

测试报告

样品信息			
样品名称	合成四环素	项目编号	SHGZL-20230505-006
样品批号	/	样品性状	黄色粉末
收样日期	2023/05/12	测试期间	2023/05/29-2023/06/06
标样信息			
名称	规格	数量	
5029-2	/	3	
5019-4	/	1	
5019-5	/	1	
5019-6	/	1	
实验要求			
要求出峰稳定，目标峰分离。能连续进样 15 针，确保出峰稳定柱效稳定。			
参考方法			
客户提供			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
甲酸	AR	国药	
乙腈	色谱纯	月旭	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
赛默飞	Thermo UltiMate 3000		

1. 试验过程

1.1. 色谱条件一

色谱柱:	Xtimate® C18 (4.6×150mm,3μm)
流动相:	5mM 甲酸铵-0.1%甲酸乙腈
流速:	1.0mL/min
进样量:	10μL

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 11

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



柱温:	30℃		
检测器:	紫外		
检测波长:	220nm		
洗脱程序	时间	A% (5mM 甲酸铵)	B% (0.1%甲酸乙腈)
	0	95	5
	10	95	5
	20	60	40
	30	60	40
	35	10	90
	35.1	95	5
	45	95	5
注意事项	/		

1.2.溶液配制

1.2.1.流动相配制

流动相 A: 精密称取 0.3153g 甲酸铵, 加水至 1000mL, 溶解, 甲酸调 pH 至 2.7, 混匀即得;

流动相 B: 量取 400mL 乙腈, 加入 0.5mL 甲酸, 再加乙腈至 500mL, 混匀即得;

1.2.2.溶剂配制

醋酸铵缓冲液 (取醋酸铵 771mg, 加水 1000mL 使溶解, 混匀, 用三氟乙酸调 pH 至 3.3 即得)
-乙腈=99: 1

1.2.3.供试品溶液配制

5019-2-230117-7B4: 精密称取 0.0099g 于 10mL 离心管, 加入 4mL 乙腈, 溶解, 在缓慢加入水至 10mL 刻度, 混匀即得;

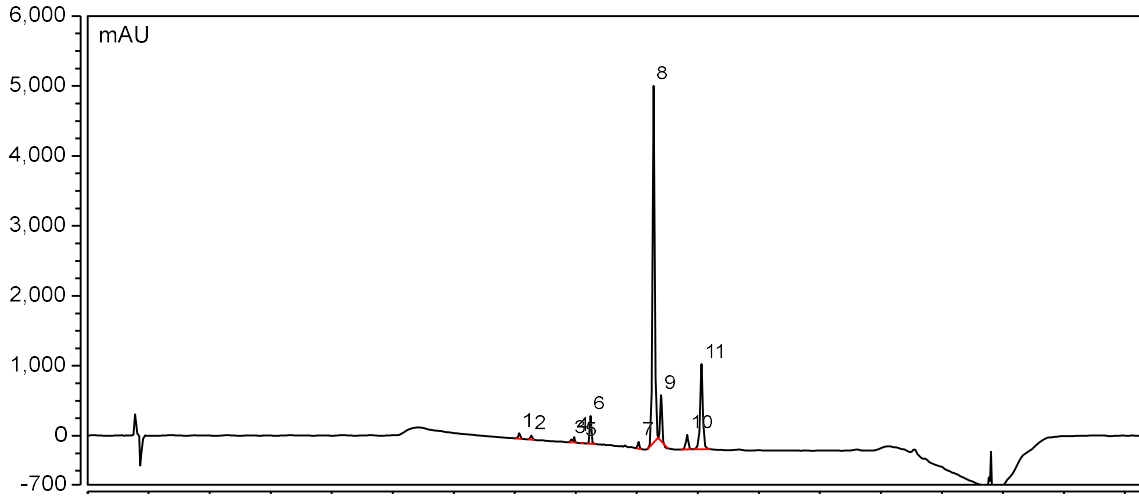
5019-2-230117-7A4: 精密称取 0.0099g 于 10mL 离心管, 加入 4mL 乙腈, 溶解, 在缓慢加入水至 10mL 刻度, 混匀即得;

5019-4: 精密称取 0.0102g 于 10mL 离心管, 加入溶剂至 10mL 刻度, 混匀即得;

