

测试报告

样品信息			
样品名称	巯基乙酸等 8 种原料	样品性状	固体
收样日期	2024/04/28	测试期间	2024/07/26~07/31
测试成分及结构式			
巯基乙酸、甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、二硫代二甘醇酸二铵、巯基乙酸乙酯、巯基乙酸异丙酯、巯基乙酸丁酯、巯基乙酸异辛酯			
实验要求			
分离度满足要求			
参考方法			
标准			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
乙腈	色谱纯	月旭	
磷酸	/	泰坦	
仪器信息			
测试仪器	仪器型号		
高效液相色谱仪	赛默飞 U3000		

1. 试验过程

1.1. 色谱条件

色谱柱:	Xtimate [®] C18 (4.6×250mm,5μm)		
流动相:	0.05%磷酸溶液-0.05%磷酸的乙腈溶液		
流速:	1.0mL/min		
进样量:	20μL		
柱温:	30℃		
检测器:	UV		
检测波长:	210nm		
梯度程序 1	时间	A% (0.05%磷酸水)	B% (0.05%磷酸乙腈)

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

第 1 页 共 6 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

(1 组样品)	0.0	96	4
	10.0	96	4
	20.0	93	7
	20.1	75	25
	40.0	10	90
	40.1	0	100
	50.0	0	100
	50.1	96	4
	55.0	96	4
梯度程序 2 (2 组样品)	时间	A% (0.05%磷酸水)	B% (0.05%磷酸乙腈)
	0.0	50	50
	35.0	20	80
	40.0	20	80
	40.1	50	50
	45.0	50	50
注意事项	/		

1.2. 溶液配制

1.2.1. 流动相配制

流动相 A：移取 0.5mL 磷酸，加水至 1000mL，混匀即得；

流动相 B：移取 0.5mL 磷酸，加乙腈至 1000mL，混匀即得；

1.2.2. 样品配制

1.2.2.1 单标储备液

巯基乙酸、亚二巯基二乙酸单标标准储备溶液（1 g/L）：分别精密称取巯基乙酸、亚二巯基二乙酸各 0.10 g，分别置于不同的 100 mL 棕色容量瓶中，用乙腈水溶液（1+9）溶解并定容至刻度，摇匀，分别作为巯基乙酸、亚二巯基二乙酸单标标准储备溶液。临用现配。

甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、巯基乙酸乙酯和巯基乙酸异丙酯单标标准储备溶液（1 g/L）：精密称取甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、巯基乙酸乙酯和巯基乙酸异丙酯各 0.10 g，分别置于不同的 10 mL 棕色容量瓶中，用乙腈溶解并定容至刻度，摇匀；再分别精密吸取 1 mL 置于不同的 10



mL 棕色容量瓶中，用乙腈水溶液（1+9）定容至刻度，摇匀，分别作为甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、巯基乙酸乙酯和巯基乙酸异丙酯单标标准储备溶液。临用现配。

巯基乙酸丁酯和巯基乙酸异辛酯单标标准储备溶液（1 g/L）：精密称取巯基乙酸丁酯和巯基乙酸异辛酯各 0.10 g，分别置于不同的 100 mL 棕色容量瓶中，用乙腈溶解并定容至刻度，摇匀，分别作为巯基乙酸丁酯和巯基乙酸异辛酯单标标准储备溶液。临用现配。

1.2.2.2 混合标准液

I组混合标准储备溶液【巯基乙酸、甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、亚二巯基二乙酸、巯基乙酸乙酯和巯基乙酸异丙酯混合标准溶液（0.1 g/L）】：分别准确移取巯基乙酸、亚二巯基二乙酸单标标准储备溶液和甘油巯基乙酸酯、巯基乙酸甲酯、巯基乙酸乙酯和巯基乙酸异丙酯单标标准储备溶液各 5 mL 于同一 50 mL 棕色容量瓶中，用乙腈磷酸溶液（1+9）定容至刻度，摇匀，作为I组混合标准溶液。临用现配。

II组混合标准储备溶液【巯基乙酸丁酯和巯基乙酸异辛酯混合标准溶液（0.1g/L）】：分别准确移取巯基乙酸丁酯和巯基乙酸异辛酯单标标准储备溶液各 5 mL 置于同一 50 mL 棕色容量瓶中，用乙腈磷酸溶液（8+2）定容至刻度，摇匀，作为II组混合标准溶液。临用现配。

1.2.2.3 样品处理

测定除巯基乙酸丁酯和巯基乙酸异辛酯外的 6 种原料

称取化妆水 0.25 g 于 25 mL 具塞比色管中，加乙腈磷酸溶液（1+9）20 mL，涡旋处理 1 min 后，超声处理 15 min，再加乙腈磷酸溶液（1+9）定容至 25 mL，摇匀，以 10000 rpm 离心 5 min，取上清液作为待测溶液。

