

测试报告

样品信息			
样品名称	化妆水	编号	SHZ-20230321-003
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/04/19	测试期间	2023/04/20-2023/04/21
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	多西拉敏、美沙比林、曲吡那敏、溴苯那敏、苯海拉明、塞克利嗪、二苯拉林、羟嗪、氯苯沙明		
参考标准			
参考标准	GB/T 32986-2016	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® UHPLC AQ-C18 2.1×100, 1.8μm		
流动相:	时间	流动相 A: (甲醇) %	流动相 B: (0.1%甲酸水溶液含 5mmol/L 甲酸铵) %
	0.00	20	80
	6.00	80	20
	10.00	80	20
	10.10	20	80
柱温:	30 °C		
流速:	0.3 mL/min		
进样量:	5 μL		
注意事项	本次测试采用基质曲线, 建议与样品同时处理。		



● 流动相的配置：

流动相 A：色谱级甲醇；

流动相 B：0.1%甲酸水溶液含（5mmol/L 甲酸铵）：于 500mL 纯水中加入 1 mL 甲酸，定容至 1 L,称取 0.3153 g 甲酸铵溶解于其中；

● 质谱条件：

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，350℃，流速：1000 L/Hr

碰撞气：氦气

离子喷雾电压：1.0 kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
多西拉敏	217.4	167.2	10	30	Positive
		182.3		14	
美沙吡林	262.4	119.2	24	22	Positive
		217.2		12	
曲吡那敏	256.4	119.3	2	28	Positive
		211.3		12	
溴苯那敏	319.2	167.2	10	44	Positive
		194.3		42	
苯海拉明	256.4	152.1	8	36	Positive
		167.2		10	
塞克利嗪	267.4	152.1	8	38	Positive
		167.2		12	
二苯拉林	282.4	152.1	4	48	Positive
		167.2		24	
羟嗪	375.4	165.3	8	62	Positive
		201.2		16	
氯苯沙明	304.3	180.1	2	28	Positive



		215.2		12	
--	--	-------	--	----	--

● 样品溶液的配制：

样品溶液：称取 0.5 g 样品（精确到 0.0001 g）于 15 mL 离心管中，用 1 %三氯乙酸溶液定容至 10 mL，超声提取 20 min，准确移取 5 mL 提取液,加入 5 mL 水混匀后做待净化液。

Welchrom® P-SCX 固相萃取柱（60 mg/3 mL），用 3 mL 甲醇，3 mL 水活化。

待净化液液过柱，弃去。

依次用 3 mL 水、3 mL 甲醇淋洗，弃去，抽干。

依次用 5mL 5%氨水甲溶液，洗脱并收集。

洗脱液于 40℃下氮吹至干，准确加入 1 mL 0.1 %甲酸水溶液含 5 mmol/L 甲酸铵-甲醇溶液（80+20）溶解残渣，过 0.22μm 滤膜，上机分析。