2.谱图和数据

(1) 5019-2-230117-7B4

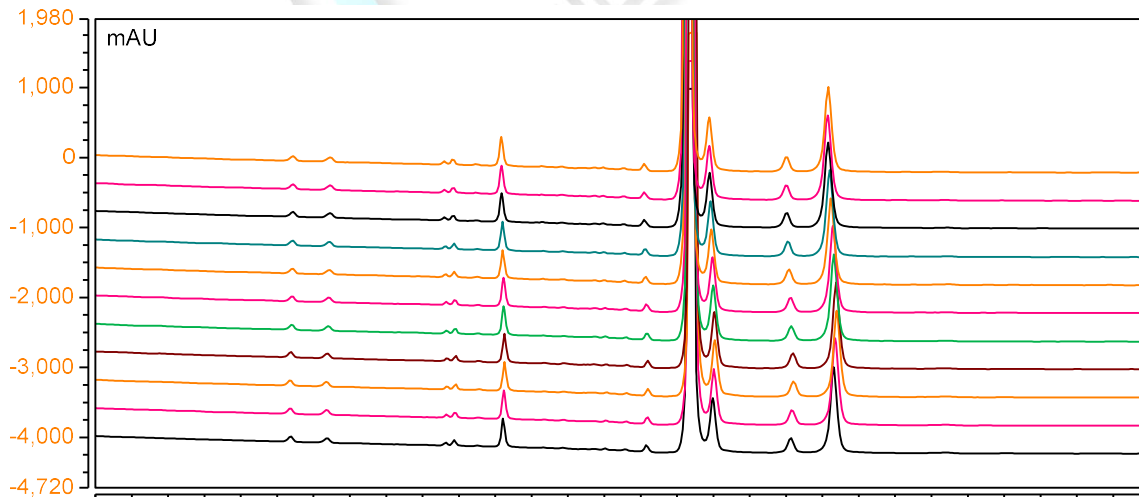




积分结果

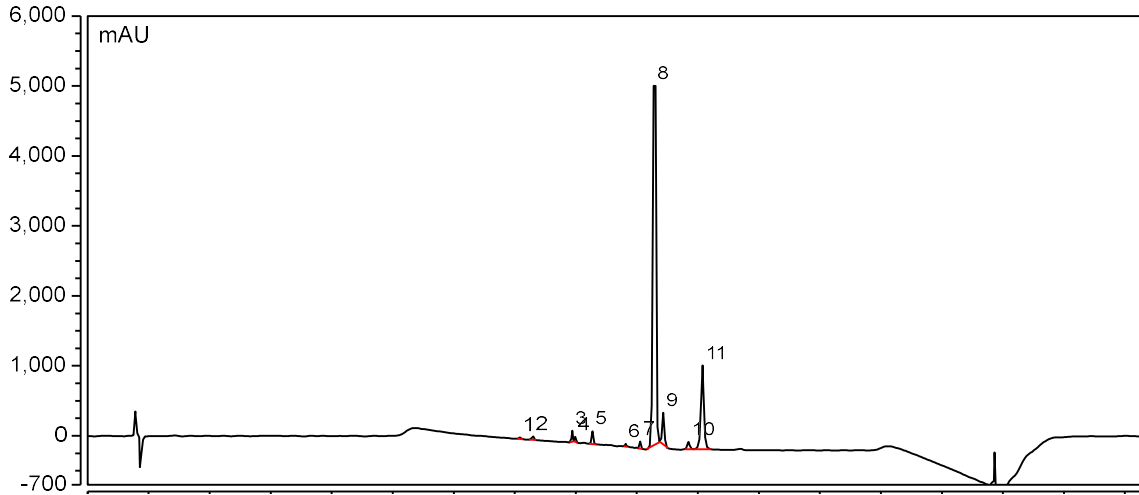
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (USP)	分离度 (USP)	不对称度 (EP)
1	17.685	6.364	78.512	313293	3.77	0.84
2	18.187	5.786	65.363	272103	14.81	0.86
3	19.822	1.925	38.289	948544	1.41	0.89
4	19.935	3.797	75.842	1014737	3.60	1.06
5	20.252	0.712	11.707	701509	3.74	1.25
6	20.607	25.814	404.830	781975	19.95	1.06
7	22.578	6.444	97.941	747386	5.10	1.08
8	23.188	733.188	5097.170	473059	2.23	1.04
9	23.492	52.475	653.815	465917	7.22	1.00
10	24.565	22.145	206.543	379619	3.47	0.89
11	25.152	147.957	1217.140	316264	n.a.	0.96
总和:	235.461		7947.154	6414406.00	65.29	

