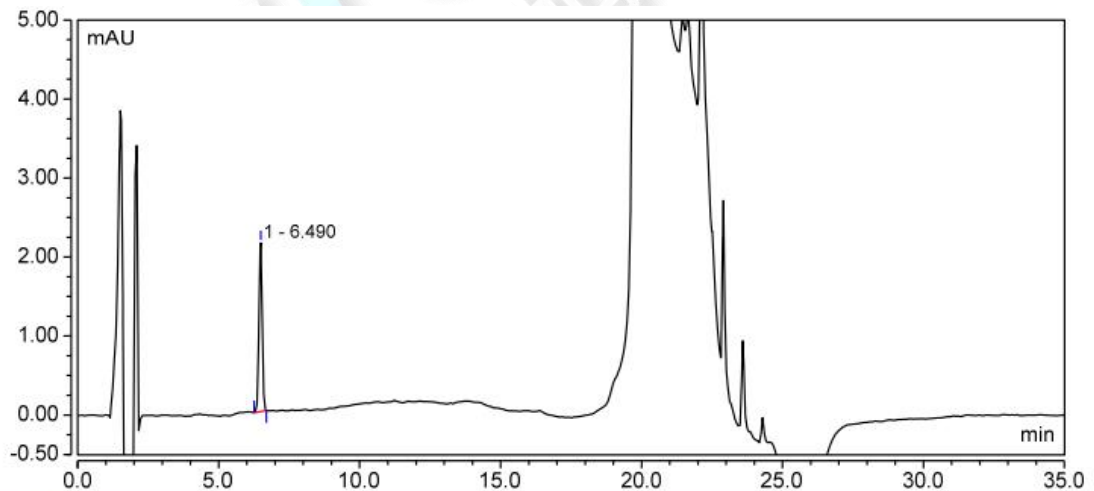
## ● 谱图和数据

使用仪器: Thermo UltiMate 3000 月旭 Ultimate<sup>®</sup> XB-C18 (4.6 $\times$ 150 mm, 5  $\mu\text{m}$ )

### (1) 空白



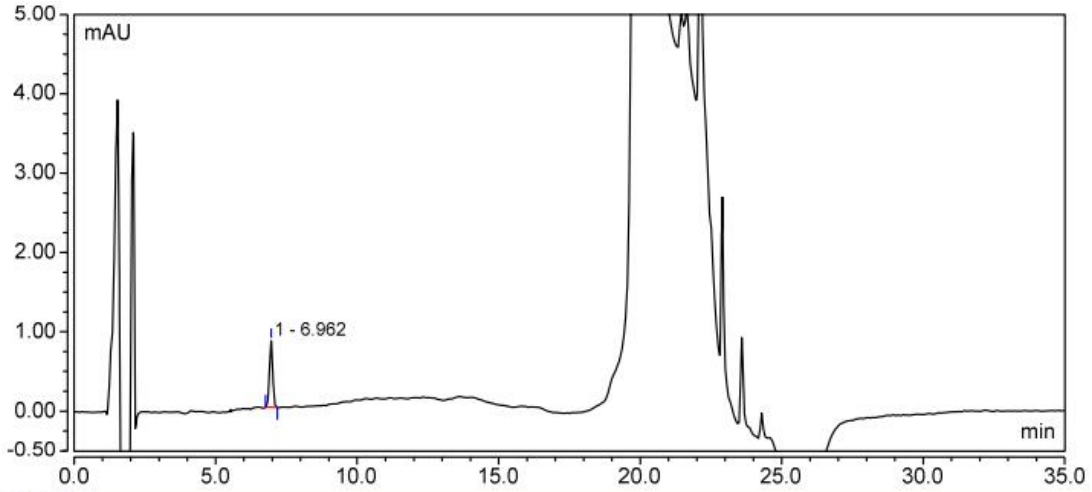
### (2) 补骨脂素



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	6.490	0.283	2.134	15251	n.a.	0.97
总和:		0.283	2.134	15251.00	0.00	

