

测试报告

样品信息			
样品名称	/	项目编号	20240725-709
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2024/08/26	测试期间	2024/09/06-2024/09/18
标样信息			
名称	规格	数量	
聚六亚甲基双胍盐酸盐 (PHMB)	20 %	20 mL	
实验要求			
验证方法可行性			
参考方法			
客户			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
甲酸	AR	阿拉丁	
磷酸氢二钠	AR	阿拉丁	
柠檬酸三钠	AR	阿拉丁	
盐酸	AR	沪试	
乙酸铵	AR	阿拉丁	
甲醇	HPLC	月旭	
冰乙酸	AR	沪试	
乙腈	HPLC	月旭	
仪器信息			
仪器厂家		仪器型号	
赛默飞		U3000	

1. 试验过程

1.1. 色谱条件

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 10

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



色谱柱	Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm,3 μm)		
流动相	A:20 mmol/L 乙酸铵 (pH=4.0) : 乙腈=84:16;		
柱温	30°C		
检测器	UV		
波长	235 nm		
流速	1 mL/min		
进样量	20 μL		
参考色谱条件	时间/min	A/%	B/%
	0.0	100	0
	30	100	0

1.3. 溶液配制

1.3.1. 溶液配制:

20 mmol/L 乙酸铵 (pH=4.0) : 取乙酸铵 1.55 g, 加纯水 1000 mL 溶解, 用冰乙酸调节 pH 至 4.00;

流动相 A: 取 840 mL 20 mmol/L 乙酸铵 (pH=4.0) 加入 160 mL 乙腈混合均匀, 抽滤过 0.45 μm 滤膜即得;

25 mmol/L 柠檬酸三钠缓冲溶液 (pH=5.01) : 取柠檬酸三钠 7.4 g, 加纯水 1000 mL 溶解, 用盐酸调节 pH 至 5.01, 摇匀, 备用;

5%甲酸-甲醇溶液: 取甲酸 2.5 mL 至 50 mL 容量瓶中, 加甲醇定容至刻度线, 混匀, 待用;

1.3.2. 标准溶液配制:

(1) 聚六亚甲基双胍盐酸盐 (PHMB) 标准溶液 (1 mg/mL) : 准确称取 20% 聚六亚甲基双胍盐酸盐 (PHMB)

溶液 50 mg, 用水定容至 10 mL;

(2) 聚六亚甲基双胍盐酸盐 (PHMB) 标准溶液 (0.1 mg/mL) : 吸取聚六亚甲基双胍盐酸盐 (PHMB) 标

准溶液 (1 mg/mL) 1 mL 至 10 mL 容量瓶, 用水定容至刻度线;

1.4 样品溶液:

备用液:

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



样品空白：准确量取 40 mL 护理液样品；

样品空白：准确量取 40 mL 护理液样品；

样品加标 1：准确量取 40 mL 护理液样品加入聚六亚甲基双胍盐酸盐（PHMB）标准溶液（1 mg/mL）0.1 mL，
混匀待用；

样品加标 2：准确量取 40 mL 护理液样品加入聚六亚甲基双胍盐酸盐（PHMB）标准溶液（1 mg/mL）0.1 mL，
混匀待用；

方法空白：1 mL 纯水；

方法加标：聚六亚甲基双胍盐酸盐（PHMB）标准溶液（0.1 mg/mL）1 mL；

Agilent Bond Elut CBA 固相萃取小柱 500 mg/ 3 mL:

活化：6 mL 甲醇、3 mL 纯水；

上样：取备用液分别过 Agilent Bond Elut CBA 固相萃取小柱；

淋洗：6 mL 25 mmol/L 柠檬酸三钠缓冲溶液（pH=5.01），抽干；

洗脱：4 mL 5% 甲酸-甲醇溶液；

收集全部洗脱液于 15 mL 离心管中，于 40 °C 水浴下氮吹至干，用 0.5 mL 纯水溶解，过 0.22 μm 滤膜，待上机。

1.5 样品：

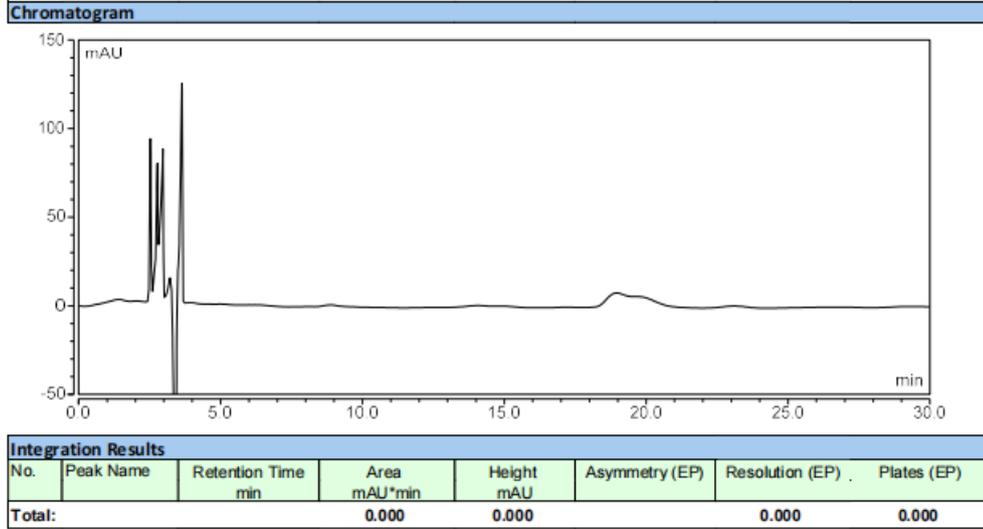
