

测试报告

样品信息			
样品名称	化妆水	编号	Z20221212-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/12/12	测试期间	2022/12/12-12/20
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	3-亚苄基樟脑等 22 种防晒剂		
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

● 色谱条件一（3-亚苄基樟脑等 21 种组分）：

色谱柱：	月旭 Ultimate [®] XB-C18(4.6×250 mm,5 μm)			
流动相：	时间	甲醇	四氢呋喃	水-高氯酸=300: 0.25
	0	18	2	80
	4	6	25	69
	8	25	45	30
	16	18	52	30
	20	20	40	40
	21	45	50	5
	24	32	68	0
	27	18	2	80
40	18	2	80	
检测波长	311 nm			
柱温：	40℃			
流速：	1.0 mL/min			



进样量：	10 μ L
注意事项：	需注意四氢呋喃与仪器的兼容性

● **流动相的配置：**

流动相 A：量取甲醇 1000mL，抽滤过 0.22 μ m 滤膜即得；

流动相 B：量取四氢呋喃 500mL，抽滤过 0.22 μ m 滤膜即得；

流动相 C：量取水 600mL，加入高氯酸 0.5mL 混匀即得；

● **样品溶液的配置：**

溶剂 1：甲醇+四氢呋喃+水+高氯酸=250mL+450mL+300mL+0.25mL；

溶剂 2：甲醇+四氢呋喃+0.02mol/L 乙酸铵溶液=200mL+300mL+500mL；

0.02mol/L 乙酸铵溶液：称取乙酸铵 1.54g，加水 1000mL 溶解，用磷酸调 pH 至 5.0 即得；

3-亚苄基樟脑等 21 种组分样品处理：称取样品 0.25g（精确到 0.0001g）于 25mL 具塞比色管中，加入溶剂 1 至刻度，混匀，超声 30min。精密移取此溶液 1mL，于 10mL 具塞比色管中，再用溶剂 1 稀释至刻度，摇匀（必要时可离心），经 0.45 μ m 滤膜过滤，取滤液作为待测溶液。

苯基二苯并咪唑四磺酸酯二钠检测样品处理：称取样品 0.25g（精确到 0.0001g）于 25mL 具塞比色管中，加入溶剂 2 至刻度，混匀，超声 30min。精密移取此溶液 1mL，于 10mL 具塞比色管中，用溶剂 2 稀释至刻度，摇匀（必要时可离心），经 0.45 μ m 滤膜过滤，取滤液作为待测溶液。

