

四环素、红霉素、头孢氨苄 分析报告

——华中科技大学

一、检测方法：

福立公司提供。

二、客户要求：

建立一个分析方法，可以同时检测四环素、红霉素和头孢氨苄，且能精确检测到 1mg/L。

三、方法原理

试样经反相液相色谱分离，紫外检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，面积外标法定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯

4.1.2 磷酸二氢钾：分析纯

4.1.3 磷酸氢二钾：分析纯

4.1.4 磷酸：优级纯

4.1.5 水：纯净水

4.2 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪：LC5090 液相色谱仪（含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器）

五、样品制备

5.1 分别称取适量四环素、红霉素和头孢氨苄，其中四环素和红霉素用甲醇溶解，头孢氨苄用水溶解，再用水稀释，得到四环素 10 ug/mL、头孢氨苄 10 ug/mL、红霉素 1000 ug/mL 的混合溶液。

5.2 将 5.1 用水稀释 10 倍，得到四环素 1 ug/mL、头孢氨苄 1 ug/mL、红霉素 100 ug/mL 的混合溶液。

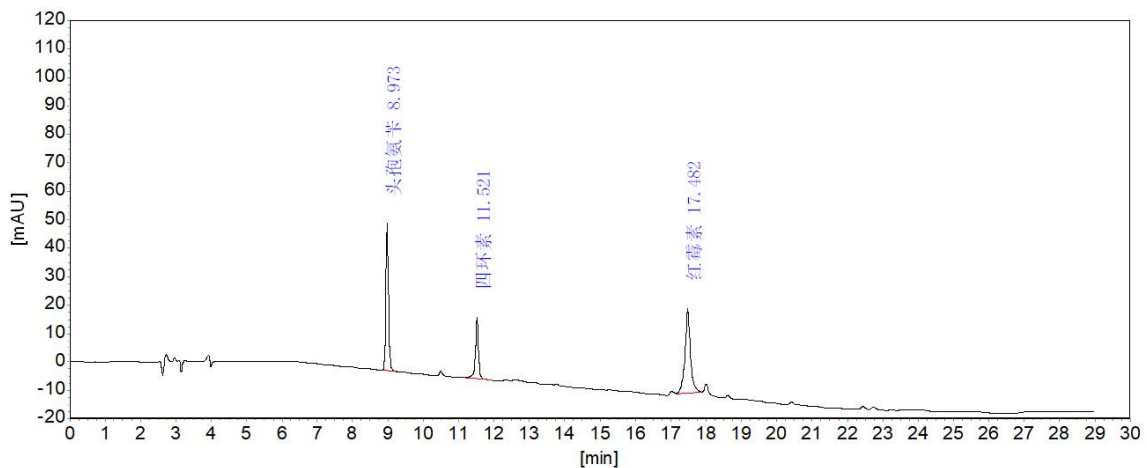
六、色谱条件

- a) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μ m
- b) 流动相: 流动相 A: 乙腈; 流动相 B: 0.0125mol/L 磷酸氢二钾+0.0125mol/L 磷酸二氢钾 (PH=6.5), 具体梯度见下表:
- c) 流速: 1.0 mL/min
- d) 检测器: UV 210 nm
- e) 柱温: 30 $^{\circ}$ C
- f) 进样量: 10 μ L

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0~16	10~50	90~50
16~20	50	50

七、样品典型谱图及结果

7.1 3 个混标典型谱图及结果 (四环素: 10ug/mL、头孢氨苄: 10ug/mL、红霉素: 1000ug/mL)



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	头孢氨苄	8.973	50711.4	267004.0
2	四环素	11.521	20615.1	127993.4
3	红霉素	17.482	28729.6	312552.2
			100056.1	707549.7

地址: 浙江省温岭市城东街道百丈南路95号

分析员: 黄燕

电话: 15657600108

邮编: 317500

审核:

日期: 2021. 1. 25

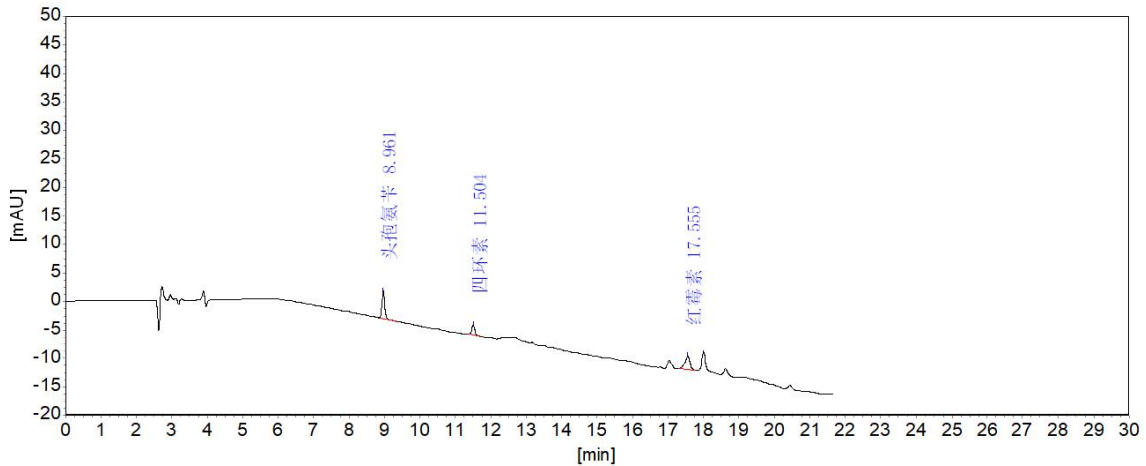
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	头孢氨苄	8.973	0.07897	0.0000	71528	0.000	1.150
2	四环素	11.521	0.08525	0.2840	101187	18.308	0.876
3	红霉素	17.482	0.14687	0.9482	78491	30.300	1.044

7.2 3个混标典型谱图及结果（四环素：1ug/mL、头孢氨苄：1ug/mL、红霉素：100ug/mL）



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	头孢氨苄	8.961	4872.7	25627.6
2	四环素	11.504	1831.9	10525.4
3	红霉素	17.555	2352.9	23927.8
			9057.5	60080.9

系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	头孢氨苄	8.961	0.07873	0.0000	71777	0.000	1.162
2	四环素	11.504	0.08532	0.2837	100725	18.290	1.001
3	红霉素	17.555	0.14527	0.9590	80899	30.965	0.865

说明:

- 1、由于红霉素紫外相应弱，无法达到 1ug/mL 的检测要求；
- 2、以上数据仅供参考，如有问题请电话联系。