

## 测试报告

样品信息			
样品名称	土霉素	项目编号	SHGZL-20240612-009
样品批号	/	样品性状	固体
收样日期	2024/07/02	测试期间	2024/07/04-07/10
标样信息			
名称	规格	数量	
土霉素标准品	913 µg/mg	1	
盐酸四环素	98%	1	
土霉素样品	/	1	
实验要求			
使用 Xtimate® PS/DVB 色谱柱重现客户同行的土霉素结果			
参考方法			
客户方法			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
四丁基硫酸氢铵	AR 级	麦克林	
乙二胺四乙酸二钠	AR 级	国药	
磷酸氢二钾	AR 级	阿拉丁	
磷酸二氢钠	AR 级	泰坦科技	
叔丁醇	AR 级	泰坦科技	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
Agilent	1260 Infinity II		

## 1. 试验过程

## 1.1. 色谱条件

色谱柱:	Xtimate® PS/DVB (4.6×250 mm, 5 µm, 100Å)
------	--

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 5 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

流动相：	叔丁醇 50 g，加 200 mL 超纯水溶解，加 pH7.5 的磷酸盐缓冲液 60 mL，四丁基硫酸氢铵溶液 50 mL，乙二胺四乙酸二钠溶液 10 mL，加水稀释至刻度，超声脱气即得
流速：	1 mL/min
进样量：	10 $\mu$ L
柱温：	60 $^{\circ}$ C
检测器：	紫外检测器
波长：	254 nm 和 280 nm
洗脱程序	等度洗脱
注意事项	/

## 1.2. 溶液配制

### 1.2.1. 流动相配制

完全按照客户提供方法配制；

### 1.2.2. 样品溶液配制

称 2.0 mg 盐酸四环素，加入 10 mL 的 0.01 N 盐酸溶解即得 0.2 mg/mL 的储备液；

称 2.8 mg 土霉素标准品，加入 12.7 mL 的 0.01N 盐酸溶解即得 0.22 mg/mL 的土霉素对照储备液；

称 4.8 mg 土霉素样品，加入 21.8 mL 的 0.01N 盐酸溶解即得 0.22 mg/mL 的土霉素样品工作液；

取 3 mL 的 0.2 mg/mL 盐酸四环素和 1.5 mL 的 0.22 mg/mL 的土霉素对照品储备液混合，即得混标溶液；

## 2. 谱图和数据

(1) 客户色谱柱检测混标图谱（序列号 60240502460，批号 20240315）

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

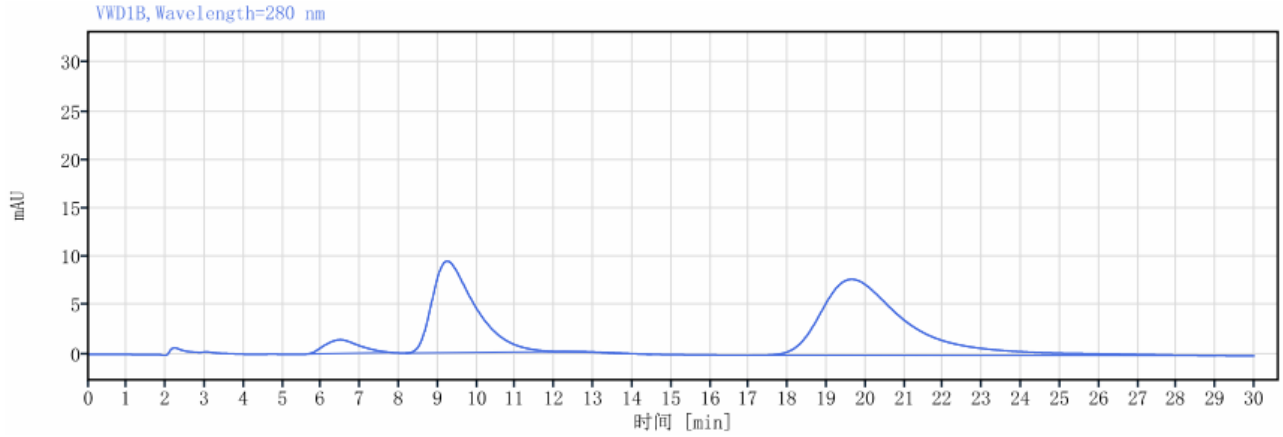
第 2 页 共 5 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