混合标准储备溶液：将前 21 种组分标准储备液各取适量，按表 1 中的浓度用溶剂 1 配置成混合标准储备溶液；

混合标准系列溶液：取混合标准储备溶液 0.20 mL、5.00 mL、10.0mL 于 10mL 具塞比色管中，用溶剂 1 稀释至刻度，配制成混合标准系列溶液。



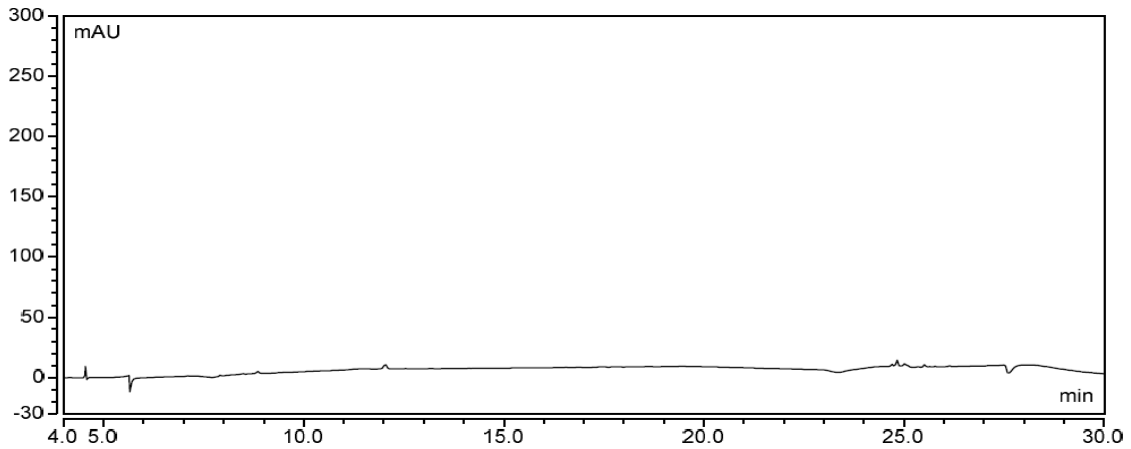
表 1 标准储备溶液和混合标准储备溶液的配制

序号	防晒剂名称	称样量 (g)	溶剂	储备液浓度 (mg/mL)	混合标准溶液浓度 (mg/mL)	单标浓度 (mg/L)
1	3-亚苄基樟脑	0.0085	溶剂1	6	0.03	30
2	4-甲基苄亚基樟脑	0.0326	溶剂1	24	0.05	60
3	二苯酮-3	0.0344	溶剂1	20	0.10	100
4	二苯酮-4	0.0141	溶剂1	10	0.06	100
5	亚苄基樟脑磺酸	0.0077	溶剂1	7	0.07	70
6	双-乙基己氧苯酚甲氧苯基三嗪	0.0151	四氢呋喃	10	0.10	100
7	丁基甲氧基二苯甲酰基甲烷	0.0196	四氢呋喃	18	0.06	60
8	樟脑苯扎铵甲基硫酸盐	0.0089	溶剂 1	7	0.07	70
9	二乙氧羰基苯甲酰基苯甲酸己酯	0.0317	溶剂 1	30	0.10	100
10	二乙基己基丁酰胺基三嗪酮	0.0046	溶剂 1	5	0.10	100
11	甲酚曲唑三硅氧烷	0.0204	四氢呋喃	15	0.15	150
12	二甲基PABA乙基己酯	0.0164	溶剂1	10	0.10	100
13	甲氧基肉桂酸乙基己酯	0.0333	四氢呋喃	20	0.10	100
14	水杨酸乙基己酯	0.0321	四氢呋喃	30	0.06	500
15	乙基己基三嗪酮	0.0341	四氢呋喃	20	0.05	50
16	胡莫柳酯	0.0335	四氢呋喃	30	0.10	500
17	对甲氧基肉桂酸异戊酯	0.0356	溶剂1	20	0.10	100
18	亚甲基双-苯并三唑基四甲基丁基酚	0.0382	四氢呋喃	40	0.10	100
19	奥克立林	0.0274	四氢呋喃	14.5	0.10	100
20	苯基苯并咪唑磺酸	0.0086	溶剂 1	3	0.10	30
21	对苯二亚甲基二樟脑磺酸	0.0209	溶剂 1	20	0.05	50
22	苯基二苯并咪唑四磺酸酯二钠	0.0222	溶剂2	10	0.10	100