样品空白、样品加标 1、样品加标 2、方法空白、方法加标、样品后加标

样品后加标在氮吹前加入聚六亚甲基双胍盐酸盐（PHMB）标准溶液（1 mg/mL）0.1 mL；

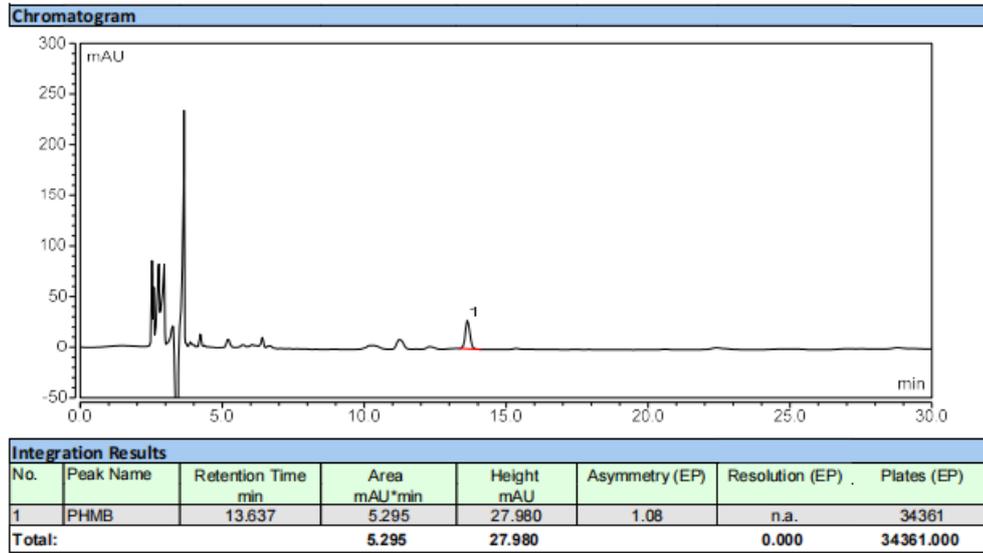
2 谱图与结果：

(1) 方法空白：



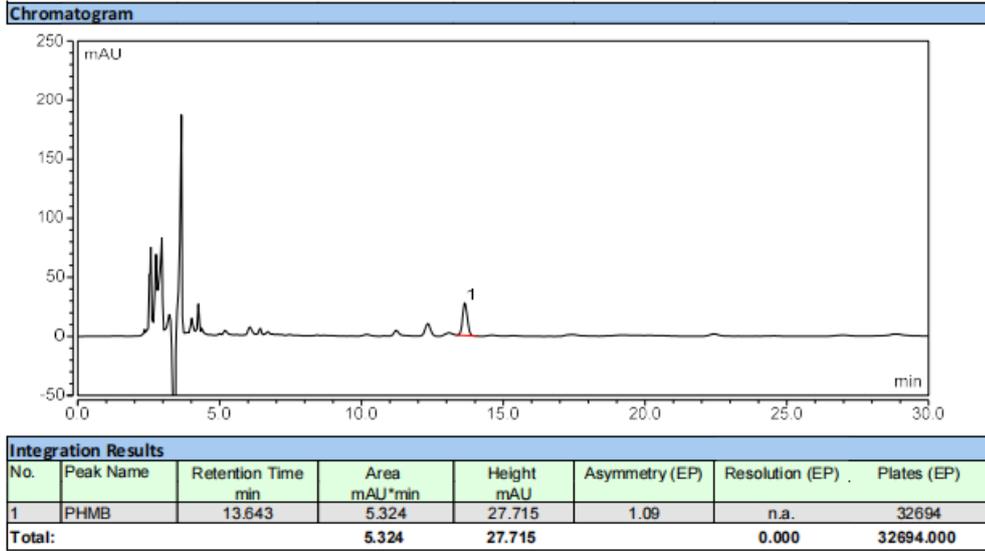


(2) 方法加标:

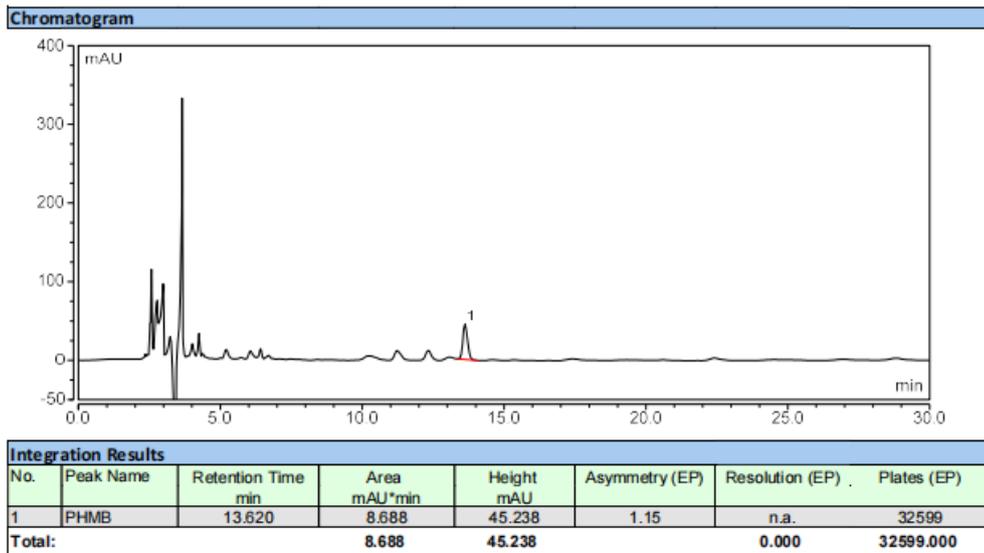


(3) 样品空白:



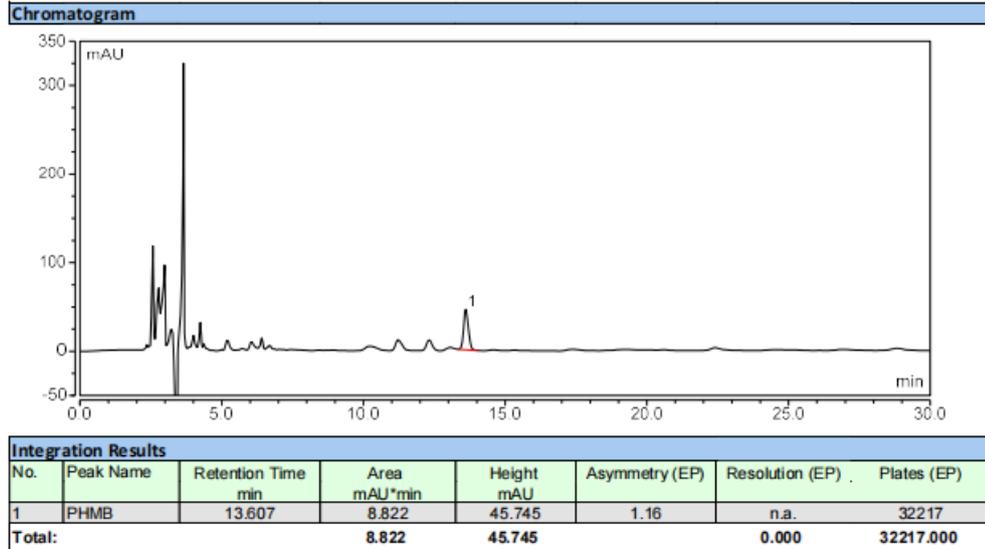


(4) 样品加标 1:

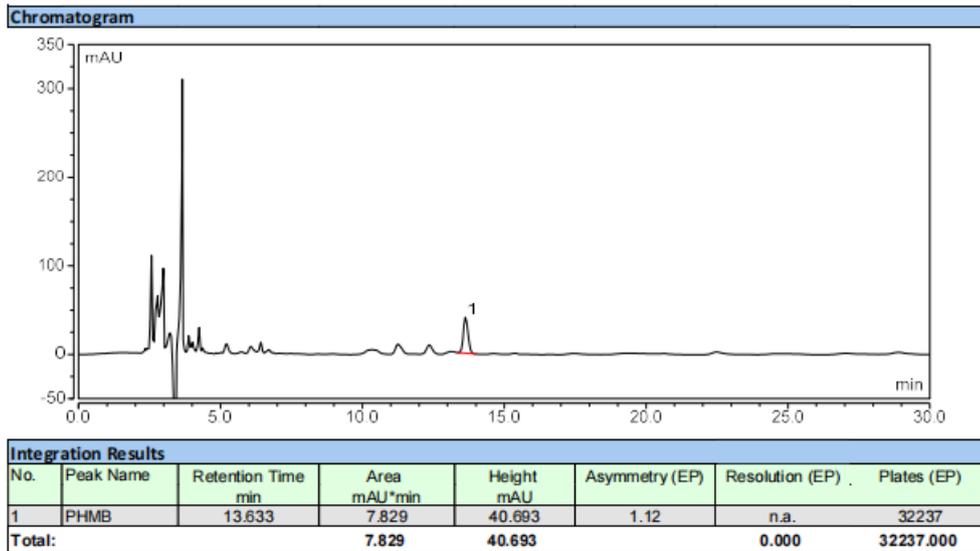


(5) 样品加标 2:



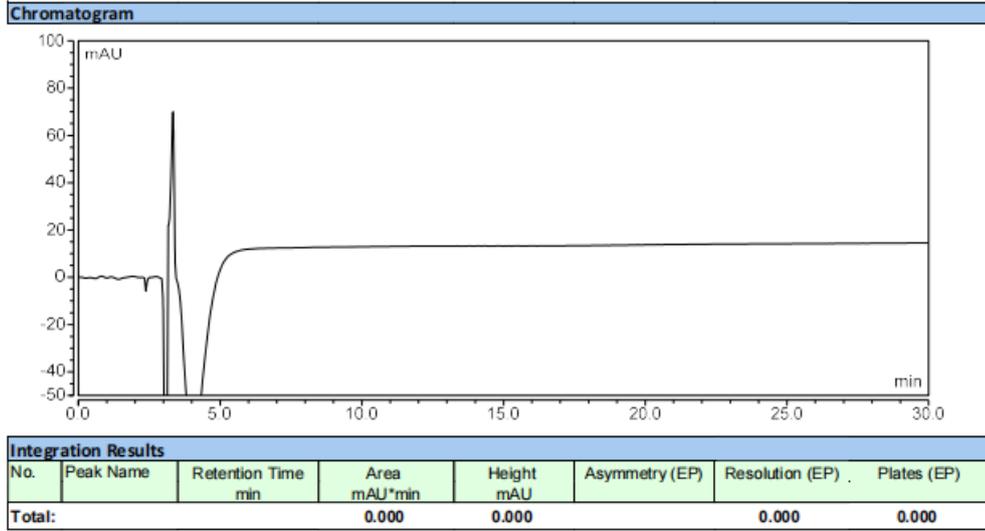


(6) 样品后加标溶液:

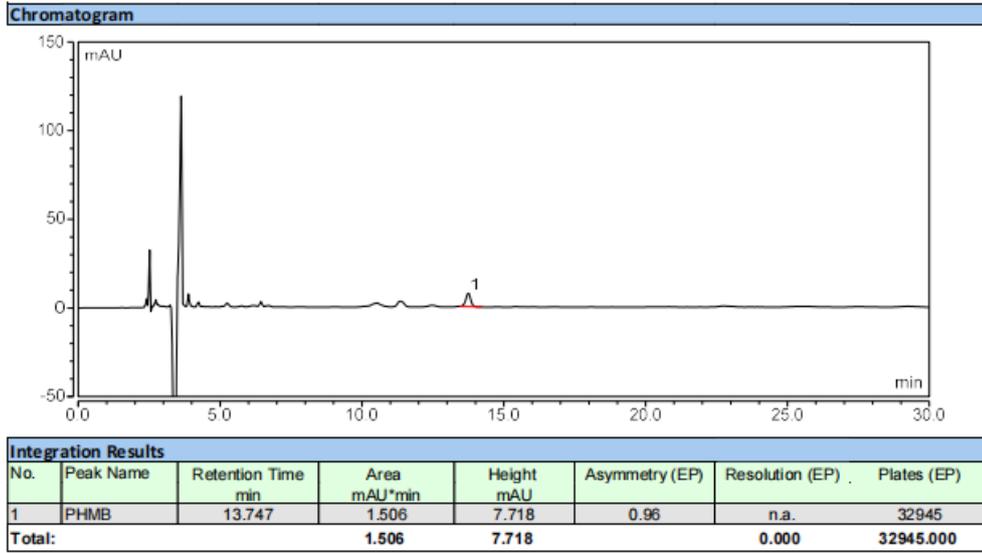


(7) 空白溶液:



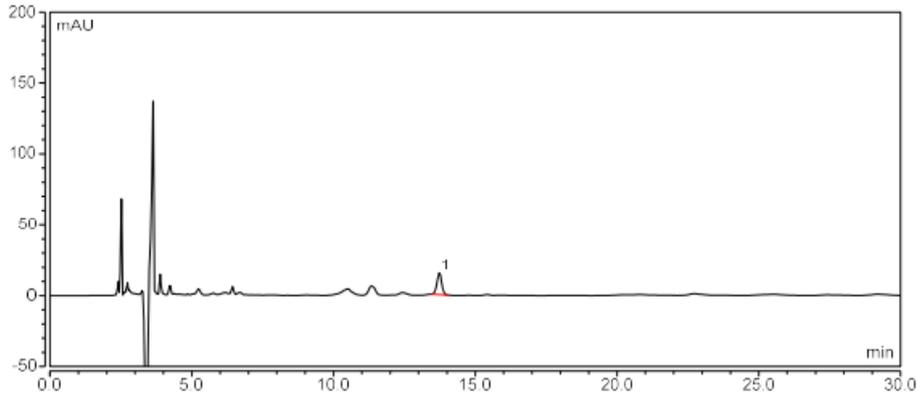


(8) 50 mg/L 标准上机溶液:



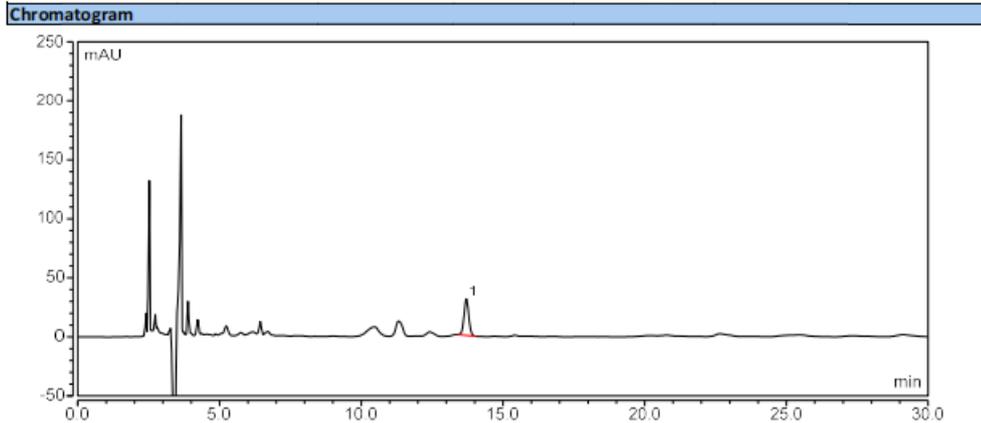
(9) 100 mg/L 标准上机溶液:





Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	PHMB	13.733	2.983	15.466	0.97	n.a.	33268
Total:			2.983	15.466		0.000	33268.000

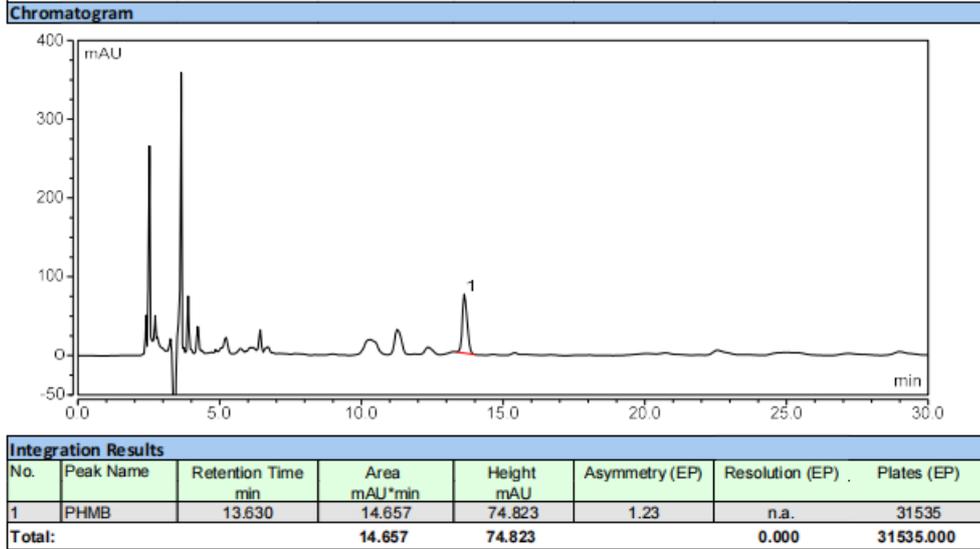
(10) 200mg/L 标准上机溶液:



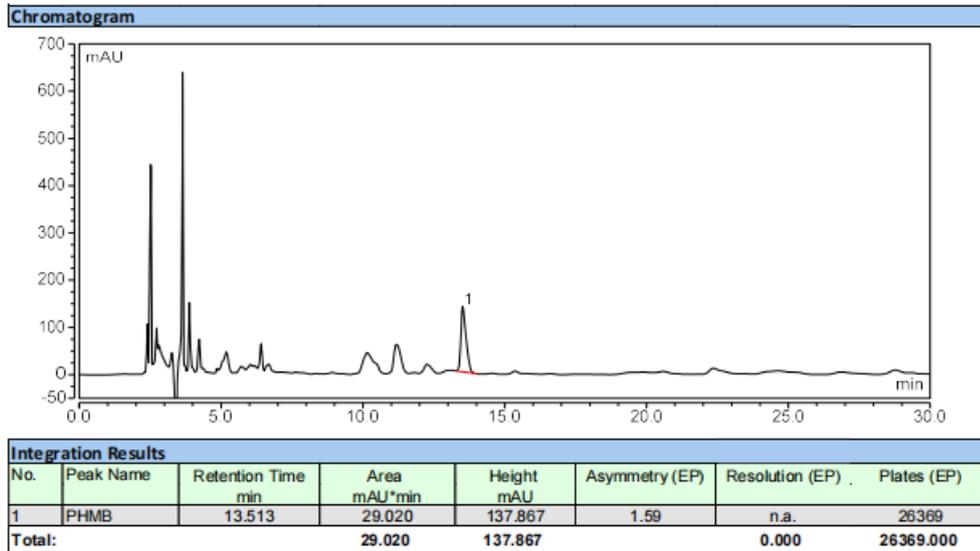
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	PHMB	13.703	5.936	30.875	1.04	n.a.	33359
Total:			5.936	30.875		0.000	33359.000

