

测试报告

样品信息			
样品名称	化妆水	编号	Z20220624-005
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/06/20	测试期间	2022/06/21-2022/06/24
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	雌三醇、雌酮、己烯雌酚、雌二醇、睾酮、甲基睾酮、黄体酮		
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	Agilent 1260

● 色谱条件：

酸水解样品色谱条件

色谱柱：	月旭 Ultimate® LP-C18(4.6×300 mm,5 μm)
流动相	甲醇:水=82:18
柱温：	45°C
紫外检测器	254 nm
流速：	0.6 mL/min
进样量：	10 μL

流动相的配置：

甲醇：量取 500 mL 色谱级甲醇，抽滤。

水：超纯水。



● 溶液配置:

睾丸酮储备液: 称取 0.0011 g 睾丸酮标准品, 加入 1.1 mL 甲醇溶解, 混匀。

甲基睾丸酮储备液: 称取 0.0018 g 甲基睾丸酮标准品, 加入 0.9 mL 甲醇溶解, 混匀。

黄体酮储备液: 称取 0.0013 g 黄体酮标准品, 加入 1.3 mL 甲醇溶解, 混匀。

雌三醇储备液: 称取 0.0062 g 雌三醇标准品, 加入 620 μ L 甲醇溶解, 混匀。

雌二醇储备液: 称取 0.0066 g 雌二醇标准品, 加入 660 μ L 甲醇溶解, 混匀。

雌三醇储备液: 称取 0.0062 g 雌三醇标准品, 加入 620 μ L 甲醇溶解, 混匀。

雌酮储备液: 称取 0.0050 g 雌酮标准品, 加入 810 μ L 甲醇溶解, 混匀。

混合标准储备溶液: 移取雌三醇储备液 500 μ L、雌二醇储备液 500 μ L、己烯雌酚储备液 250 μ L、睾丸酮储备液 150 μ L、甲基睾丸酮 75 μ L、黄体酮 150 μ L 至 15 mL 离心管中, 用甲醇将雌酮全部转移至离心管中, 甲醇定容至 5 mL, 混匀。

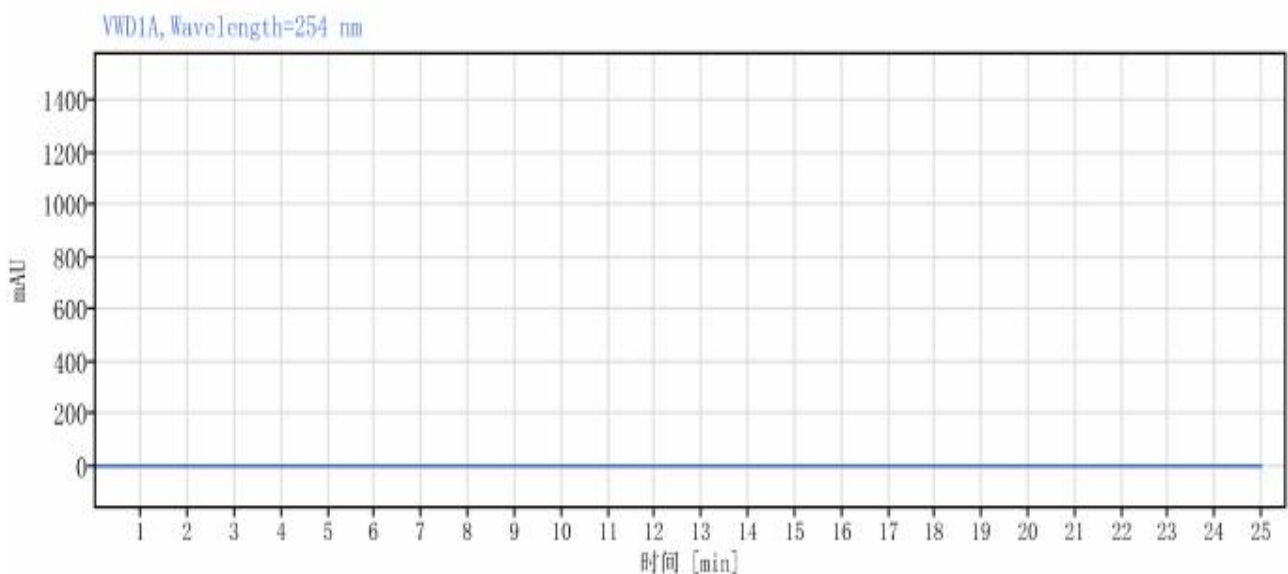
取混合标准储备溶液 0 mL、100 μ L、200 μ L、500 μ L 用甲醇稀释 1 mL, 制得混合标准系列溶液。