(2) 5019-2-230117-7B4 多针叠加



(3) 5019-2-230117-7A4

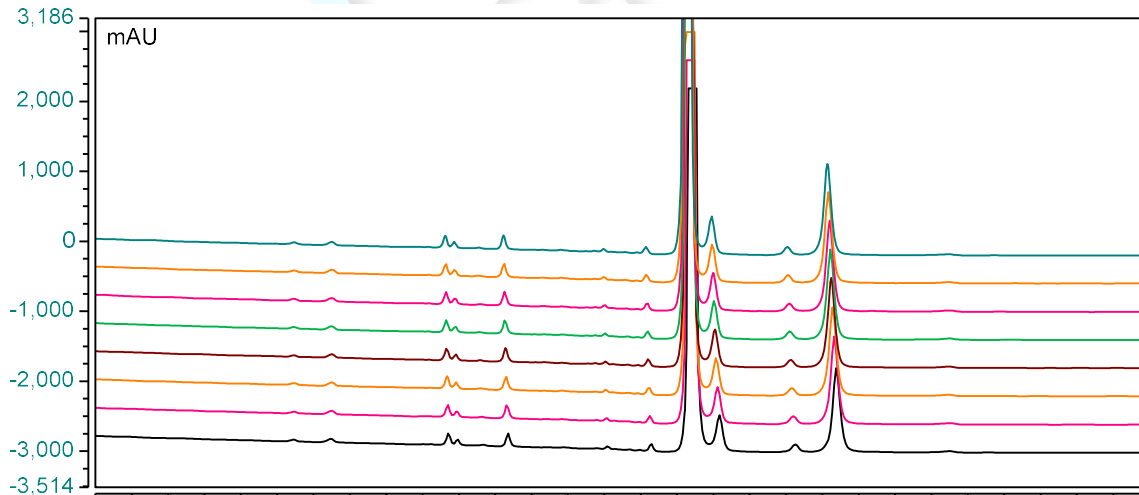




积分结果

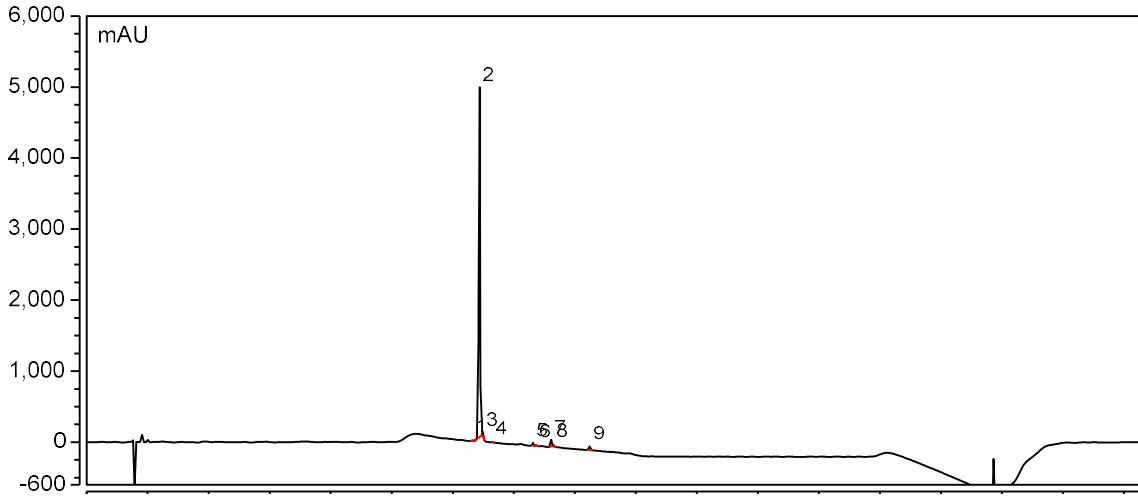
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (USP)	分离度 (USP)	不对称度 (EP)
1	17.723	2.317	25.669	235585	3.32	0.89
2	18.238	5.290	51.263	197433	12.60	0.88
3	19.858	9.251	157.546	729699	1.37	0.89
4	19.978	3.718	72.661	933649	7.57	1.09
5	20.675	13.057	190.347	665388	14.52	1.06
6	22.045	2.231	40.401	1018655	6.54	0.93
7	22.647	6.485	105.166	880508	4.37	0.90
8	23.198	848.187	5133.672	354926	2.46	1.13
9	23.585	45.201	455.079	352438	6.36	0.95
10	24.625	11.553	104.997	342382	3.09	0.97
11	25.190	161.864	1196.687	262169	n.a.	0.98
总和:	237.762		7533.488	5972832.00	62.19	