(11) 500 mg/L 标准上机溶液





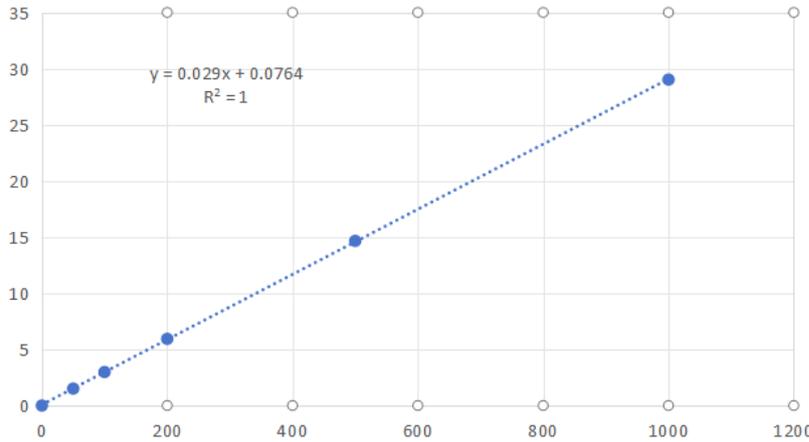
(12) 1000 mg/L 标准上机溶液



2.1 标准曲线:

$$y = 0.029x + 0.0764, R^2 = 1$$





2.2 结果:

No.	Injection Name	Ret.Time min UV_VIS_1 PHMB	Area mAU*min UV_VIS_1 PHMB	Height mAU UV_VIS_1 PHMB	Amount UV_VIS_1 PHMB	Rel.Area % UV_VIS_1 PHMB	Peak Type UV_VIS_1 PHMB
1	0 ppm	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
2	50 ppm	13.747	1.506	7.718	48.277	100.00	BMB*
3	100 ppm	13.733	2.983	15.466	99.286	100.00	BMB*
4	200 ppm	13.703	5.936	30.875	201.277	100.00	BMB*
5	500 ppm	13.630	14.657	74.823	502.515	100.00	BMB*
6	1000 ppm	13.513	29.020	137.867	998.645	100.00	BMB*
7	方法空白	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
8	方法加标	13.637	5.295	27.980	179.139	100.00	BMB*
9	样品空白	13.643	5.324	27.715	180.153	100.00	BMB*
10	样品加标1	13.620	8.688	45.238	296.345	100.00	BMB*
11	样品加标2	13.607	8.822	45.745	300.963	100.00	BMB*
12	样品后加标	13.633	7.829	40.693	266.685	100.00	BMB*

3 结论:

使用月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 3 μm) 色谱柱, 准确移取样品护理液 40 mL, 经前处理净化, 以 1.7 所绘制标准曲线计算方法加标含量为 179.1 mg/L、样品空白含量为 180.153 mg/L、样品加标 1 含量为 296.345 mg/L、样品加标 2 含量为 300.963 mg/L、样品后加标含量为 266.685 mg/L, 此计算结果未折算为样品溶液含量。

方法加标回收率为 89.6%, 符合回收率要求;

样品加标 1、样品加标 2 回收率为: 58.1%、60.4%;

样品后加标回收率 43.3%;

样品加标回收率偏低, 疑似基质干扰问题。

报告人:Chilli

审核人:Tim

日期: 2024/08/30

