

## 多拉菌素

### 1、适用范围

参考标准：《兽药质量标准 2017 版》

### 2、溶液的配制

1) 标准工作液：取多拉菌素对照品 10mg，于 100mL 容量瓶中，加甲醇 70mL 溶解，加水 5mL，混匀，再加甲醇稀释至刻度，摇匀，浓度为 0.1mg/mL

2) 对照品溶液（过柱）：精密称取 10mg 多拉菌素对照品至 10mL 容量瓶中，加二氯甲烷稀释至刻度。

3) 供试品溶液：

1、精密量取 20191007 批样品（100ml：1g）1mL 至 10mL 容量瓶中，加二氯甲烷 9mL 稀释，浓度为 1mg/mL。

2、精密量取 20200322 批样品（100ml：1g）1mL 至 10mL 容量瓶中，加二氯甲烷 9mL 稀释，浓度为 1mg/mL。

3、精密量取 20200509 批样品（100ml：1g）1mL 至 10mL 容量瓶中，加二氯甲烷 9mL 稀释，浓度为 1mg/mL。

4) 流动相：甲醇：乙腈：水=67:15:18

### 3、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Silica 500mg/6ml

活化：10ml 二氯甲烷过柱，弃去流出液

上样：准确移取 2.5ml 待净化液，弃去流出液

淋洗：正己烷 6.25ml，二氯甲烷 12.5ml，弃去流出液

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 邮编:201600

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编:321000

Tel:400-810-6969

E-mail:huilinzhou@welchmat.com

洗脱：加入 5mL 甲醇，收集流出液，收集于 25ml 量瓶中，加水 1.25ml，用甲醇定容至刻度，摇匀。

#### 4、色谱条件

色谱柱：月旭 Xtimate® C18，4.6×150mm，3μm

流动相：甲醇：乙腈：水=67:15:18

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：245nm

#### 5、色谱图或者加标回收率结果

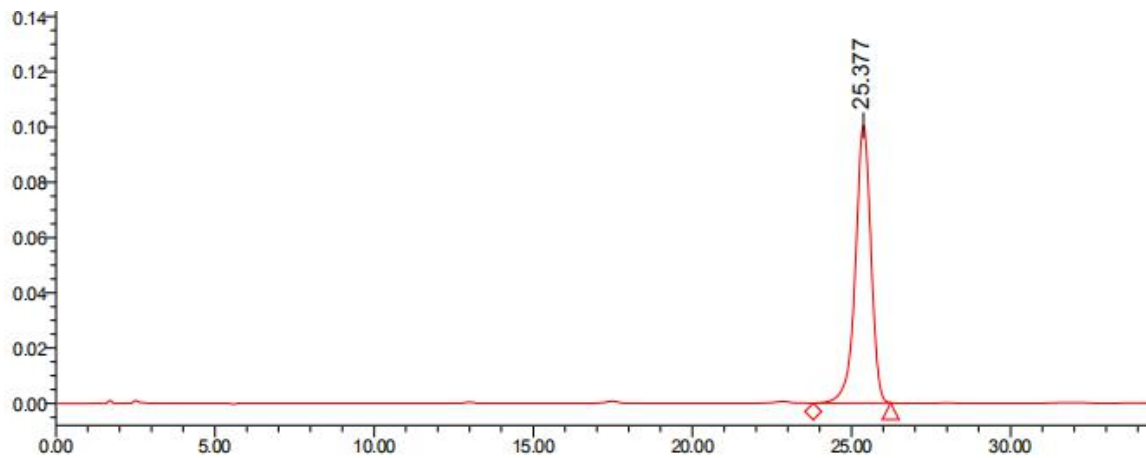


图 1.多拉菌素对照品 0.1mg/mL 标准图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	塔板数
		min	微伏*s	微伏	(USP)
1	多拉菌素	25.377	3410308	100460	13564