(4) 5019-2-230117-7A4 多针叠加



(5) 5019-4

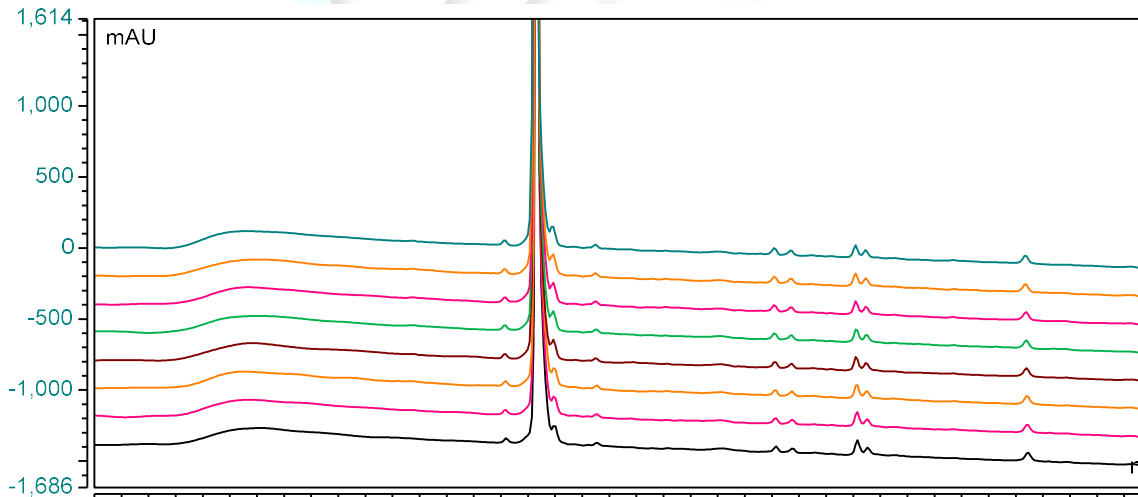




积分结果

序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (USP)	分离度 (USP)	不对称度 (EP)
1	15.798	1.500	30.953	701541	4.83	0.98
2	16.102	288.761	4924.839	1655498	2.57	1.06
3	16.243	2.118	59.155	1159705	5.74	1.22
4	16.635	1.017	21.393	761796	22.16	1.11
5	18.288	1.740	38.064	1004853	2.00	0.90
6	18.440	1.631	30.927	873066	7.85	0.82
7	19.038	4.107	92.511	1072276	1.32	1.00
8	19.133	1.615	38.122	1197748	17.36	1.11
9	20.612	3.978	58.526	674133	n.a.	0.96
总和:	160.289		5294.489	9100616.00	63.82	

(6) 5019-4 多针叠加



3. 色谱条件二

色谱柱:	Xtimate® UHPLC C18 (2.1×50mm,W-Port,1.8μm)
流动相:	5mM 甲酸铵-0.1%甲酸乙腈
流速:	0.7mL/min

