

## 盐酸多西环素 分析报告

### 一、检测方法：

客户提供。

### 二、客户要求：

盐酸多西环素原料及可溶性粉重复性测试。

### 三、方法原理

试样经反相液相色谱分离，紫外检测器检测。

### 四、试剂和材料

#### 4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯

4.1.2 醋酸铵：分析纯

4.1.3 乙二胺四醋酸二钠：分析纯

4.1.4 三乙胺：分析纯

4.1.5 冰醋酸：分析纯

4.1.6 草酸铵：分析纯

4.1.7 N-N-二甲基甲酰胺：分析纯

4.1.8 磷酸氢二铵：分析纯

4.1.9 氨水：分析纯

4.1.10 水：娃哈哈纯净水

4.1.11 盐酸多西环素原料缓冲盐(0.25mol/L 醋酸铵溶液-0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠-三乙胺=100: 10: 1)：准确称取醋酸铵 9.64 g，乙二胺四醋酸二钠 1.68g，用 550mL 水溶解后，加入 5mL 三乙胺，用冰醋酸或氨水调节 PH=8.8,摇匀，用 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤，备用。

4.1.12 盐酸多西环素可溶性粉缓冲盐(0.05mol/L 草酸铵溶液-N-N-二甲基甲酰胺-0.2mol/L 磷酸氢二铵溶液=65: 30: 5)：准确称取草酸铵 2.00g，磷酸氢二铵 0.66g，用 350mL 水溶解后，用 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤，加入 150mLN-N-二甲基甲酰胺，摇匀，放冷后，用 40%的氨水溶液调节 PH=8.0，备用。

## 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 紫外检测器)

## 五、仪器条件

### 5.1 盐酸多西环素原料

- a) 色谱柱: NuovaSil C18-AQ, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5  $\mu\text{m}$
- b) 流动相: 乙腈: 盐酸多西环素原料缓冲盐(4.1.11)=15: 85
- c) 流速: 1.0 mL/min
- d) 柱温:35  $^{\circ}\text{C}$
- e) 进样量: 20  $\mu\text{L}$
- f) 检测器: UV 280 nm

### 5.2 盐酸多西环素可溶性粉

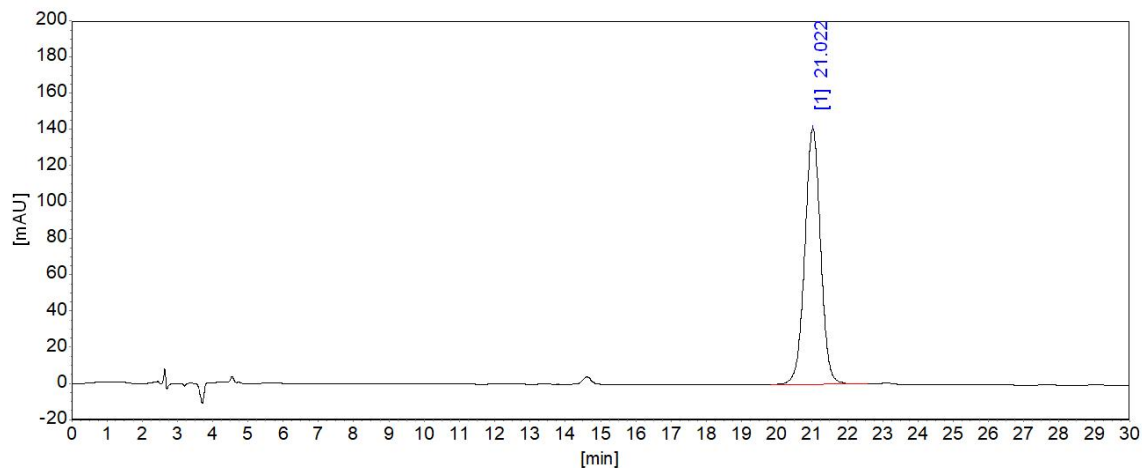
- a) 色谱柱: NuovaSil C18-AQ, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5  $\mu\text{m}$
- b) 流动相: 盐酸多西环素可溶性粉缓冲盐(4.1.12)
- c) 流速: 1.0 mL/min
- d) 柱温:35  $^{\circ}\text{C}$
- e) 进样量: 20  $\mu\text{L}$
- f) 检测器: UV 280 nm

## 六、样品制备

精密称取盐酸多西环素原料及可溶性粉, 用 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定容稀释制成每 1mL 中含有多西环素 0.1mg 的溶液, 过 0.45 $\mu\text{m}$  滤膜, 待进样。

## 七、分析结果

### 7.1 盐酸多西环素原料典型谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		21.022	141336.5	4390922.8	100.0000
总计:			<b>141336.5</b>	<b>4390922.8</b>	<b>100.0000</b>