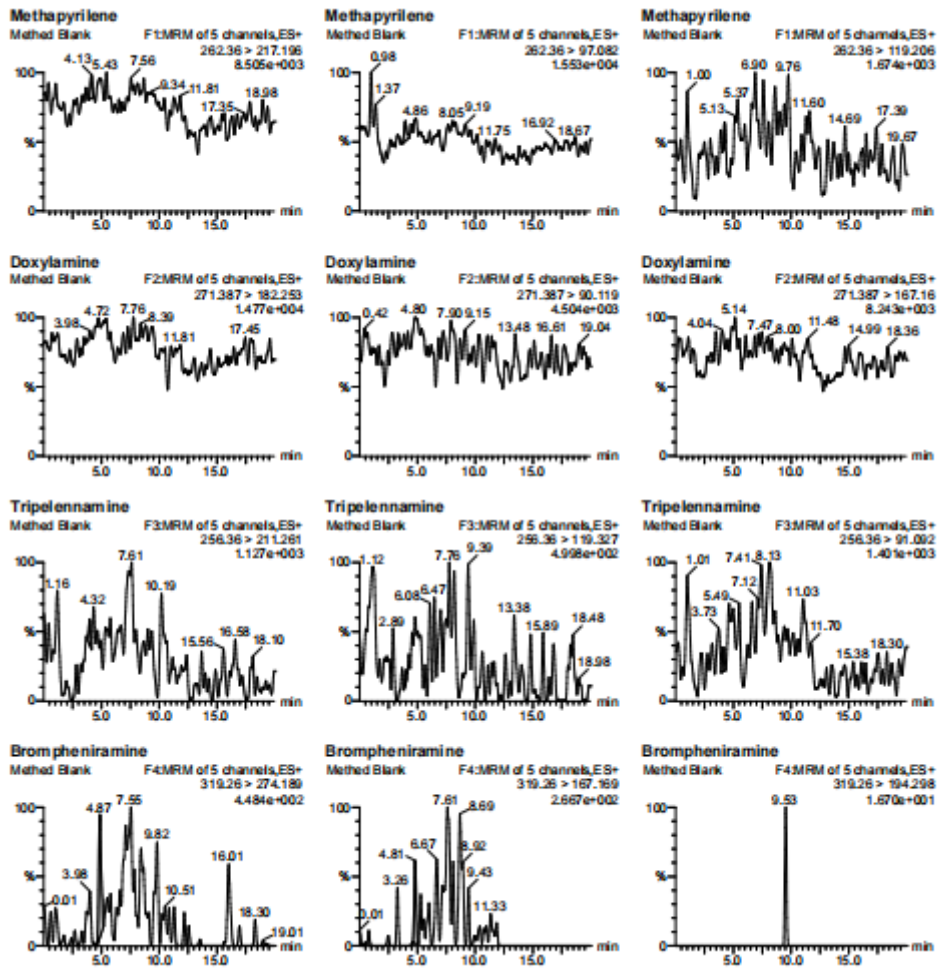
共测试过程空白、样品本底、空白加标、样品加标 1、样品加标 2、基质曲线。回收率满足要求。

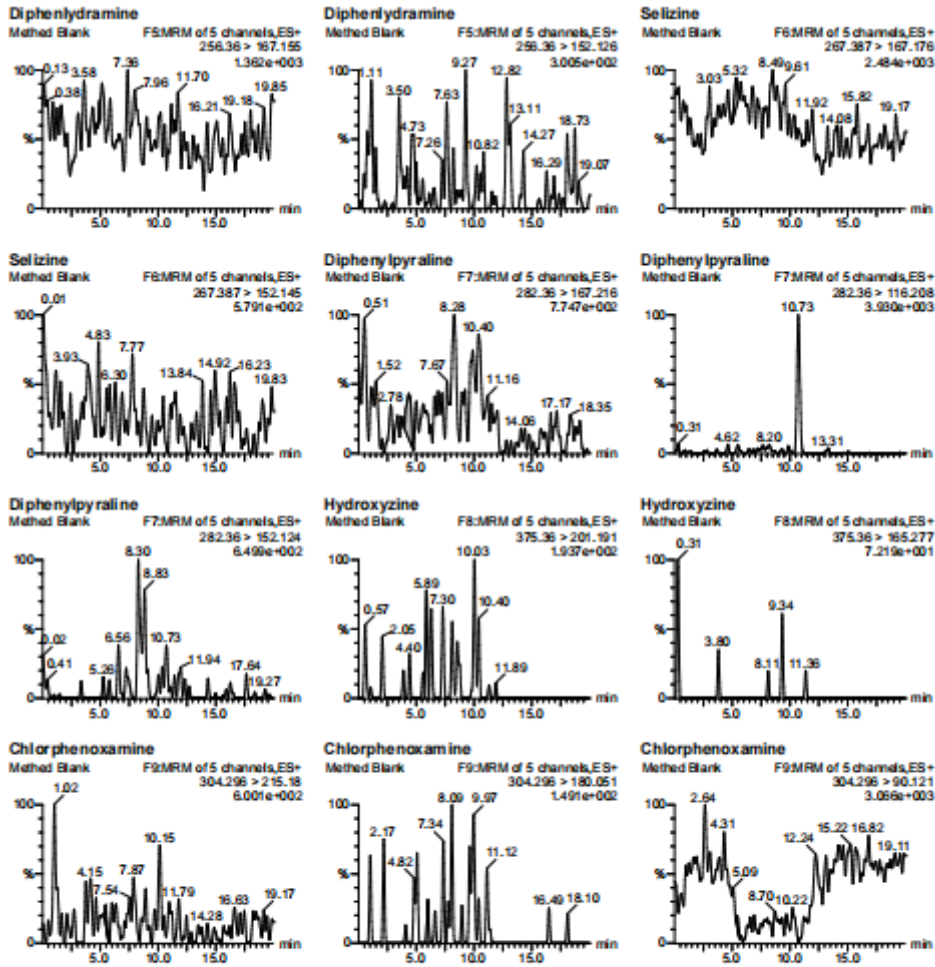
谱图和数据

(1) 空白



Name: 20230421013, Date: 21-Apr-2023, Time: 17:21:40, Description: Methed Blank, Conditions:



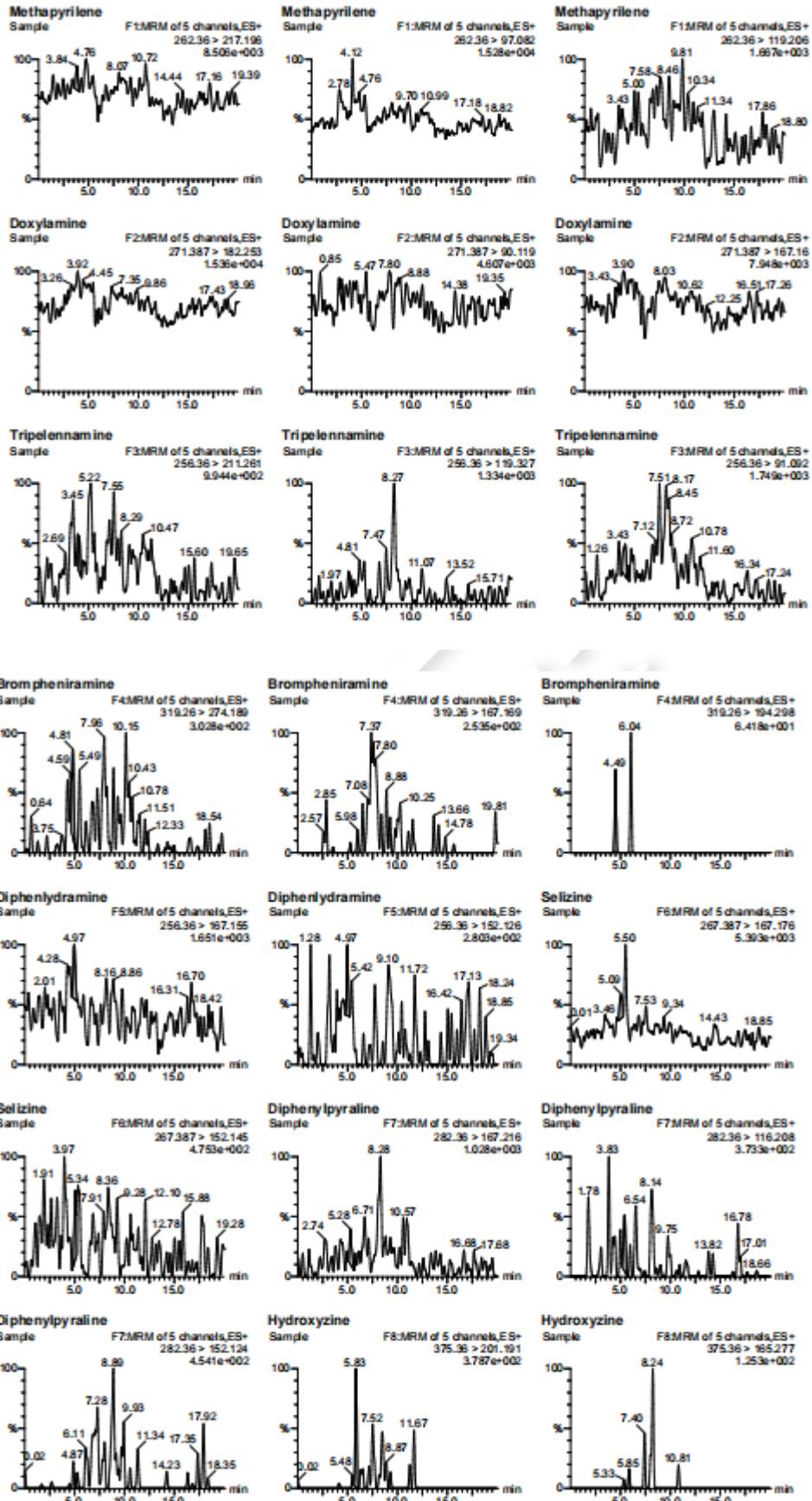


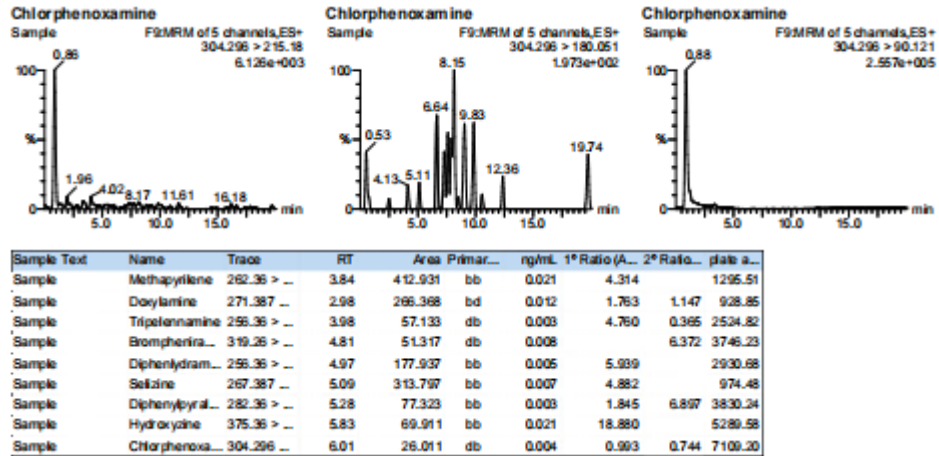
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio(A...	2° Ratio...	plate a...
Methed Blank	Methapyrlene	262.36 > ...	4.13	283.469	bb	0.014	0.498	7.695	1981.86
Methed Blank	Doxylamine	271.387 ...	3.20	124.072	db	0.005	1.477	1.031	2217.99
Methed Blank	Tripelenamine	256.36 > ...	3.98	34.352	bb	0.002	4.257	0.892	2361.86
Methed Blank	Bromphenira...	319.26 > ...	4.87	94.452	bb	0.014	3.009		3612.88

Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio(A...	2° Ratio...	plate a...
Methed Blank	Diphenhydram...	256.36 > ...	5.01	32.281	bd	0.001	2.910		11088...
Methed Blank	Selizine	267.387 ...	5.32	157.923	bb	0.004	40.913		2158.48
Methed Blank	Diphenylpyral...	282.36 > ...	4.34	119.848	MM	0.005		6.530	545.17
Methed Blank	Hydroxyzine	375.36 > ...	5.89	29.696	dd	0.009			4929.13
Methed Blank	Chlorphenoxa...	304.296 ...	5.46	13.885	MM	0.002	1.821	0.311	4991.48