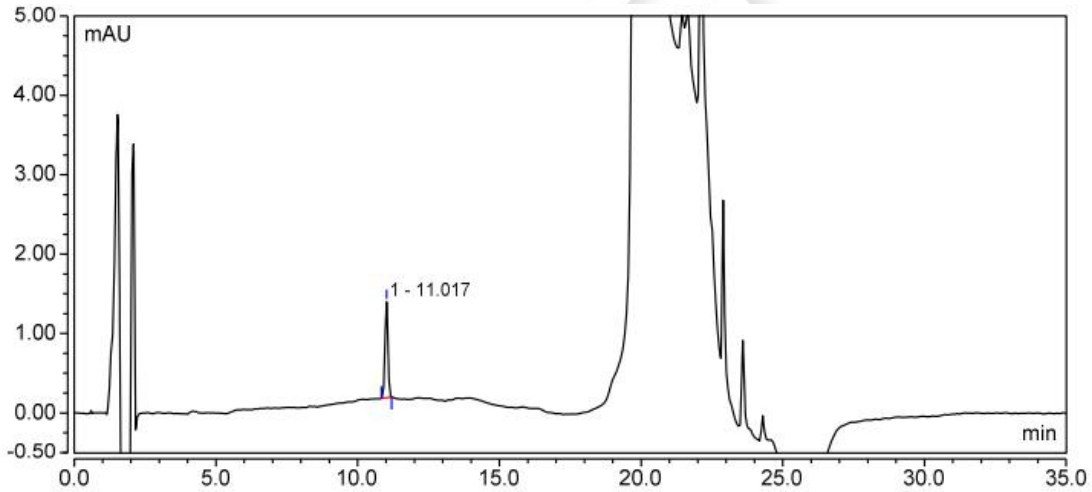
### (3) 异补骨脂素





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	6.962	0.110	0.837	17832	n.a.	0.97
总和:		0.110	0.837	17832.00	0.00	

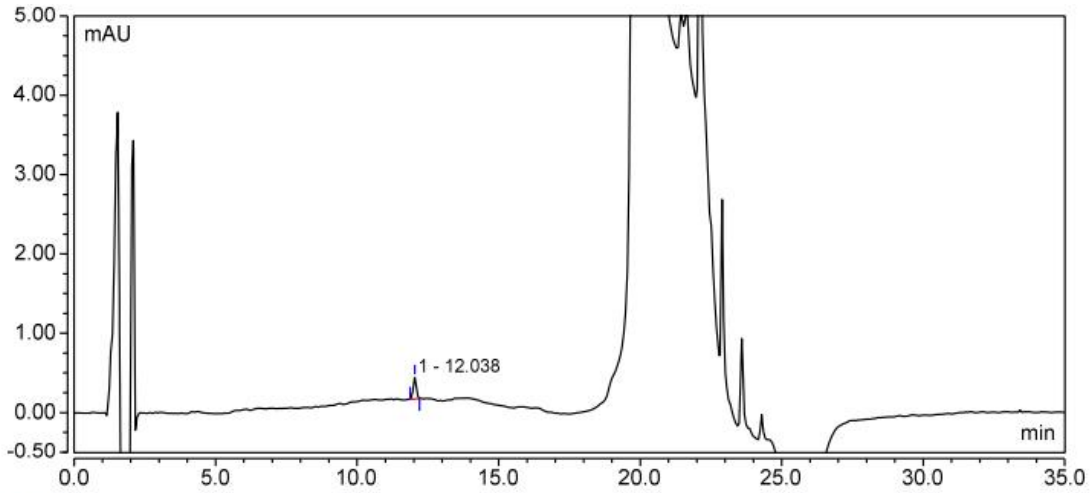
(4) 新补骨脂异黄酮



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	11.017	0.141	1.207	56134	n.a.	0.97
总和:		0.141	1.207	56134.00	0.00	