样品溶液: 称取 1.0032 g 化妆水于 15 mL 离心管中, 80 $^{\circ}$ C 水浴蒸除有机溶剂 10 min, 冷却至室温, 用甲醇定容至 10 mL, 混匀, 作为样品待测溶液。

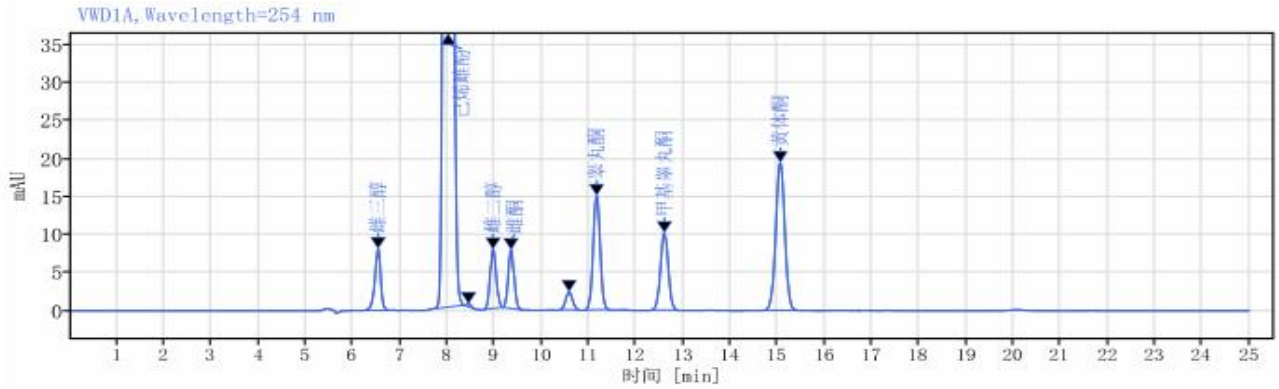
样品加标溶液: 称取 1.0045 g 化妆水于 15 mL 离心管中, 加入 2 mL 混合标准储备液, 80 $^{\circ}$ C 水浴蒸除有机溶剂 10 min, 冷却至室温, 用甲醇定容至 10 mL, 混匀, 作为样品加标待测溶液。

● 谱图和数据

(1) 空白



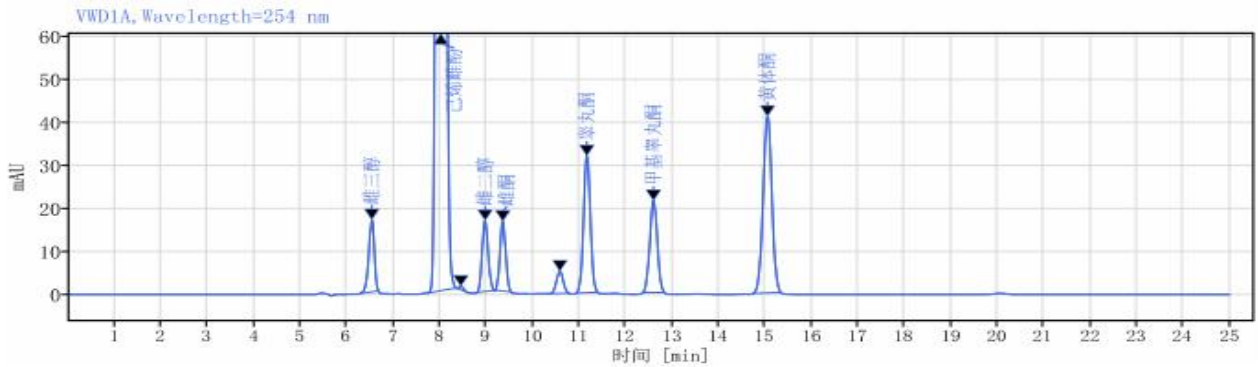
(2) std-1



信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	名称	峰面积	峰面积%	峰高	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
6.529	雌三醇	69.55	1.40	8.07	0.88660		13837.32992
8.016	己烯雌酚	4218.46	84.69	467.85	1.03823	6.43605	17860.87506
8.445		2.68	0.05	0.39	0.88020	2.00909	33399.41118
8.967	雌二醇	69.95	1.40	7.77	1.12718	2.45644	22094.49172
9.347	雌酮	67.23	1.35	7.69	1.03366	1.59465	25245.32680
10.579		23.38	0.47	2.32	1.01731	4.84930	23966.07976
11.161	睾酮	155.00	3.11	15.01	1.03734	2.11560	26360.57724
12.596	甲基睾酮	117.04	2.35	10.15	1.01496	4.93005	26783.56261
15.054	黄体酮	257.83	5.18	19.40	1.01173	7.41875	28864.93618
	总和	4981.12					