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

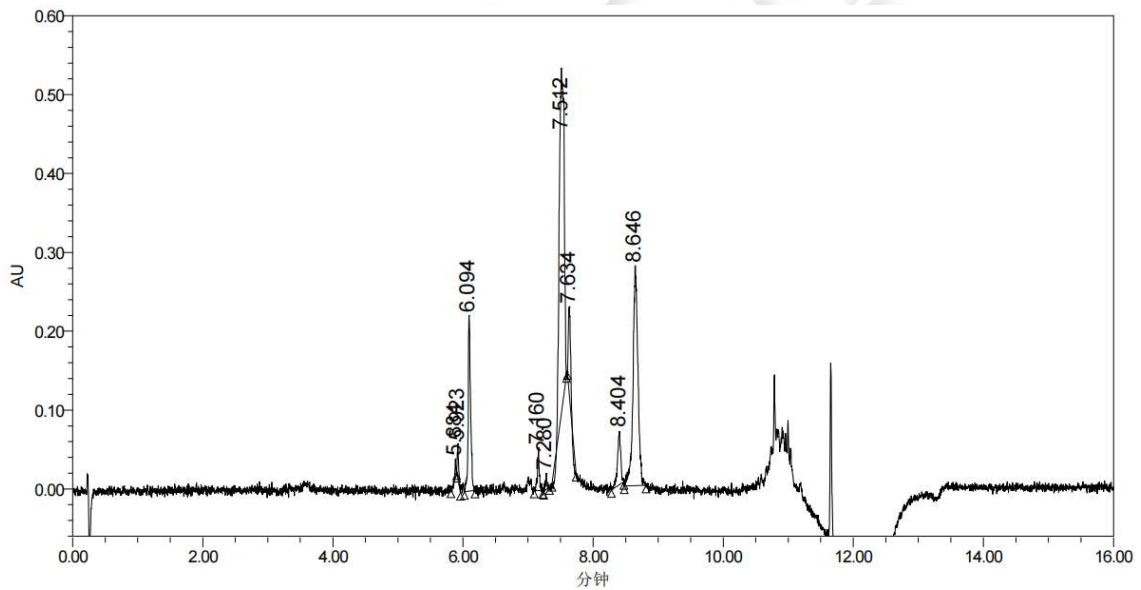
Tel:400-810-6969



进样量:	5 μ L		
柱温:	30 $^{\circ}$ C		
检测器:	紫外		
检测波长:	220nm		
洗脱程序	时间	A% (5mM 甲酸铵)	B% (0.1%甲酸乙腈)
	0	95	5
	3	95	5
	7	70	30
	10	70	30
	12	10	90
	13	95	5
16	95	5	
注意事项	/		

4. 谱图和数据

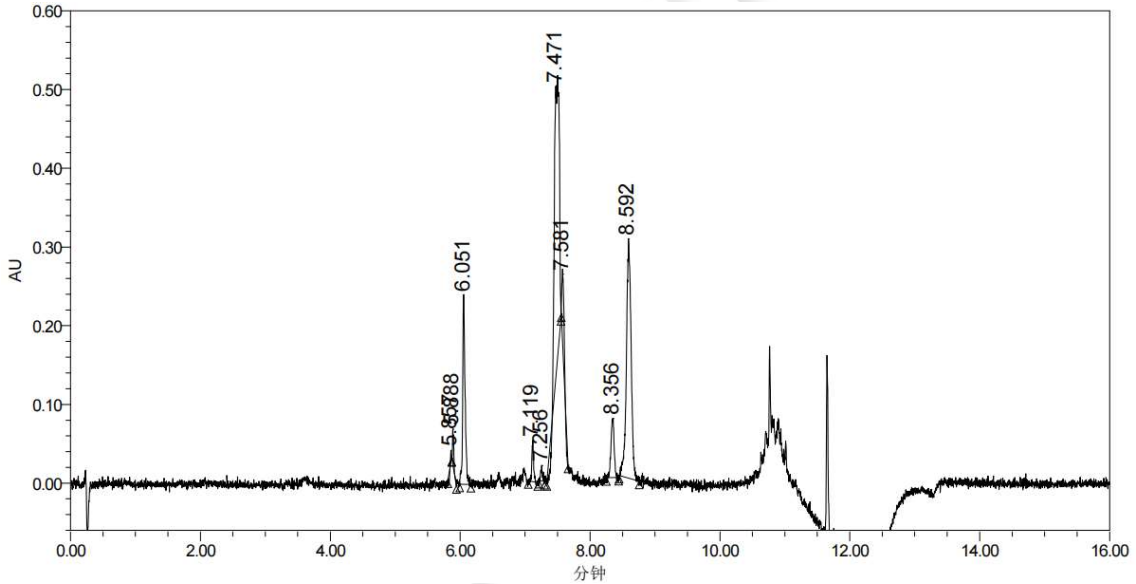
(1) 5019-2-230117-7B4 第 1 针



色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	5.884	31388	23640	6.230584e-001		4.515149e+005
2	5.923	70548	44954	1.482236e+000	1.087841e+000	4.573381e+005
3	6.094	558263	222292	9.703170e-001	3.292733e+000	1.425600e+005
4	7.160	107825	54149	8.737741e-001	2.055020e+001	2.570372e+005
5	7.280	33440	20696	7.236324e-001	2.931630e+000	1.221894e+005
6	7.512	2303718	436867	9.230825e-001	2.442145e+000	6.589636e+004
7	7.634	328205	112059	1.827100e+000	1.049206e+000	1.726325e+005
8	8.404	235304	67266	7.013304e-001	9.182079e+000	1.172566e+005
9	8.646	1474418	278926	8.559528e-001	2.232646e+000	7.538037e+004

(2) 5019-2-230117-7B4 第 15 针



色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	5.857	25172	16294	6.350439e-001		1.312988e+006
2	5.888	59650	45224	2.364274e+000	9.208565e-001	5.592000e+005
3	6.051	624451	240972	1.060150e+000	3.208323e+000	1.652547e+005
4	7.119	106789	52946	9.226424e-001	1.918950e+001	3.917675e+005
5	7.256	33685	20246	9.089350e-001	3.226653e+000	4.998015e+005
6	7.471	1980268	372043	1.001410e+000	2.220110e+000	6.518768e+004
7	7.581	264474	98077	1.841258e+000	9.293939e-001	2.391671e+005
8	8.356	261964	75159	7.623380e-001	9.531472e+000	2.704558e+005
9	8.592	1524018	304199	9.475825e-001	2.257606e+000	7.841364e+004