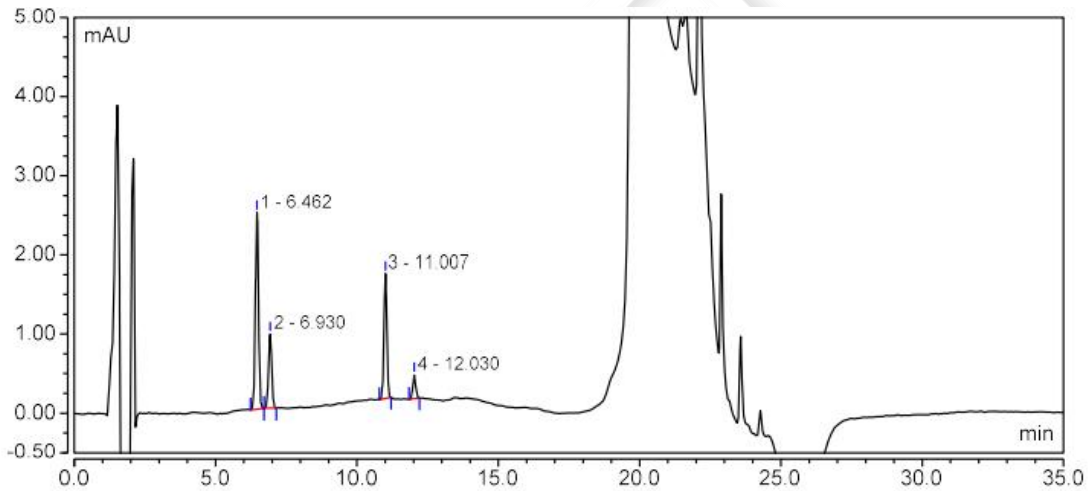
(5) 补骨脂二氢黄酮





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	12.038	0.034	0.274	61104	n.a.	0.98
<b>总和:</b>		<b>0.034</b>	<b>0.274</b>	<b>61104.00</b>	<b>0.00</b>	

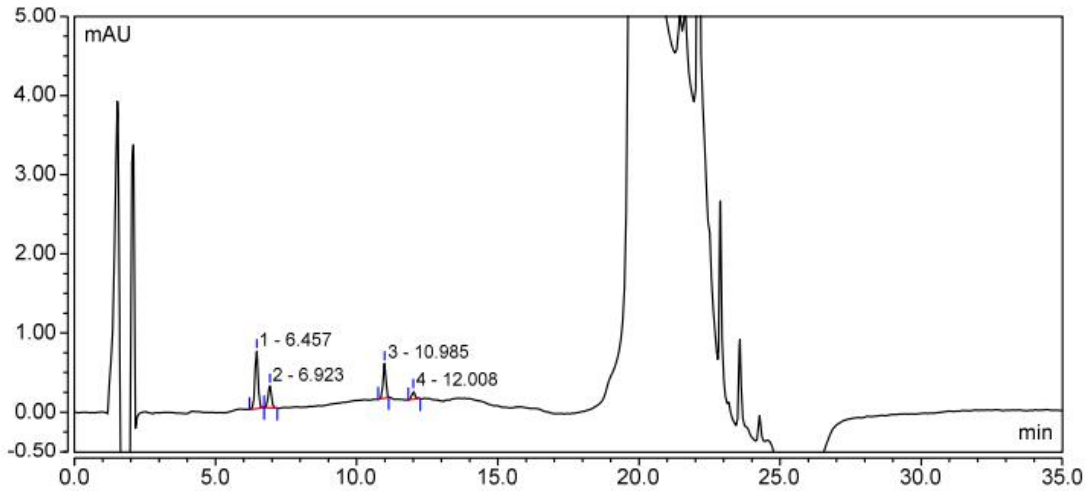
(6) 混标 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$



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	6.462	0.325	2.484	15555	2.27	1.00
2	6.930	0.121	0.936	18121	21.01	0.99
3	11.007	0.183	1.578	57757	5.60	1.00
4	12.030	0.035	0.301	69134	n.a.	1.00
<b>总和:</b>		<b>0.663</b>	<b>5.299</b>	<b>160567.00</b>	<b>28.89</b>	