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 邮编:201600

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编:321000

Tel:400-810-6969

E-mail:huilinzhou@welchmat.com

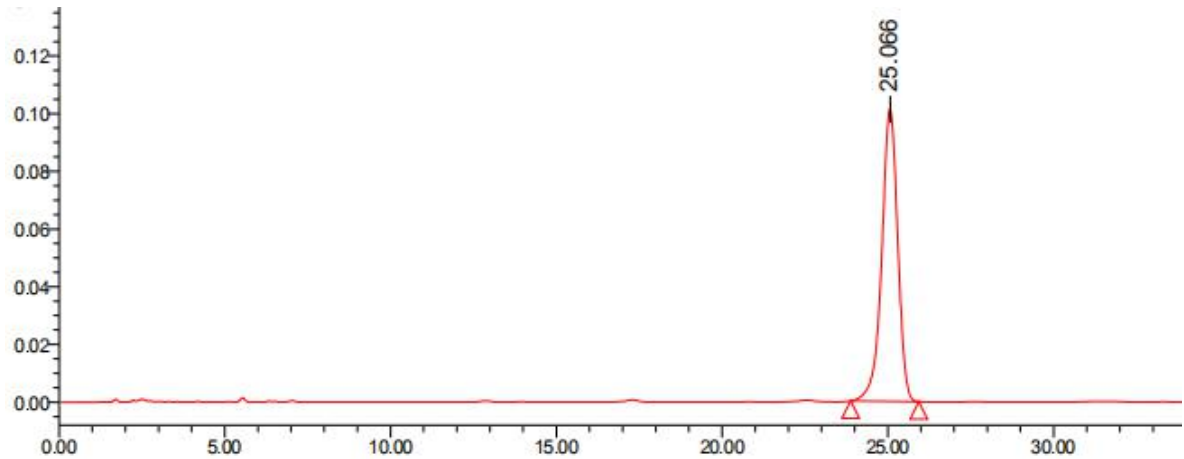


图 2. 多拉菌素对照品过柱图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	塔板数
		min	微伏*s	微伏	(USP)
1	多拉菌素	25.066	3403180	101244	13378

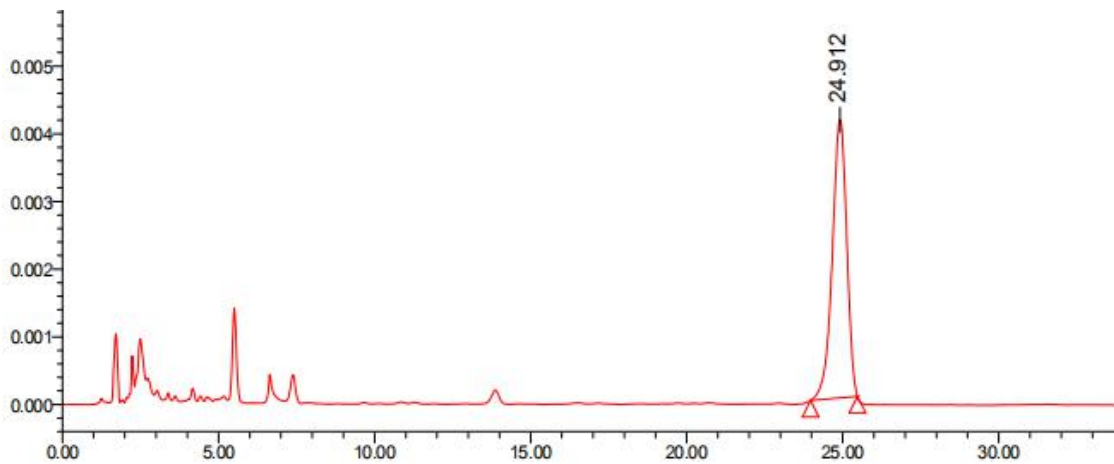


图 3. 20191007 批样品过柱图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	塔板数
		min	微伏*s	微伏	(USP)
1	多拉菌素	24.912	131756	4110	13914