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 7 页 共 11

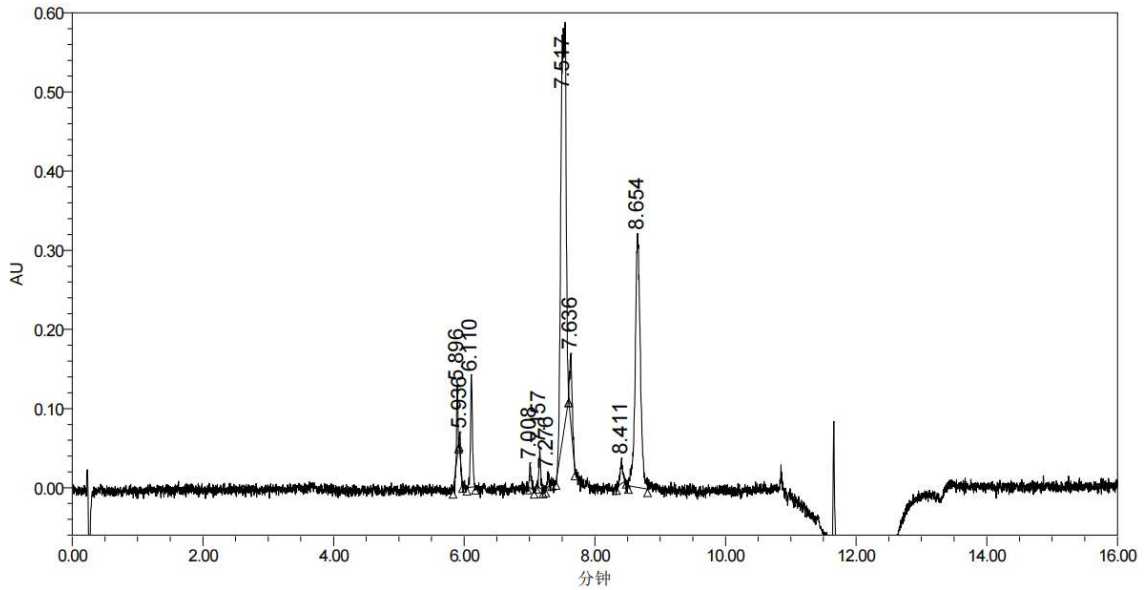
邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