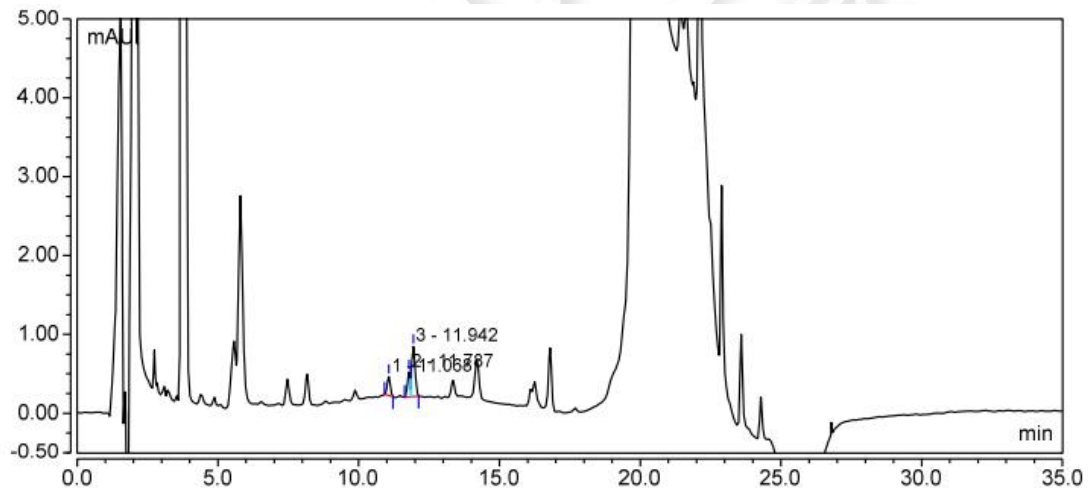
(7) 限度标准对照液 0.03 $\mu\text{g}/\text{mL}$





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	6.457	0.097	0.724	15103	2.21	0.95
2	6.923	0.037	0.276	16928	20.63	1.00
3	10.985	0.049	0.439	58358	5.42	0.96
4	12.008	0.013	0.099	59421	n.a.	1.06
总和:		0.196	1.539	149810.00	28.26	

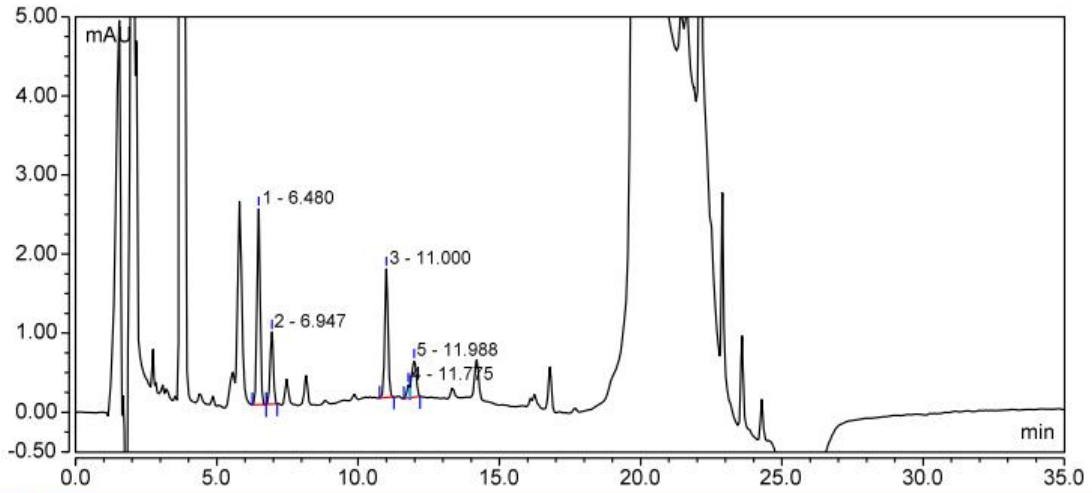
(8) 化妆水



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	11.068	0.029	0.239	53160	n.a.	0.97
2	11.787	0.036	0.317	n.a.	n.a.	n.a.
3	11.942	0.087	0.635	43620	n.a.	n.a.
总和:		0.151	1.191	96780.00	0.00	