测定巯基乙酸丁酯和巯基乙酸异辛酯

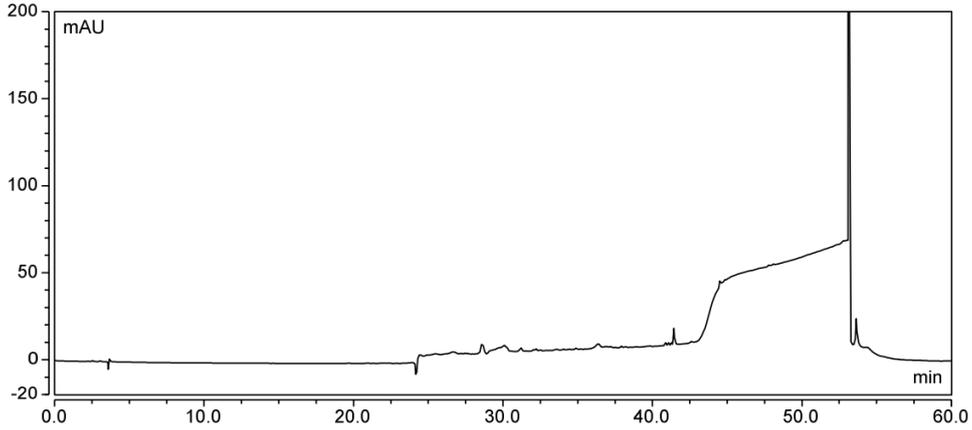
称取样品 0.25 g 于 25 mL 具塞比色管中，加乙腈磷酸溶液（8+2）20 mL，涡旋处理 1 min 后，超声处理 15 min，再加乙腈磷酸溶液（8+2）定容至 25 mL，摇匀，以 10000 rpm 离心 5 min，取上清液作为待测溶液。如果样品中原料含量超过标准曲线范围，可用乙腈磷酸溶液（8+2）适当稀释后进行测定。