(3) 5019-2-230117-7A4 第 1 针

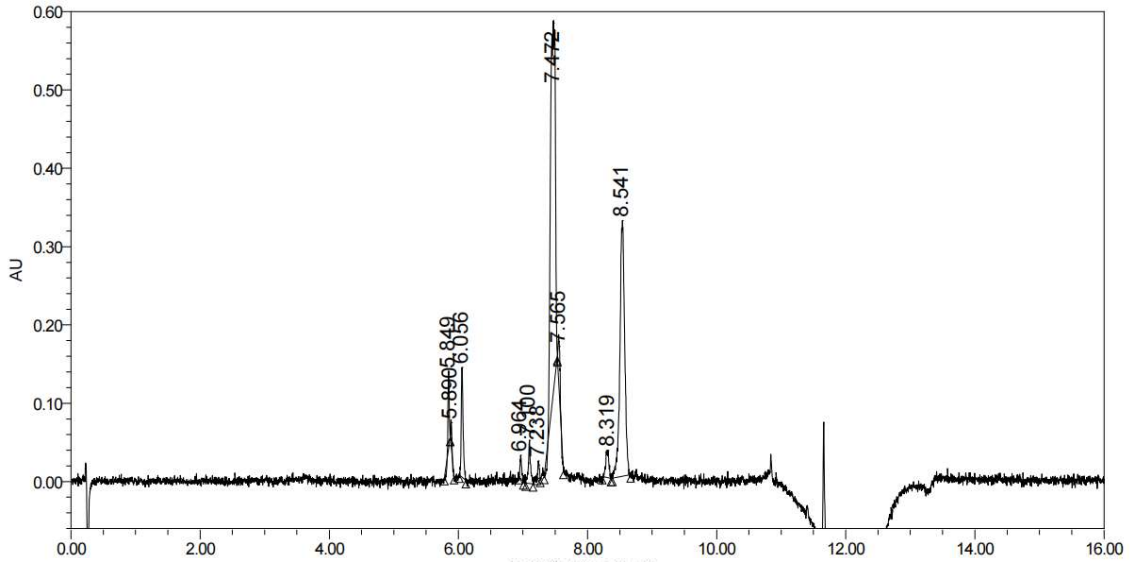


色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	5.896	126181	88898	6.420952e-001		1.864458e+005
2	5.936	30676	29194	1.459470e+000	1.124380e+000	9.725484e+005
3	6.110	298612	142165	1.030524e+000	4.162553e+000	2.746875e+005
4	7.008	56322	31302	1.494333e+000	2.073648e+001	4.051462e+005
5	7.157	93479	51702	9.249927e-001	3.900322e+000	3.739978e+005
6	7.276	38830	19595	8.902172e-001	3.367546e+000	1.645641e+006
7	7.517	2841439	512353	9.653782e-001	2.658913e+000	7.007185e+004
8	7.636	249960	94373	1.236551e+000	9.953826e-001	1.163109e+005
9	8.411	89172	32216	7.566747e-001	1.028901e+001	3.653467e+005
10	8.654	1741531	320382	9.573694e-001	2.447105e+000	5.373562e+004

(4) 5019-2-230117-7A4 第 15 针



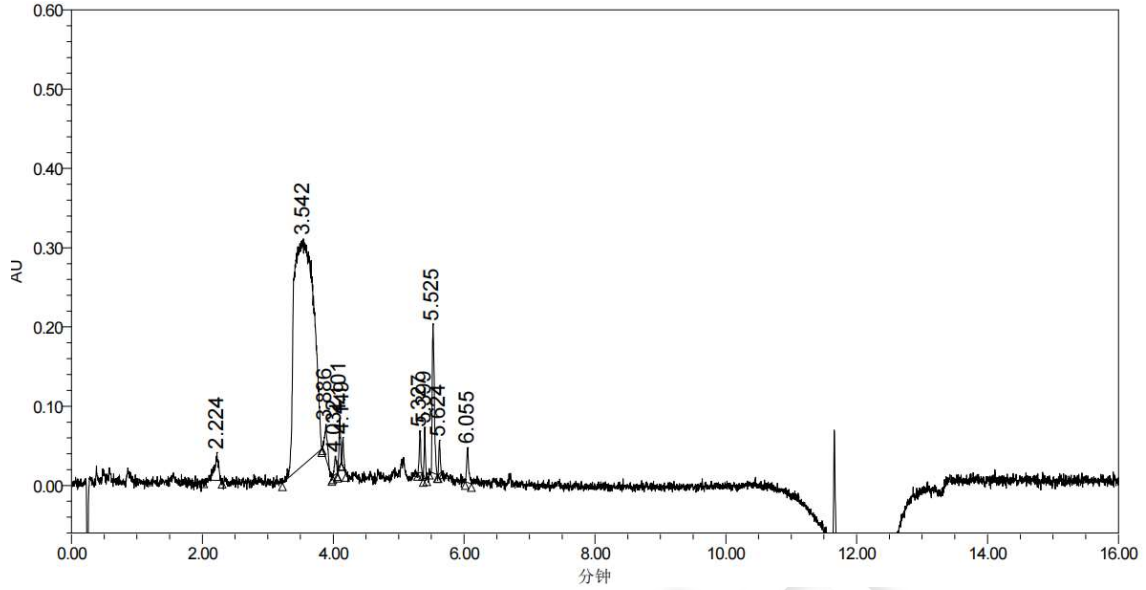


色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	5.849	147428	99154	7.818313e-001		4.139833e+005
2	5.890	43420	33103	1.841538e+000	1.042716e+000	5.576617e+005
3	6.056	289159	140136	1.308057e+000	3.655949e+000	2.814104e+005
4	6.964	52533	29655	1.100878e+000	1.807902e+001	2.378187e+005
5	7.100	128775	55287	1.023885e+000	3.039460e+000	5.748928e+005
6	7.238	33524	21648	1.438477e+000	3.276096e+000	6.191007e+005
7	7.472	2505434	474671	7.891466e-001	2.402247e+000	6.676954e+004
8	7.565	144335	61606	1.510852e+000	8.395753e-001	3.893376e+005
9	8.319	118761	34954	7.530287e-001	9.840455e+000	1.184010e+005
10	8.541	1677062	326316	9.367407e-001	2.110962e+000	6.182482e+004

