

高效液相色谱 在兽药行业的应用

目录

前言 I

第 1 章 应用实例 1

- 1.1 乳酸环丙沙星和恩诺沙星分析 1
- 1.2 恩诺沙星分析 2
- 1.3 替米考星分析 3
- 1.4 甲砒霉素分析 4
- 1.5 氟苯尼考与甲砒霉素分析 5
- 1.6 恩拉霉素分析 6
- 1.7 头孢噻吩钠分析 6
- 1.8 氯前列醇钠分析 7
- 1.9 癸氧喹酯预混剂分析 7
- 1.10 喹乙醇分析 8
- 1.11 喹乙醇、卡巴氧、喹烯酮、乙酰甲喹分析 8
- 1.12 阿莫西林检测 9
- 1.13 地克利珠分析 9
- 1.14 盐酸多西环素 10
- 1.15 环丙氨嗪分析 10
- 1.16 喹烯酮分析 11
- 1.17 马杜米星铵分析 11
- 1.18 清解合剂分析 12
- 1.19 双黄连口服液分析 13
- 1.20 银黄可溶性粉分析 14
- 1.21 溴氰菊酯溶液分析 15

第 2 章 系统配制 16

- 2.1 Agress 1100 系列推荐配置 16
- 2.2 EClassical 3100 系列推荐配置 17
- 2.3 其它选配及检测项 18

前言

兽药(Veterinary Drugs): 是指用于预防、治疗、诊断动物疾病或者有目的地调节动物生理机能的物质(含药物饲料添加剂), 主要包括: 血清制品、疫苗、诊断制品、微生态制品、中兽药等。

兽药在防治动物疾病、提高生产效率、改善畜产品质量等方面起着十分重要的作用。加强兽药质量和安全控制, 对从源头上保障畜产品质量安全, 保障人类健康, 避免环境污染均有着重要意义。

高效液相色谱法具有分析快速、准确、灵敏、高效等众多优点, 在兽药检测中起到至关重要的作用, 其主要用于兽药含量测定、有关物质检查、药物残留检测等。在 2015 版中国兽药典中, 约 500 种兽药检测用到高效液相色谱仪。

依利特公司, 结合 2015 版中国兽药典, 及文献资料, 对部分兽药进行了分析检测, 提出了部分兽药分析的全套解决方案。供相关人员参考, 进行兽药的分析检测。



第1章 应用实例

1.1 乳酸环丙沙星和恩诺沙星分析

【样品预处理】

取乳酸环丙沙星对照品约 25mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀；精密量取该溶液与内标溶液各 5ml，置 25ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，即得。