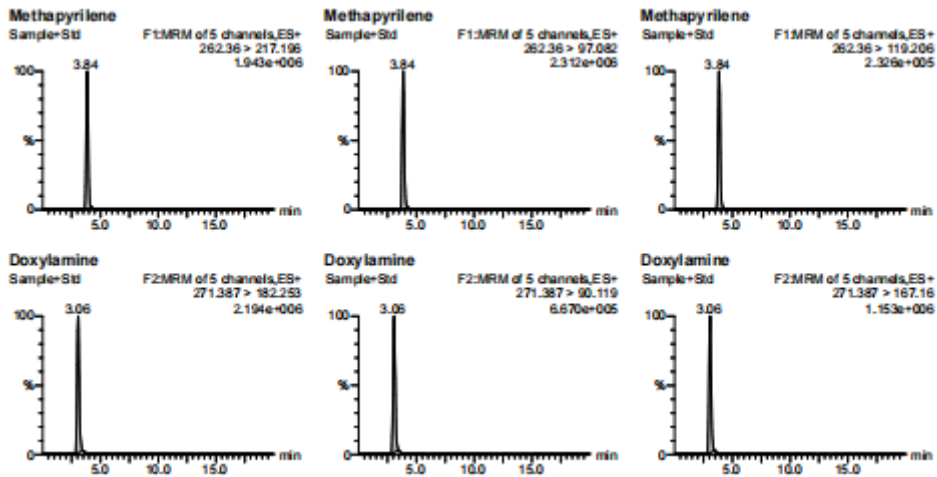
(2) 样品溶液

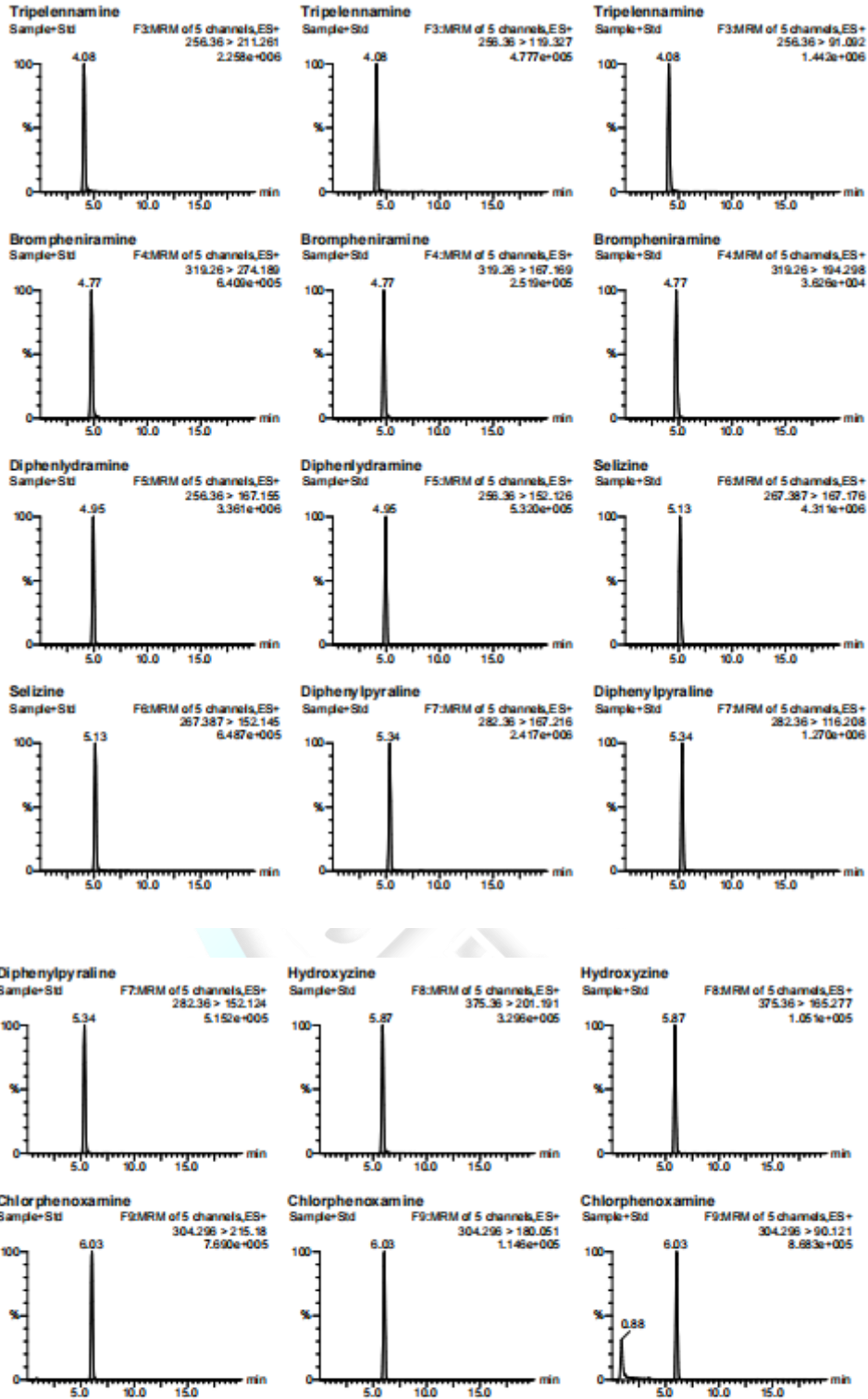






(3) 100 ng/mL 基质曲线

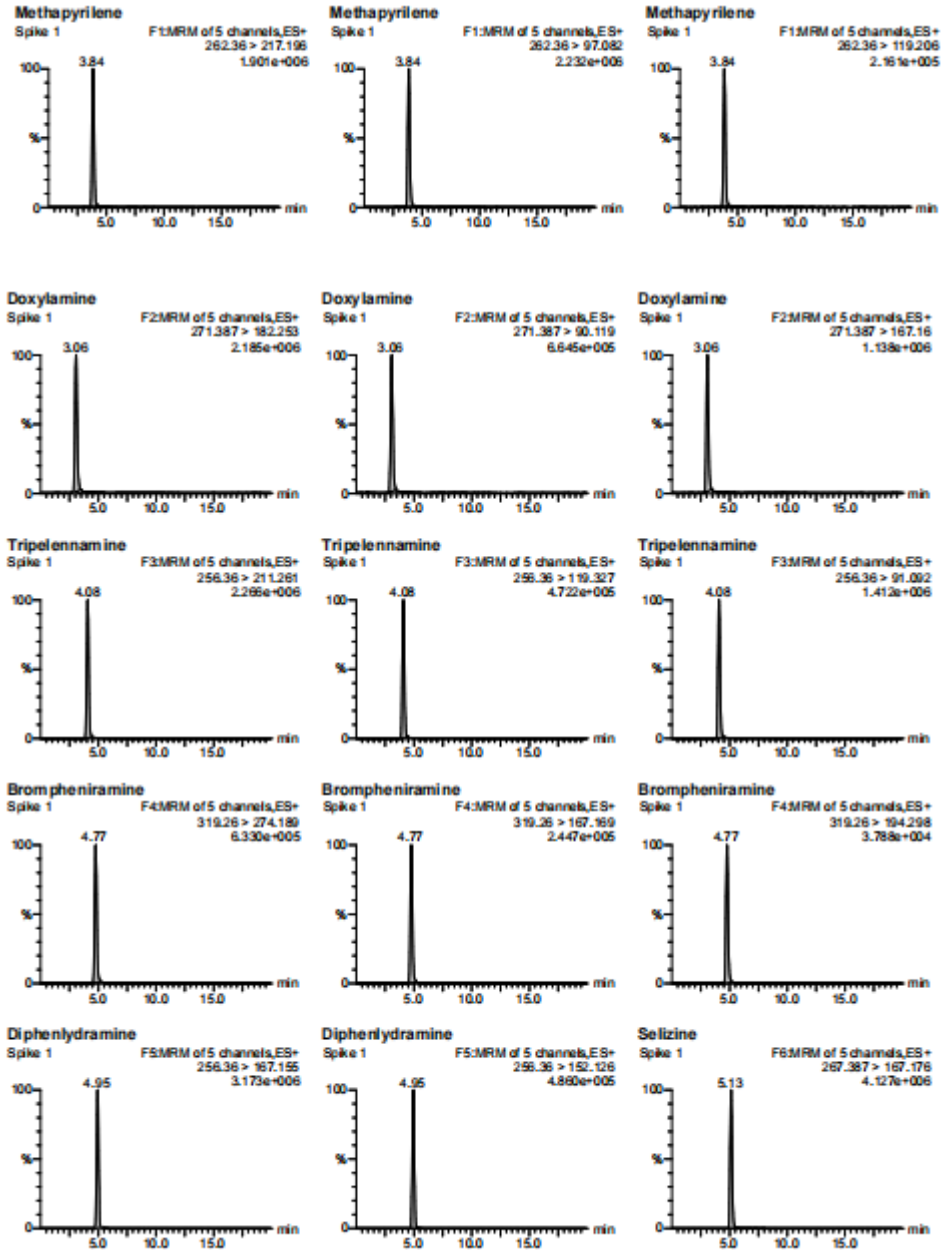


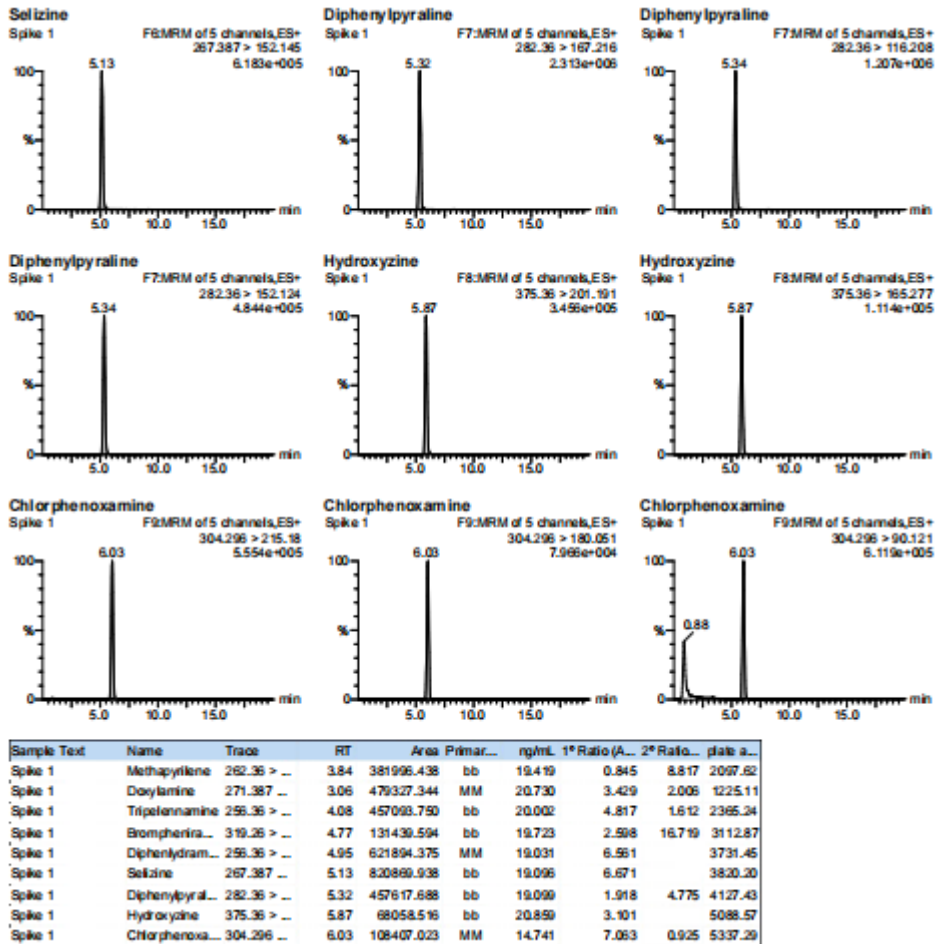


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1*Ratio(A...	2*Ratio...	plate a...
Sample+Std	Methapyllene	262.36 > ..	3.84	393426.281	bb	20.000	0.837	8.368	2099.39
Sample+Std	Doxylamine	271.387 > ..	3.06	462449.625	bb	20.000	3.286	1.911	1226.50