(5) 5019-4 第 1 针



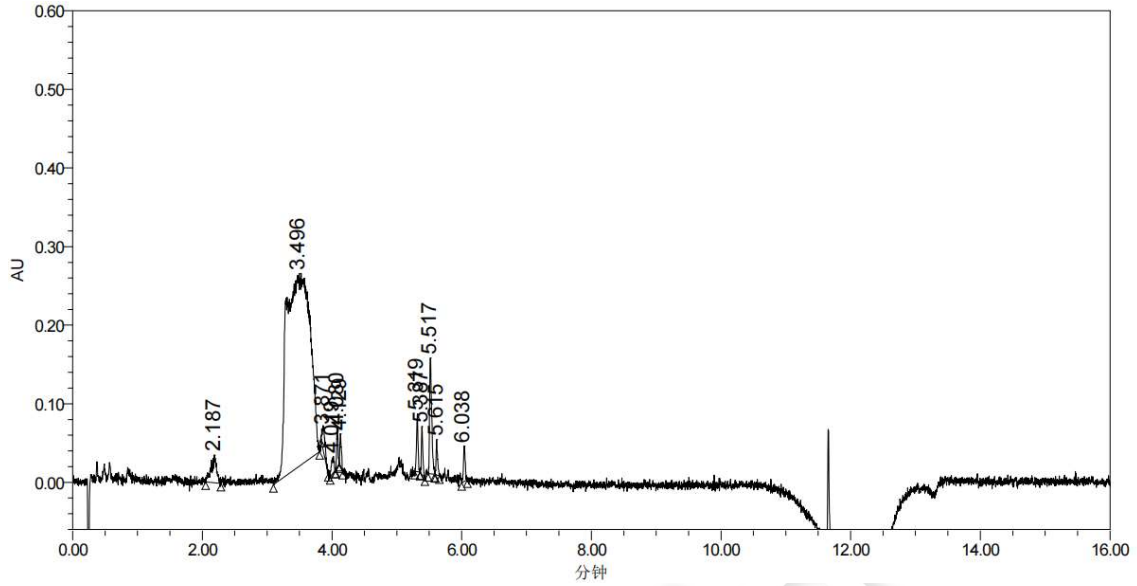


色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	2.224	152811	34978	6.292702e-001		4.827820e+003
2	3.542	5858022	285060	1.046689e+000	3.696565e+000	8.230011e+002
3	3.886	125081	42237	1.282361e+000	9.905710e-001	2.420234e+004
4	4.032	49336	23150	9.609482e-001	1.892300e+000	1.268003e+005
5	4.101	101203	62534	8.205359e-001	1.206119e+000	1.094348e+005
6	4.149	59581	36621	1.358586e+000	1.096658e+000	1.195010e+005
7	5.327	84583	53328	1.003797e+000	2.814323e+001	1.254234e+005
8	5.399	84076	64688	1.096487e+000	1.860289e+000	1.635801e+005
9	5.525	417321	188501	1.646126e+000	2.594875e+000	1.167007e+005
10	5.624	65899	42314	1.121980e+000	2.005506e+000	4.189480e+005
11	6.055	97835	43903	1.315468e+000	9.454925e+000	1.560946e+005

(6) 5019-4 第 15 针





色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	2.187	192463	35196	7.816158e-001		2.091632e+003
2	3.496	6123257	244728	9.660815e-001	2.883404e+000	7.341966e+002
3	3.871	102273	31998	1.136131e+000	8.760415e-001	1.821088e+004
4	4.019	54668	20240	7.688790e-001	1.515776e+000	3.312890e+004
5	4.080	80396	50326	1.322333e+000	9.203236e-001	1.990879e+005
6	4.129	67883	41269	1.521194e+000	1.097583e+000	8.127974e+004
7	5.319	117434	73624	8.091832e-001	2.709944e+001	3.216928e+005
8	5.387	97153	61647	1.235728e+000	1.712152e+000	2.122004e+005
9	5.517	332649	147176	1.474456e+000	2.634813e+000	1.198001e+005
10	5.615	66858	45193	1.421530e+000	2.156289e+000	5.513601e+005
11	6.038	88595	45349	9.410951e-001	1.063130e+001	2.243678e+005

5.结论

使用月旭 Xtimate® C18 (4.6×150mm,3µm) 与月旭 Xtimate® UHPLC C18 (2.1×50mm,1.8µm) 在此色谱条件下, 出峰较为稳定, 满足检测要求。

报告人:Lily

审核人: Tim

日期:2023/06/06