取恩诺沙星对照品 25mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，即得，作为内标物。

【测试条件】

流动相：0.025mol/L 磷酸溶液:乙腈=87:13，用三乙胺调节 pH 值至 3.0

色谱柱：Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 150mm

流量：1.0mL/min

检测波长：277nm

进样体积：20 μ L

柱温：室温

【谱图】

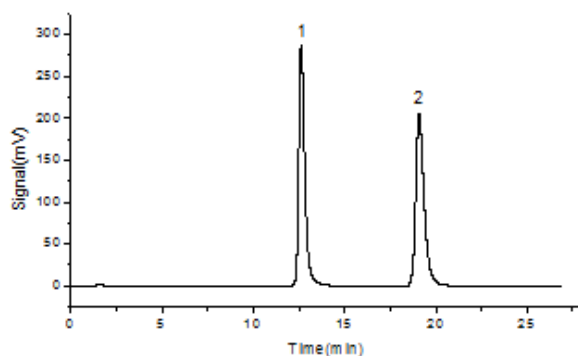


图 1-1 乳酸环丙沙星对照品分析谱图

1. 乳酸环丙沙星；2. 恩诺沙星

【测试结果】

表 1-1 乳酸环丙沙星测定结果

样品	乳酸环丙沙星	恩诺沙星
保留时间 (min)	10.52	15.95
拖尾因子	1.36	1.28
柱效 (N)	8400	

1.2 恩诺沙星分析

【样品预处理】

取本品适量，精密称定，加流动相适量，超声处理使溶解，用流动相稀释制成每 1mL 约含 50 μ g 的溶液，摇匀，即得。

【测试条件】

流动相：0.025mol/L 磷酸溶液:乙腈=87:13，用三乙胺调节 pH 值至 3.0 为流动相

色谱柱：Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 150mm

流量：1.0mL/min

检测波长：UV278nm

进样体积：10 μ L

柱温：室温

【谱图】

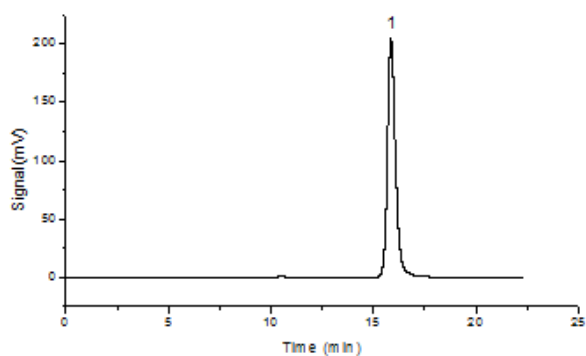


图 1-2 恩诺沙星对照品分析谱图

1. 恩诺沙星

【测试结果】

表 1-2 恩诺沙星测定结果

样品	恩诺沙星
保留时间 (min)	15.85
拖尾因子	1.26
柱效 (N)	8500

1.3 替米考星分析

【样品预处理】

取替米考星对照品适量，精密称定，加稀释液(取磷酸 5.71g，加水 900ml 用 12.5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 2.5 ± 0.1 ，加水至 1000ml，稀释至刻度)溶解定量稀释制成每 1ml 中含 50 μ g 的溶液。

【测试条件】

流动相：水:乙腈:磷酸二丁胺溶液[取二丁胺 16.8ml，加磷酸溶液（1 \rightarrow 10）70ml，边加边搅拌，放冷后，用磷酸调节 PH 值至 2.5 ± 0.1 ，加水至 100ml]:四氢呋喃=805:115:25:55

色谱柱：Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 150mm

流量：1.0mL/min

检测波长：UV280nm

进样体积：10 μ L

柱温：室温

【谱图】

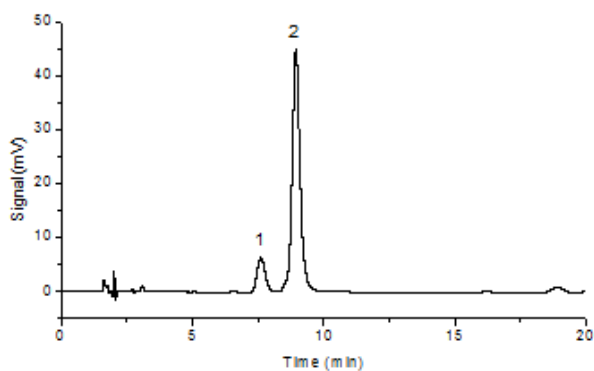


图 1-3 替米考星对照品分析谱图

1. 替米考星反式异构体；2. 替米考星顺式异构体

【测试结果】

表 1-3 替米考星测定结果

样品	替米考星反式异构体	替米考星顺式异构体
保留时间 (min)	7.61	8.93
拖尾因子	1.15	1.11
柱效 (N)		4800
相对保留时间	0.85	1.0

1.4 甲砒霉素分析

【样品预处理】

取替米考星对照品适量，精密称定，加稀释液（取磷酸 5.71g，加水 900ml 用 12.5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 2.5 ± 0.1 ，加水至 1000ml，稀释至刻度）溶解定量稀释制成每 1ml 中含 $50\mu\text{g}$ 的溶液。

【测试条件】

流动相：水:乙腈=4:1

色谱柱：Supersil ODS2 $5\mu\text{m}$ $4.6 \times 150\text{mm}$

流量：1.0mL/min

检测波长：UV225nm

进样体积：10 μL

柱温：室温

【谱图】

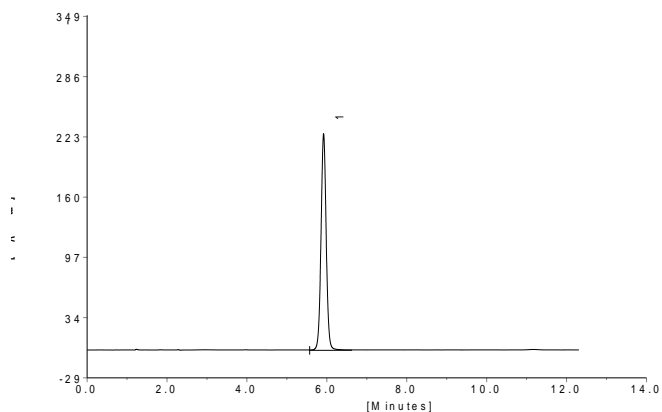


图 1-4 甲砒霉素对照品分析谱图

1. 甲砒霉素

【测试结果】

表 1-4 甲砒霉素测定结果

样品	甲砒霉素
保留时间 (min)	5.92
拖尾因子	1.03
柱效 (N)	10800

1.5 氟苯尼考与甲砒霉素分析

【样品预处理】

取氟苯尼考与甲砒霉素对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含氟苯尼考 50 μ g 与甲砒霉素 30 μ g 的混合溶液。