(3) std-2

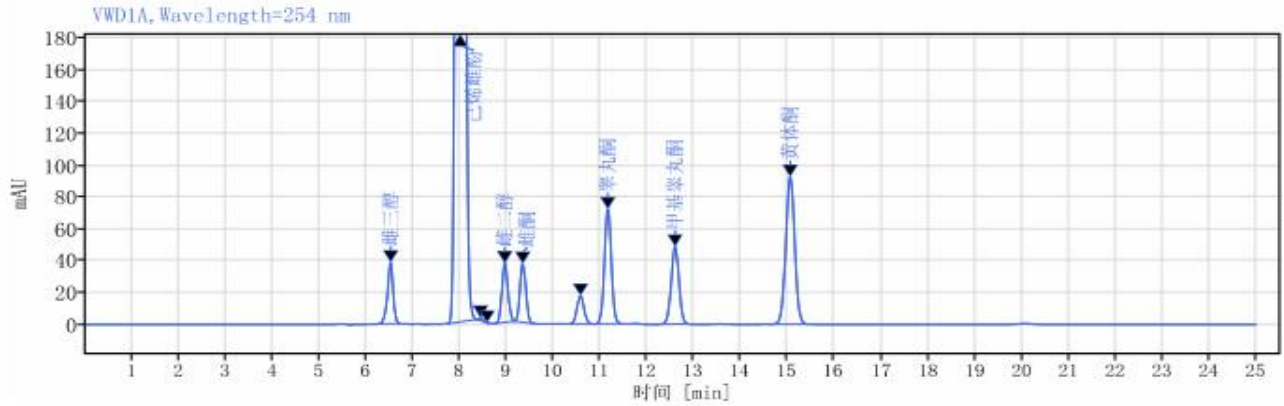


信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	名称	峰面积	峰面积%	峰高	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
6.530	雌三醇	139.08	1.32	16.79	0.89239		14453.19967
8.015	己烯雌酚	8943.92	84.87	992.73	1.03389	6.50494	17879.27837
8.445		5.40	0.05	0.81	0.84406	2.03014	35006.12133
8.965	雌二醇	147.22	1.40	16.49	1.11326	2.48885	22328.70178
9.346	雌酮	140.36	1.33	16.26	1.02402	1.60400	25574.62251
10.576		52.55	0.50	5.15	1.02292	4.83037	23583.41560
11.159	睾酮	327.05	3.10	31.92	1.02050	2.12443	26606.47253
12.592	甲基睾酮	240.43	2.28	21.36	1.02457	4.95265	27480.28555
15.045	黄体酮	542.60	5.15	41.19	1.00099	7.48083	29071.48243
	总和	10538.61					