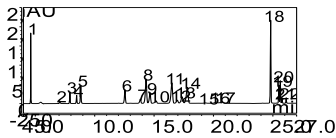


● 谱图和数据

(1) 空白



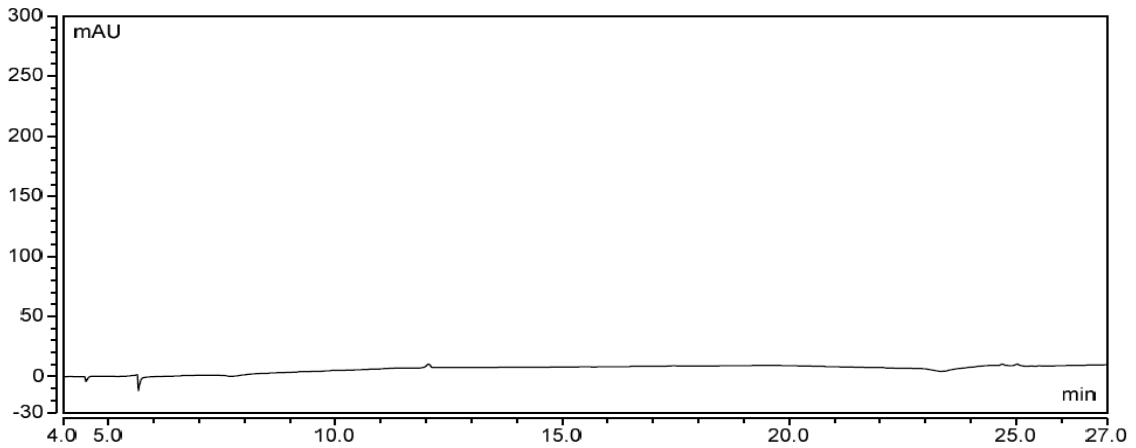
(2) 混标高浓度



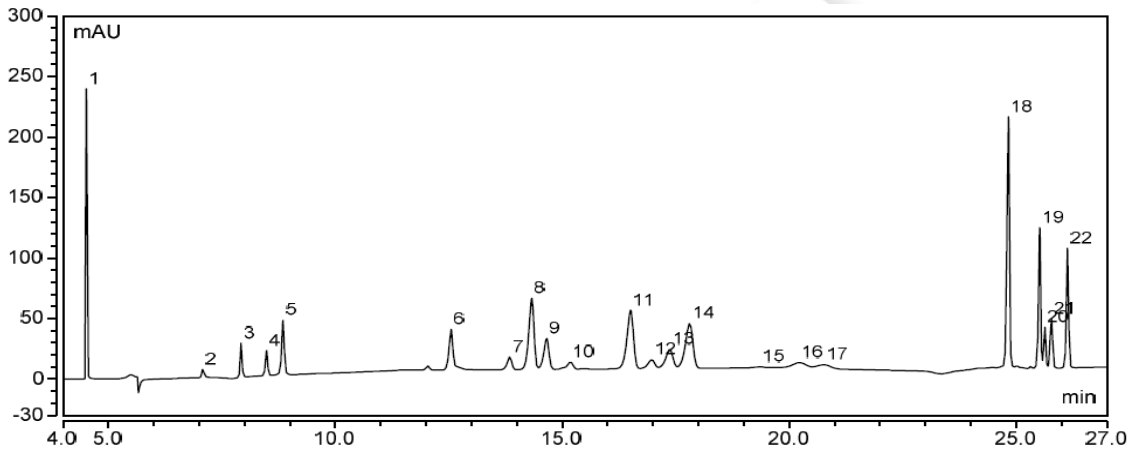
积分结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	苯并咪唑磺酸	4.612	42.879	1836.610	269651	34.97	1.59
2	对苯二亚甲基而樟脑磺酸	7.050	4.966	72.321	73102	9.79	1.63
3	二苯酮-4	7.910	14.378	303.536	193973	7.15	1.01
4	樟脑苯扎铵甲基硫酸盐	8.480	12.214	212.969	148210	3.66	0.88
5	亚苄基樟脑磺酸	8.825	32.817	478.386	122008	30.93	0.96
6	二苯酮-3	12.550	31.980	351.427	127791	8.26	0.84
7	3-亚苄基樟脑	13.843	12.894	112.346	101601	2.62	0.82
8	对甲氧基肉桂酸异戊酯	14.327	78.521	626.208	85561	1.72	0.84
9	3-甲基苄基樟脑	14.658	32.821	271.471	94819	2.59	0.88
10	二乙胺羟苯甲酸苯甲酸乙酯	15.172	9.734	64.778	86471	5.97	0.72
11	二甲基PABA乙基酯	16.497	82.264	531.205	76376	1.95	0.84
12	丁基甲氧基二苯甲酰胺基甲烷	16.957	10.860	74.542	83573	1.63	0.87
13	奥克立林	17.358	25.761	158.472	71810	1.66	0.83
14	甲氧基肉桂酸乙基酯	17.795	70.126	410.572	70302	5.34	0.86
15	胡莫柳酯异构体	19.323	1.607	8.495	63934	2.67	0.88
16	水杨酸乙基酯	20.248	5.554	23.299	43158	1.12	0.82
17	胡莫柳酯	20.717	8.584	31.614	33866	15.29	1.05
18	二乙基己基丁酰胺基三嗪酮	24.817	120.843	2152.570	1293422	8.67	0.87
19	乙基己基三嗪酮	25.512	20.101	437.205	1926655	1.53	0.87
20	甲酚曲唑三硅氧烷	25.627	26.876	554.029	1758367	1.85	0.91
21	亚甲基双-苯并三唑基四甲基丁基酚	25.770	6.626	132.269	1728595	4.48	0.96
22	双-乙基己氧苯酚甲氧基三嗪	26.123	7.513	142.499	1720781	n.a.	0.89
总和:			659.917	8986.824	10174026.00	153.84	