【测试条件】

流动相：乙腈:水:冰醋酸=100:197:3

色谱柱：Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 150mm

流量：1.0mL/min

检测波长：UV224nm

进样体积：10 μ L

柱温：室温

【谱图】

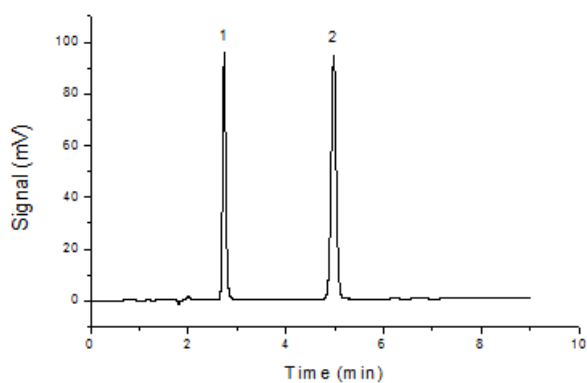


图 1-5 氟苯尼考与甲砒霉素对照品分析谱图

1. 甲砒霉素；2. 氟苯尼考

【测试结果】

表 1-5 氟苯尼考测定结果

样品	甲砒霉素	氟苯尼考
保留时间 (min)	2.73	4.98
拖尾因子	1.15	1.02

1.6 恩拉霉素分析