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

邮编:201600

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编:321000

Tel:400-810-6969

E-mail:huilinzhou@welchmat.com

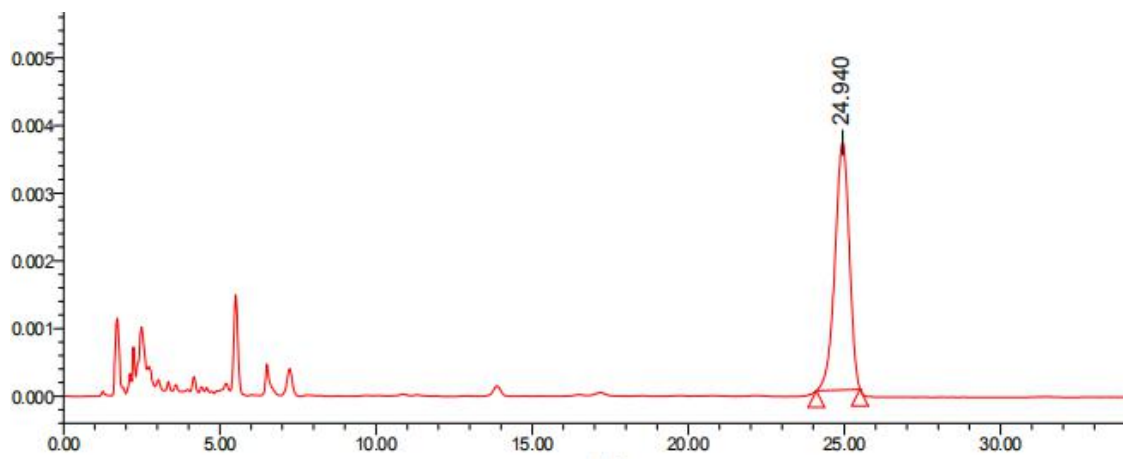


图 4. 20200322 批样品过柱图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	塔板数
		min	微伏*s	微伏	(USP)
1	多拉菌素	24.940	116575	3656	13954

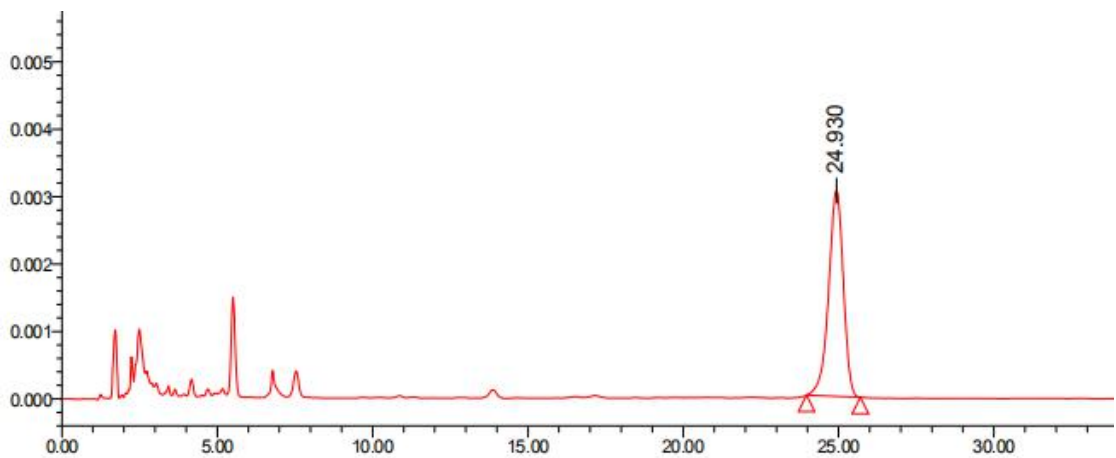


图 5. 20200509 批样品过柱图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	塔板数
		min	微伏*s	微伏	(USP)
1	多拉菌素	24.930	100483	3053	13520

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

邮编:201600

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编:321000

Tel:400-810-6969

E-mail:huilinzhou@welchmat.com

**表 1.回收表**

	名称	回收率%
1	多拉菌素对照品	99.8%
2	20191007 批样品	3.86%
3	20200322 批样品	3.41%
4	20200509 批样品	2.94%

## 6、结果与建议

- 1、多拉菌素对照品回收率=99.8%，符合标准要求。证明月旭 Welchrom® Silica 500mg/6ml 小柱做该方法合格。
- 2、三批样品回收率皆不满足要求。初步判断原因为注射液辅料引起，乙酸乙酯，苯酚，羟基茴香醚，丙二醇存在于硅胶上，硅胶改性极性变弱，目标物在硅胶上的保留变弱，用弱极性溶剂洗脱杂质的时候一起被洗脱下来。
- 3、建议：
  - 1、购买中国兽药杂志上的多拉菌素注射液，用该方法重现
  - 2、购买中国兽药杂志上的进口小柱，用该方法重现

### 报告签字

测试: 周慧琳

日期: 2020/05/28

审核: 陈再洁

日期: 2020/05/28

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 邮编:201600

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编:321000

Tel:400-810-6969

E-mail:huilinzhou@welchmat.com