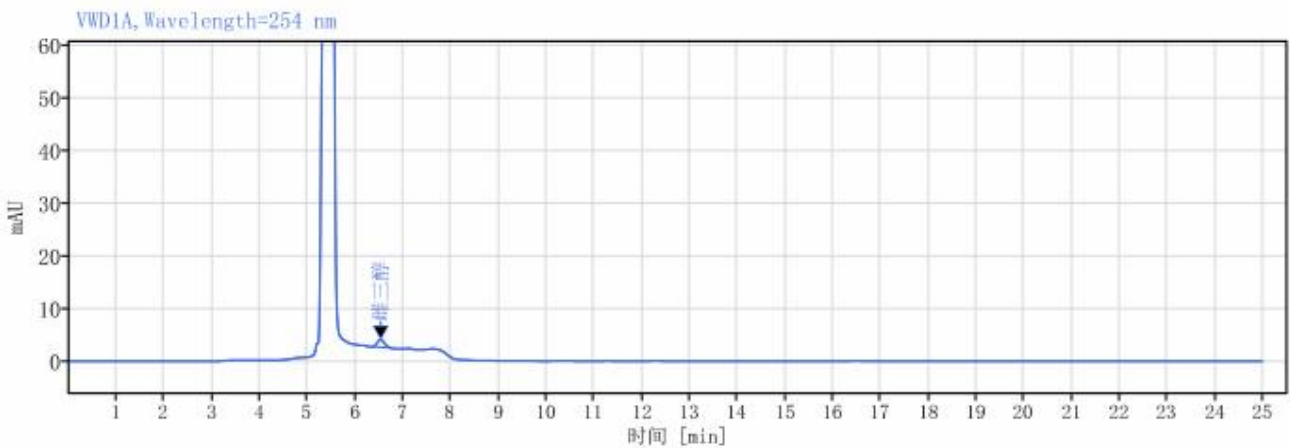
(4) std-5



信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	名称	峰面积	峰面积%	峰高	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
6.529	雌三醇	329.89	1.41	38.60	0.88831		14026.10813
8.015	己烯雌酚	19611.82	84.03	2183.01	1.05616	6.45209	17949.95110
8.446		12.54	0.05	1.84	0.95105	2.05879	34572.84647
8.587		0.00	0.00	0.00	0.31535		
8.966	雌二醇	334.06	1.43	37.07	1.12894		22101.10071
9.349	雌酮	320.92	1.38	36.68	1.01738	1.60848	25247.32982
10.581		183.19	0.78	17.61	1.03348	4.78648	23080.06440
11.163	睾九酮	743.18	3.18	72.00	1.02792	2.10990	26485.77199
12.598	甲基睾九酮	564.52	2.42	48.73	1.02232	4.92176	26751.40277
15.055	黄体酮	1238.86	5.31	92.81	1.00091	7.42100	28796.07316
	总和	23338.98					

(5) 样品

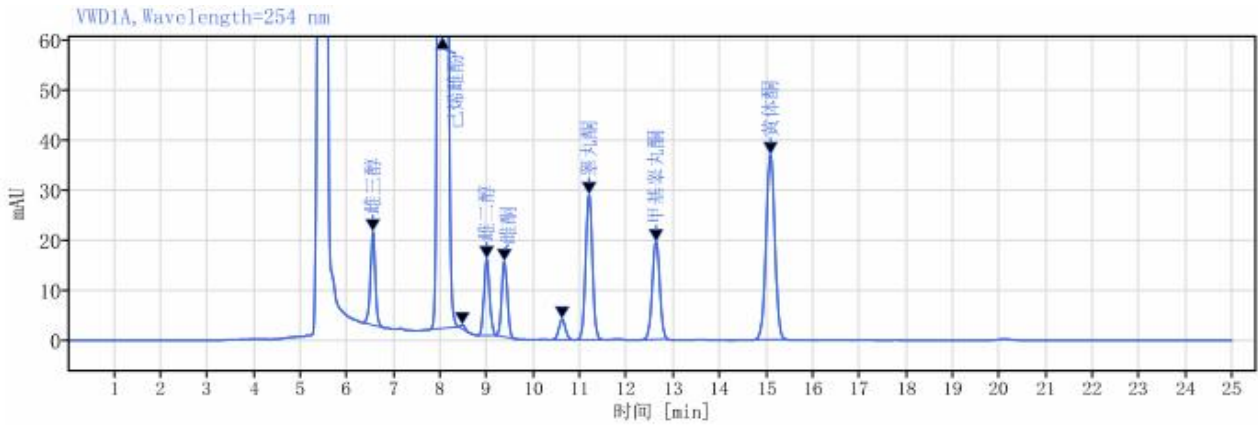


信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	名称	峰面积	峰面积%	峰高	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
6.534	雌三醇	14.77	100.00	1.48	0.98143		8920.68227
	总和	14.77					



(6) 样品+标



信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	名称	峰面积	峰面积%	峰高	峰 拖尾因子	峰 分高度 USP	峰 理论塔板数 USP
6.538	雌三醇	138.33	1.48	18.74	0.88985		19078.19793
8.034	己烯雌酚	7877.47	84.52	987.83	1.07764	7.47910	23410.63611
8.458		5.40	0.06	0.81	0.90806	2.21041	36925.96462
8.982	雌二醇	130.28	1.40	15.35	1.09503	2.61022	25517.23292
9.362	雌酮	127.18	1.36	15.12	1.01368	1.69082	27806.24320
10.603		40.53	0.43	4.14	1.02528	5.10941	26439.73561
11.181	睾酮	295.32	3.17	29.12	1.01755	2.19248	27796.79964
12.619	甲基睾酮	219.50	2.36	19.52	1.01508	5.05691	28321.95660
15.078	黄体酮	486.07	5.22	37.12	1.00116	7.58942	29979.22189
	总和	9320.09					

回收率统计

/	雌三醇	己烯雌酚	雌二醇	雌酮	睾酮	甲基睾酮	黄体酮
峰面积	138.33	7877.47	130.28	127.18	295.32	219.50	486.07
回收率	88.8%	88.1%	88.5%	90.6%	90.3%	91.3%	89.8%

● 结论:

使用月旭 Ultimate® LP-C18(4.6×300 mm,5 μm)能分离雌三醇等 7 种组分与样品中的杂质,回收率满足要求。

日期: 2022/06/24