注：样品处理需避光操作，样品溶液需在 24 小时内完成测定。

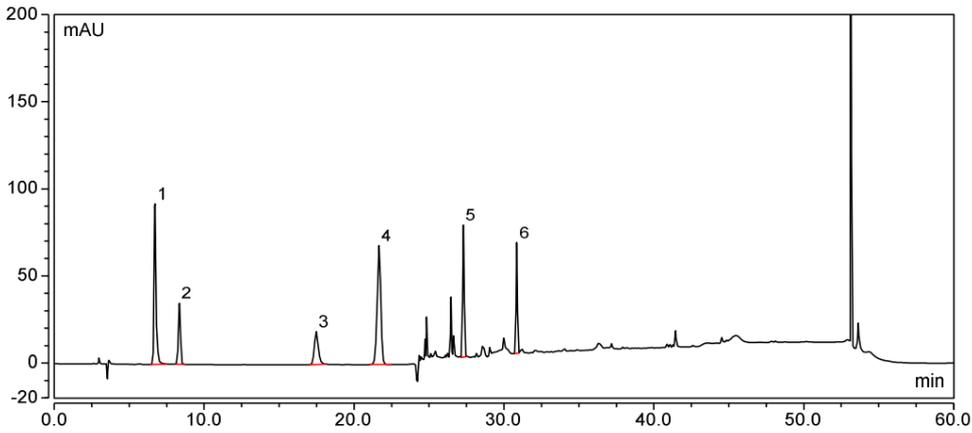
2. 谱图和数据

（1）I组空白



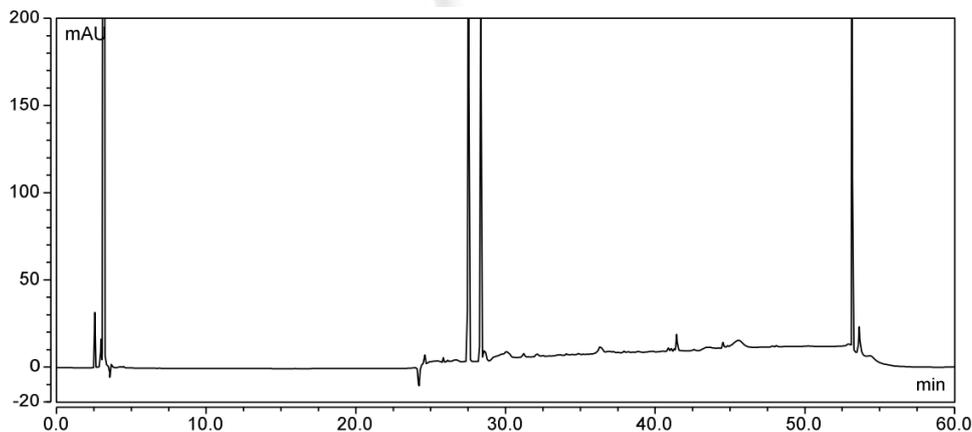


(2) I组混标



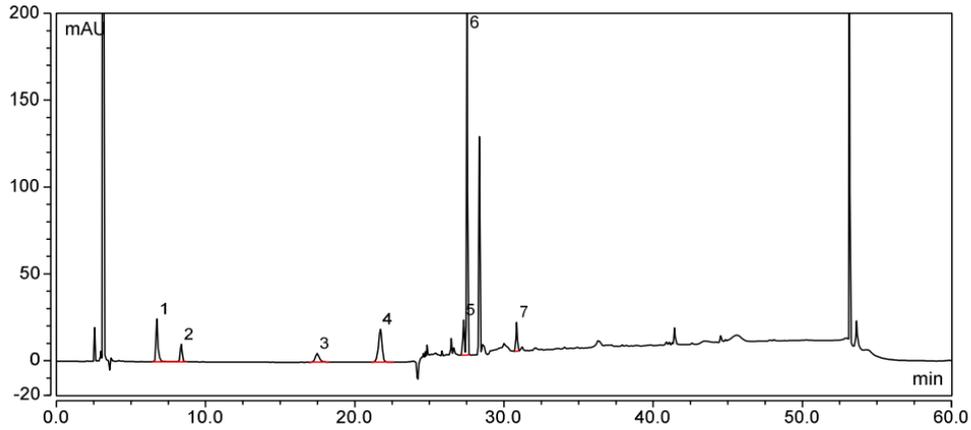
积分结果							
序号	名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	巯基乙酸	6.717	12.870	92.095	18889	7.20	1.52
2	甘油巯基乙酸酯	8.353	5.774	35.101	16500	24.99	0.97
3	巯基乙酸甲酯	17.478	5.875	18.894	21939	9.21	1.15
4	亚二巯基二乙酸	21.667	19.273	68.383	38796	18.81	0.97
5	巯基乙酸乙酯	27.298	7.794	75.924	463617	22.85	1.04
6	巯基乙酸乙丙酯	30.857	6.103	63.563	660462	n.a.	1.00
总和:			57.689	353.960	1220203.00	83.07	