(3) 化妆水



(4) 化妆水+标



积分结果							
序号	峰名称	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	苯并咪唑磺酸	4.517	4.969	239.772	330141	38.94	1.76
2	对苯二亚甲基而樟脑磺酸	7.085	0.466	6.982	78991	9.65	1.39
3	二苯酮-4	7.925	1.361	28.217	184895	6.91	0.99
4	樟脑苯扎铵甲基硫酸盐	8.487	1.197	20.666	144750	3.78	0.88
5	亚苄基樟脑磺酸	8.848	3.141	45.151	118865	29.35	0.93
6	二苯酮-3	12.552	3.639	33.506	111476	7.79	1.36
7	3-亚苄基樟脑	13.847	1.243	10.458	91416	2.49	0.81
8	对甲氧基肉桂酸异戊酯	14.332	7.639	58.176	76773	1.60	0.83
9	3-甲基苄亚基樟脑	14.660	3.224	25.111	82645	2.46	0.88
10	二乙胺羟苯甲酰基苯甲酸乙酯	15.182	0.961	6.080	75846	5.52	0.72
11	二甲基PABA乙基己酯	16.507	8.046	48.152	64103	1.81	0.83
12	丁基甲氧基二苯甲酰基甲烷	16.973	1.069	6.773	70404	1.50	0.83
13	奥克立林	17.372	2.494	14.578	63061	1.53	0.83
14	甲氧基肉桂酸乙基己酯	17.810	6.798	36.539	57222	4.57	0.86
15	胡莫柳酯异构体	19.357	0.181	0.772	41231	1.94	0.83
16	水杨酸乙基己酯	20.218	1.139	3.673	25084	1.10	0.87
17	胡莫柳酯	20.770	0.719	2.448	28075	13.63	1.06
18	二乙基己基丁酰胺基三嗪酮	24.830	13.125	206.178	960673	7.60	0.87
19	乙基己基三嗪酮	25.518	5.741	111.981	1616289	1.44	0.88
20	甲酚曲唑三硅氧烷	25.635	1.481	29.689	1552361	1.71	0.94
21	亚甲基双-苯并三唑基四甲基丁基酚	25.778	2.173	39.490	1431876	4.15	0.92
22	双-乙基己氧苯酚甲氧基三嗪	26.132	5.507	98.773	1532291	n.a.	0.88
总和:			76.311	1073.164	8738468.00	149.47	



● 色谱条件二（苯基二苯并咪唑磺酸酯二钠）：

色谱柱：	月旭 Ultimate® XB-C18(4.6×250 mm,5 μm)		
流动相：	时间	甲醇	0.02mol/L 乙酸铵溶液
	0	5	95
	9	100	0
	15	5	95
	30	5	95
检测波长	311 nm		
柱温：	40℃		
流速：	1.0 mL/min		
进样量：	5 μL		
注意事项：	/		