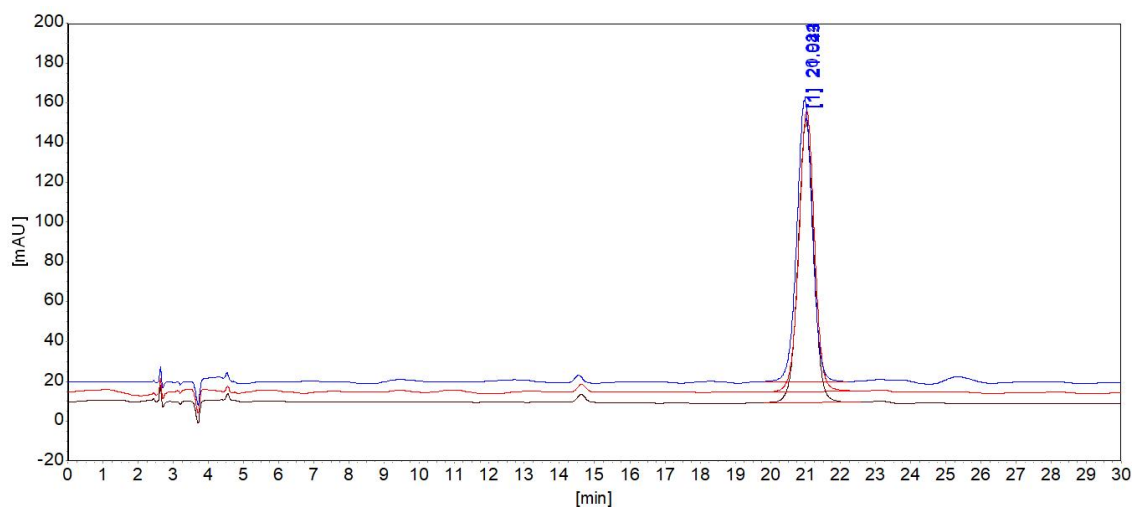
系统评价表

柱长: 150mm

死时间:

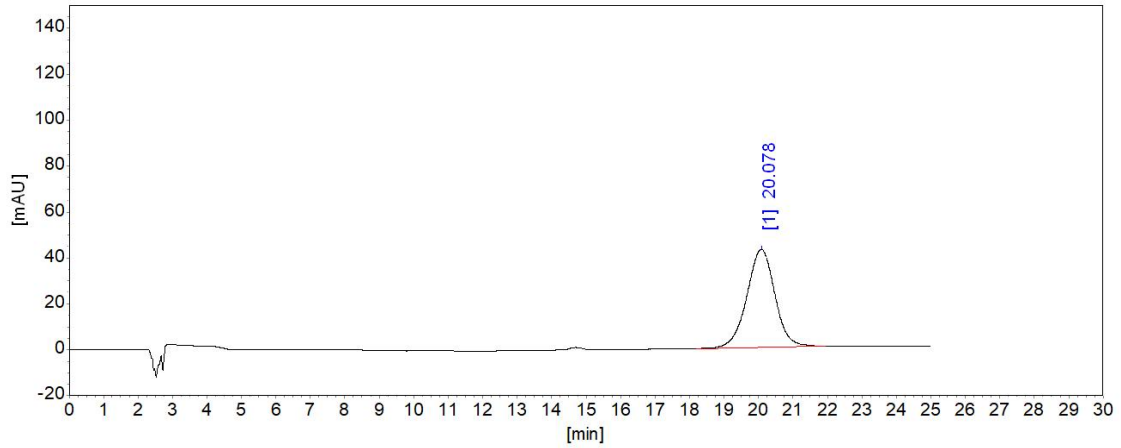
峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	有效 塔板	理论塔 板/米	有效塔 板/米	分离度	拖尾 因子
1		21.022	0.47115	0.0000	11029	0	73528	0	0.000	0.994

### 7.2 盐酸多西环素原料三针谱图及面积 RSD%数据



峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]
1		21.016	0.143	4377211.8	0.435	141346.5	0.141

### 7.3 盐酸多西环素可溶性粉典型谱图及结果



分析结果表

组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
	20.078	42728.0	2407317.7	100.0000
<b>总计:</b>		<b>42728.0</b>	<b>2407317.7</b>	<b>100.0000</b>

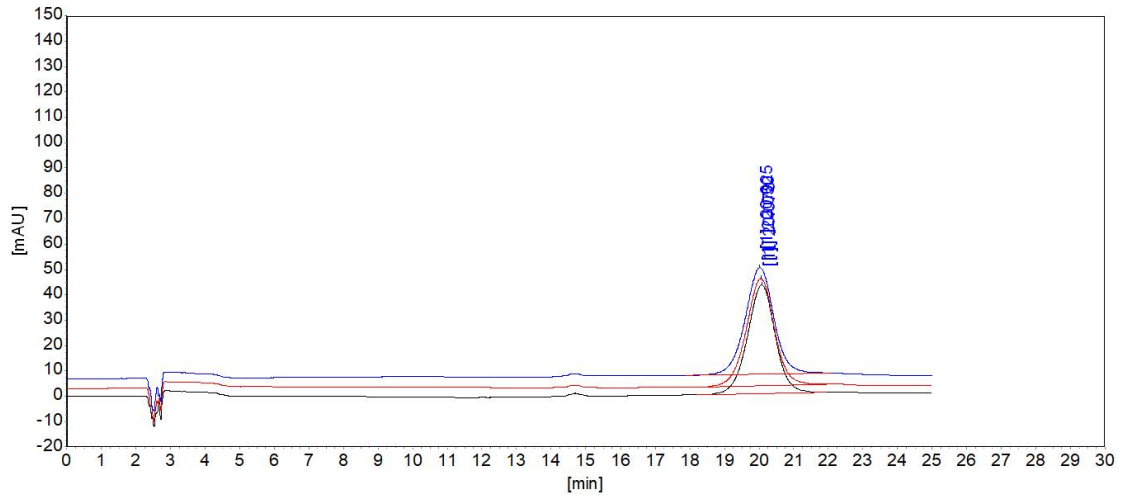
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	理论 塔板	拖尾 因子
1		20.078	0.85227	3075	0.986

### 7.4 盐酸多西环素可溶性粉三针谱图及面积 RSD%数据



峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]
1		20.051	0.132	2418516.7	0.418	42346.8	0.813

说明:

1. 以上数据仅供参考, 如有问题请电话联系。