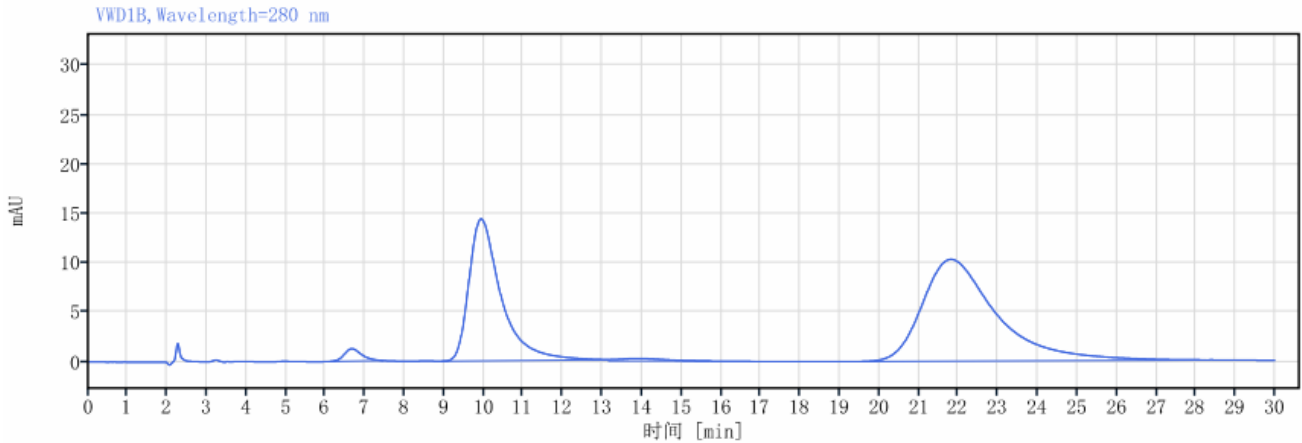


信号:

VWD1B, Wavelength=280 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP	峰信噪比
	6.482	87.91	4.38	1.41		1.45804	229.83549	
	9.236	726.07	36.19	9.44	1.48759	1.81516	343.77704	
	12.468	3.19	0.16	0.03	1.82428	1.57454	1031.34014	
	19.638	1189.25	59.27	7.83	2.74977	1.81027	459.57140	
	<b>总和</b>	<b>2006.43</b>						

(2) 实验室色谱柱检测混标图谱 (序列号 60240603669, 批号 20240315)



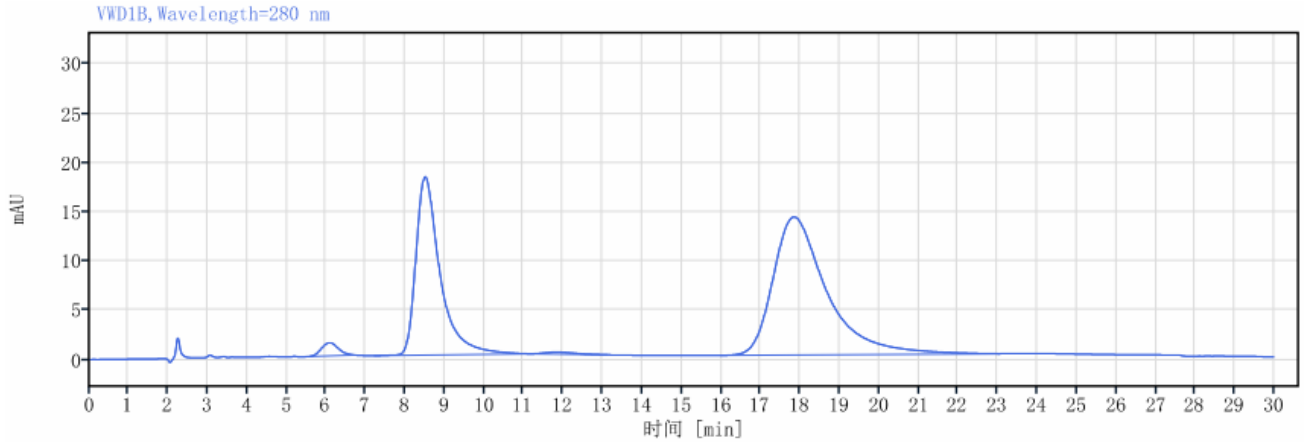
信号:

VWD1B, Wavelength=280 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP	峰信噪比
	6.668	39.10	1.77	1.26		1.41525	1092.37506	
	9.935	809.18	36.72	14.36	2.99531	1.75828	837.23259	
	13.884	20.64	0.94	0.26	2.08428	1.49696	529.62168	
	21.808	1334.67	60.57	10.30	2.83345	1.67127	751.85349	
	<b>总和</b>	<b>2203.60</b>						



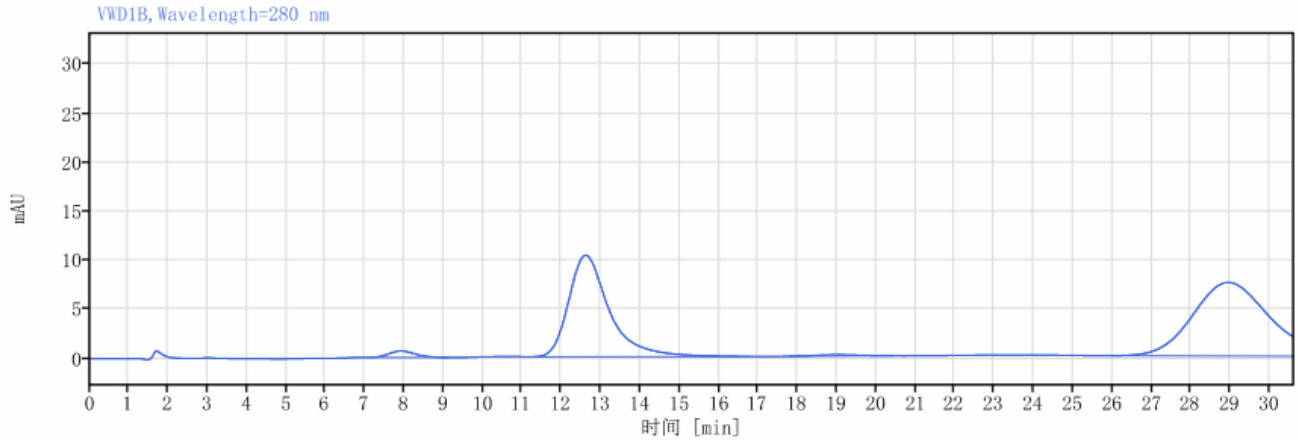
(3) 实验室色谱柱检测混标图谱 (调整柱温至 70°C, 序列号 60240603669, 批号 20240315)



信号: VWD1B, Wavelength=280 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP	峰信噪比
	6.094	39.47	1.84	1.32		1.26754	950.59750	
	8.510	771.74	36.00	18.08	2.64741	1.74805	1086.49957	
	11.862	11.09	0.52	0.21	2.74643	1.00138	1133.07235	
	17.843	1321.20	61.64	13.99	3.21901	1.67646	957.82395	
<b>总和</b>		<b>2143.50</b>						

(4) 实验室色谱柱检测混标图谱 (序列号 60221201446, 批号 20200828)



信号: VWD1B, Wavelength=280 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP	峰信噪比
	7.917	30.43	1.66	0.66		1.17494	671.21095	
	12.614	740.91	40.32	10.34	3.14093	1.49179	812.55900	
	19.068	10.10	0.55	0.13	3.24655	1.19086	1196.69475	
	28.949	1055.94	57.47	7.50	3.39688	1.25938	1027.81834	
<b>总和</b>		<b>1837.38</b>						



### 3. 结论

使用月旭 Xtimate® PS/DVB (4.6×250 mm, 5 μm, 100Å) 色谱柱在此色谱条件下, 客户色谱柱和实验室新批次及旧批次的色谱柱测试结果基本一致, 峰均拖尾且峰宽较宽, 未能重现客户同行检测结果。将柱温升至 70°C, 峰宽得到改善, 但仍未能达到客户同行测试效果。

报告人: Lucy

审核人: Tim

日期: 2024/07/10



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 5 页 共 5 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