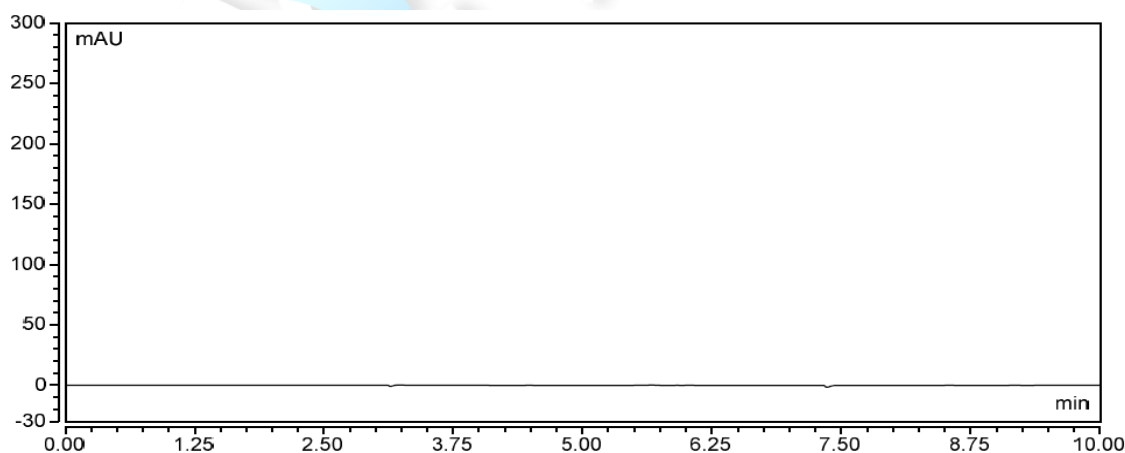
● 流动相的配置：

流动相 A：量取甲醇 1000mL，抽滤过 0.22μm 滤膜即得；

流动相 B：称取乙酸铵 1.54g，加水 1000mL 溶解，用磷酸调 pH 至 5.0 抽滤过 0.22μm 滤膜即得；

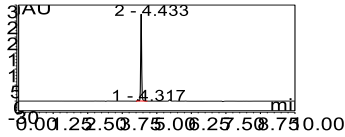
● 谱图和数据

(1) 空白



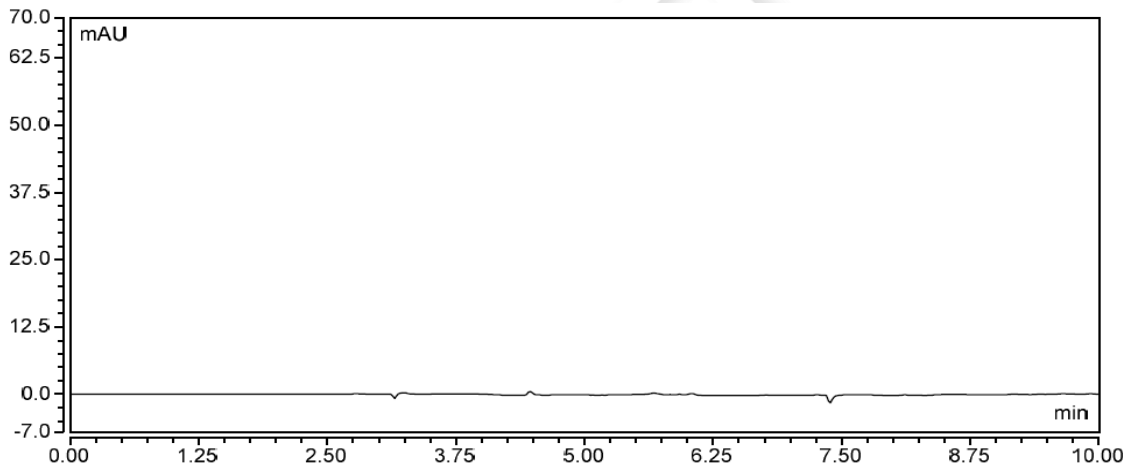
(2) 苯基二苯并咪唑磺酸酯二钠



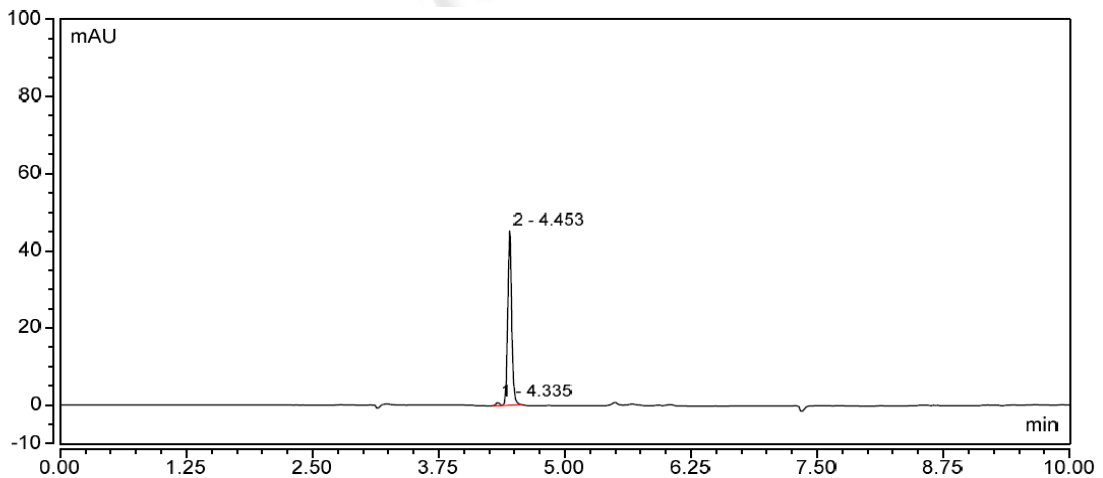


积分结果						
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	4.317	0.199	5.199	79033	1.90	1.00
2	4.433	10.959	270.862	82690	n.a.	1.08
总和:		11.158	276.061	161723.00	1.90	

(3) 化妆水



(4) 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	4.335	0.034	0.840	68033	1.75	0.98
2	4.453	2.027	45.142	67070	n.a.	1.11
总和:		2.061	45.982	135103.00	1.75	

结论:

使用月旭 Ultimate® XB-C18(4.6×250 mm,5 μm)色谱柱, 在此条件下测定, 能符合检测要求。

报告日期: 2022.12.20