(3) I组样品（化妆水）



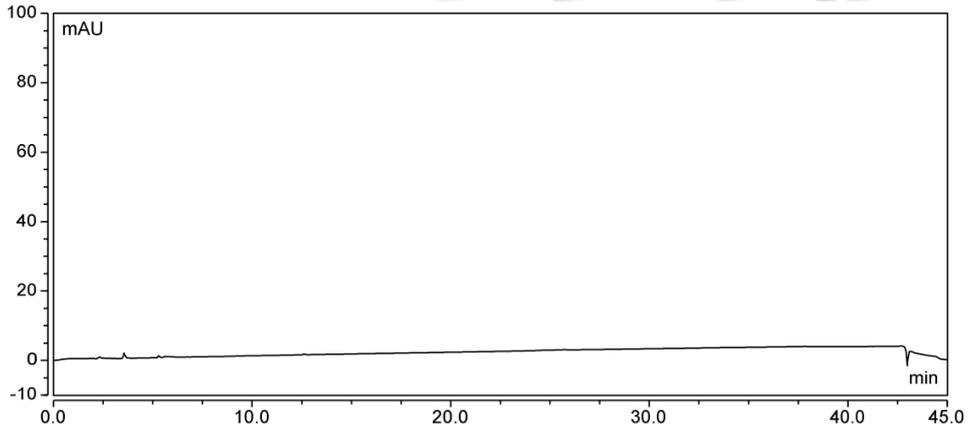
(4) I组样品+标



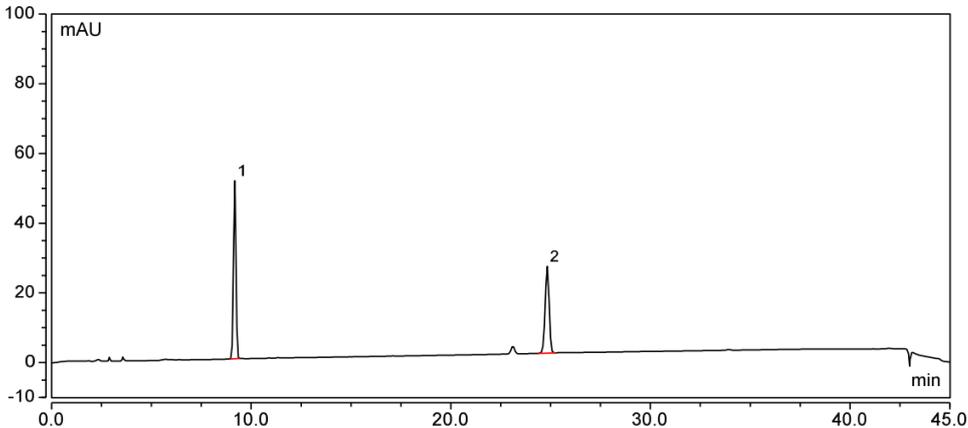


积分结果							
序号	名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	巯基乙酸	6.732	3.528	24.799	19479	7.63	1.52
2	甘油巯基乙酸酯	8.370	1.516	10.145	19839	25.78	0.95
3	巯基乙酸甲酯	17.488	1.596	5.119	21995	9.28	1.14
4	亚二巯基二乙酸	21.715	5.338	18.878	38680	18.57	0.92
5	巯基乙酸乙酯	27.298	2.064	20.195	458450	1.59	n.a.
6	n.a.	27.520	15.274	203.266	876482	24.72	0.98
7	巯基乙酸乙丙酯	30.855	1.603	16.561	651478	n.a.	1.00
总和:			30.918	298.964	2086403.00	87.58	

(5) II组空白

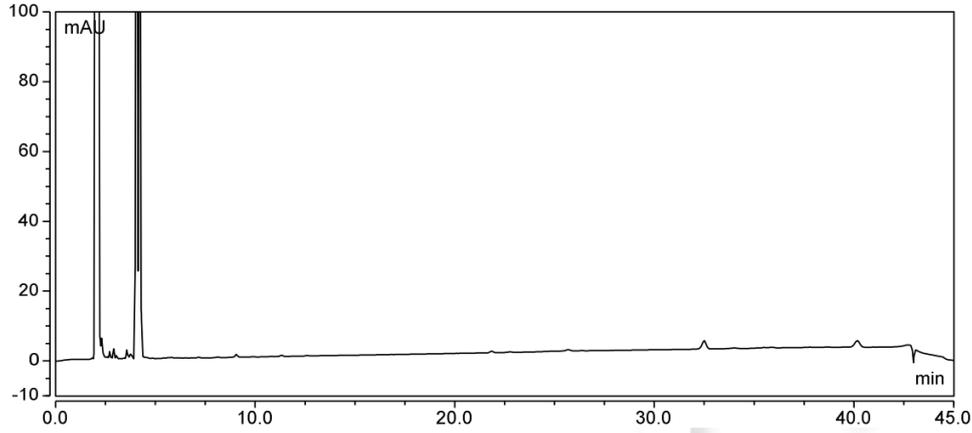


(6) II组混标

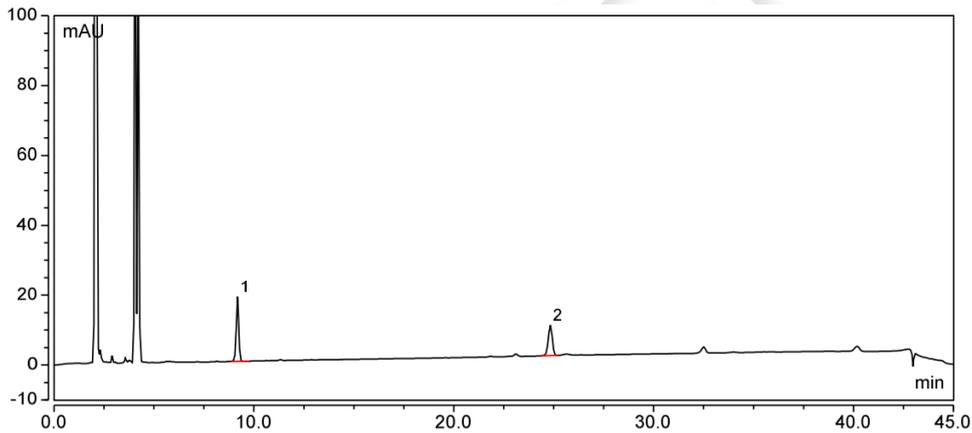


积分结果							
序号	名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	巯基乙酸异丁酯	9.178	6.978	51.018	28778	54.33	0.96
2	巯基乙酸异辛酯	24.832	5.685	24.866	75544	n.a.	0.94
总和:			12.663	75.884	104322.00	54.33	

(7) II组样品（化妆水）



(8) II组样品+标



积分结果							
序号	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	巯基乙酸异丁酯	9.185	2.566	18.478	29263	54.28	0.90
2	巯基乙酸异辛酯	24.837	2.008	8.707	74719	n.a.	0.92
总和:			4.574	27.185	103982.00	54.28	

3. 结论

使用客户 Xtimate® C18 (4.6×250mm,5µm) 色谱柱按照标准方法进行测试, 分离度 1.5 以上, 可满足要求。