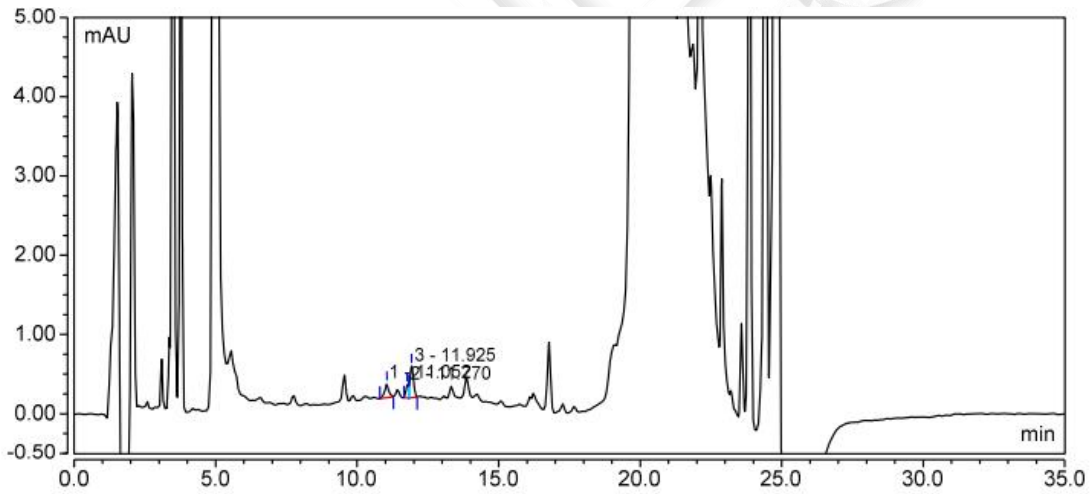
(9) 化妆水+标





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	6.480	0.326	2.476	15576	2.27	0.97
2	6.947	0.118	0.913	18289	20.08	0.94
3	11.000	0.210	1.626	48686	n.a.	1.02
4	11.775	0.018	0.163	n.a.	n.a.	n.a.
5	11.988	0.086	0.454	22642	n.a.	n.a.
<b>总和:</b>		<b>0.758</b>	<b>5.632</b>	<b>105193.00</b>	<b>22.34</b>	

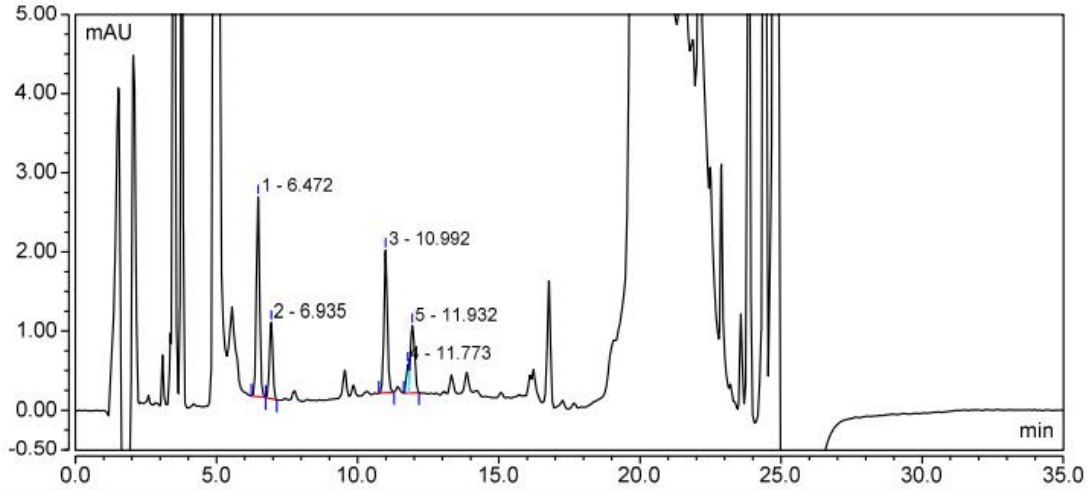
(10) 散粉



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	11.052	0.029	0.178	38796	n.a.	0.98
2	11.770	0.017	0.168	n.a.	n.a.	n.a.
3	11.925	0.056	0.399	42736	n.a.	n.a.
<b>总和:</b>		<b>0.102</b>	<b>0.745</b>	<b>81532.00</b>	<b>0.00</b>	

(11) 散粉+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	6.472	0.344	2.524	14683	2.18	1.01
2	6.935	0.128	0.964	17039	19.25	0.98
3	10.992	0.247	1.799	43793	n.a.	1.04
4	11.773	0.037	0.364	n.a.	n.a.	n.a.
5	11.932	0.146	0.850	27153	n.a.	n.a.
<b>总和:</b>		<b>0.902</b>	<b>6.501</b>	<b>102668.00</b>	<b>21.43</b>	

● 结论:

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

本方法适用于化妆品中补骨脂素等 4 种组分的定性测定, 该组分为化妆品禁用组分, 只要检出即视为不合格。

报告日期: 2022.6.27