Sample+Std	Tripelennamine	256.36 > ..	4.08	457039.125	bb	20.000	4.730	1.571	2352.12
Sample+Std	Bromphenira...	319.26 > ..	4.77	133282.563	bb	20.000	2.547	17.486	3100.01
Sample+Std	Diphenhydram...	256.36 > ..	4.95	653556.938	bb	20.000	6.313		3617.95
Sample+Std	Selizine	267.387 > ..	5.13	859710.438	bb	20.000	6.636		3825.43
Sample+Std	Diphenylpyral...	282.36 > ..	5.34	479201.094	bb	20.000	1.910	4.698	4138.75
Sample+Std	Hydroxyzine	375.36 > ..	5.87	65255.734	bb	20.000	3.112		5067.63
Sample+Std	Chlorphenoxa...	304.296 > ..	6.03	147080.594	bb	20.000	6.684	0.886	5554.23



(4) 样品加标, 100 ng/mL。





● 结论：

使用 Welchrom® P-SCX 固相萃取柱（60 mg/3 mL）加标回收率为：多西拉敏、美沙比林、曲吡那敏、溴苯那敏、苯海拉明、塞克利嗪、二苯拉林、羟嗪、氯苯沙明回收率为：95.3%、95.6%、94.3%、89.3%、93.3%、88.3%、90.7%、97.3%、69.6%，柱加标回收率满足要求。

使用 Welchrom® P-SCX 固相萃取柱（60 mg/3 mL）检测化妆水中多西拉敏、美沙比林、曲吡那敏、溴苯那敏、苯海拉明、塞克利嗪、二苯拉林、羟嗪、氯苯沙明回收率为：103.7%、97.1%、100.0%、98.6%、95.2%、95.5%、95.5%、104.3%、73.7%，样品回收率满足要求。

日期: 2023/04/23