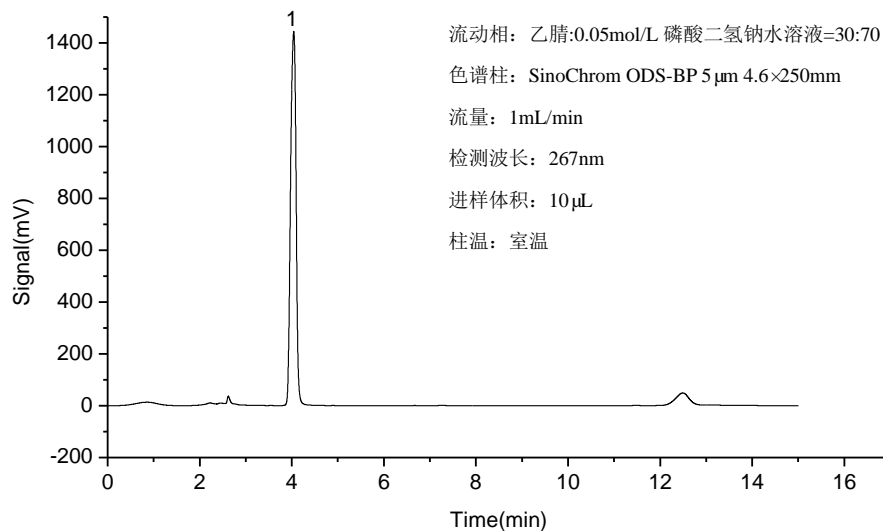


图 1-6 恩拉霉素对照品分析谱图

1. 恩拉霉素

1.7 头孢噻吩钠分析

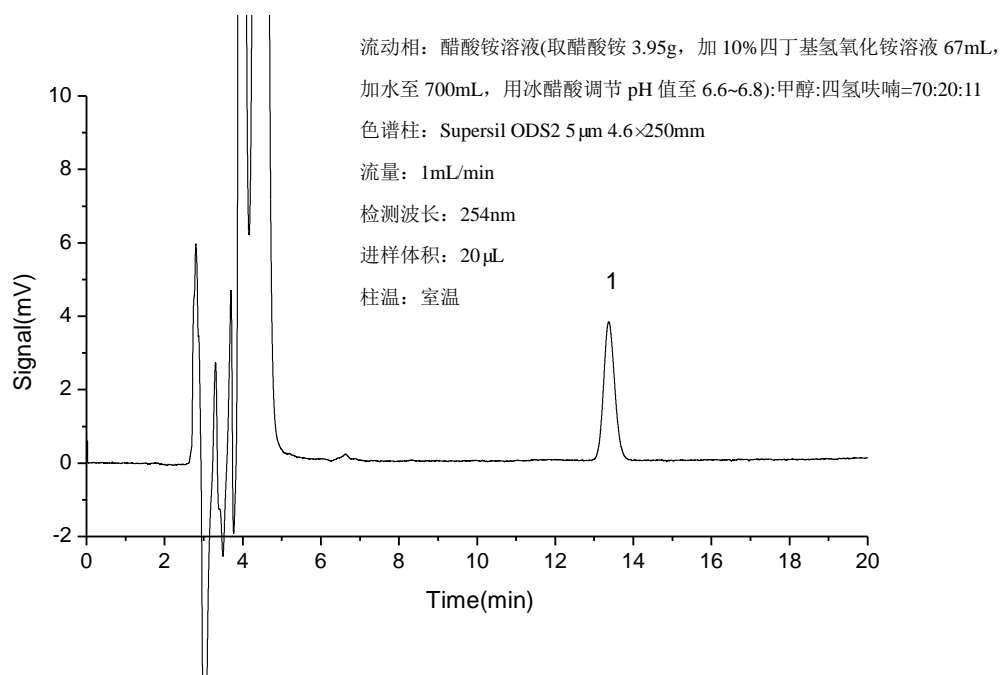


图 1-7 头孢噻吩钠分析谱图

1. 头孢噻吩钠

1.8 氯前列醇钠分析

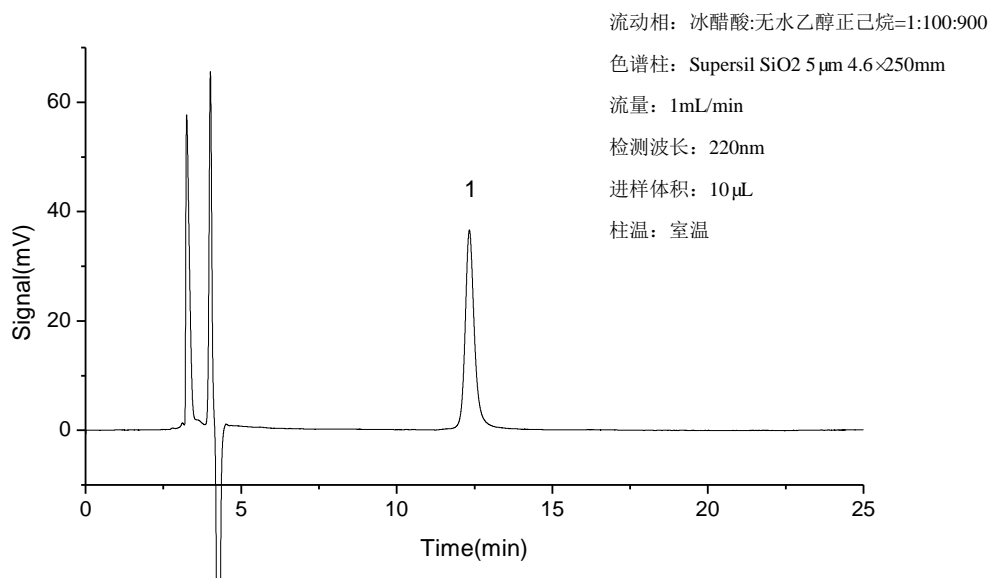


图 1-8 氯前列醇钠分析谱图

1. 氯前列醇钠

1.9 癸氧喹酯预混剂分析

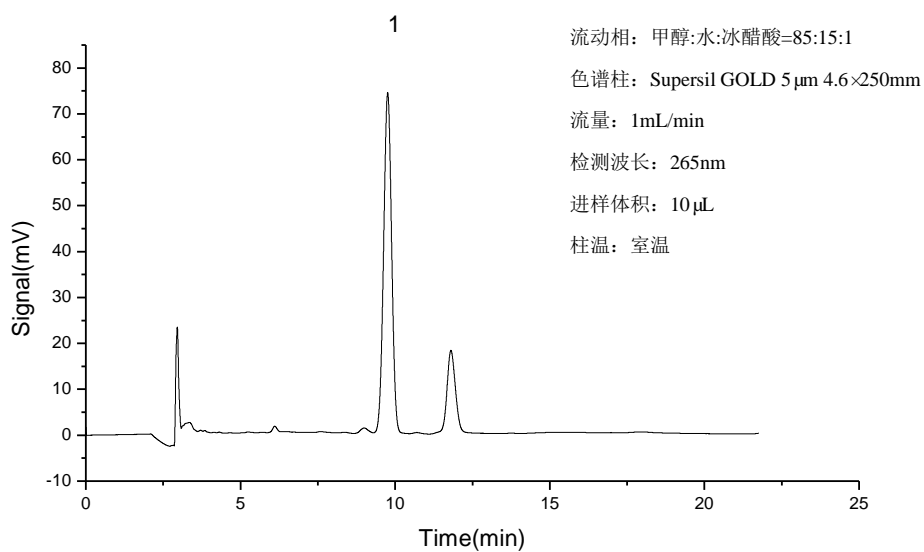


图 1-9 癸氧喹酯分析谱图

1. 癸氧喹酯

1.10 喹乙醇分析

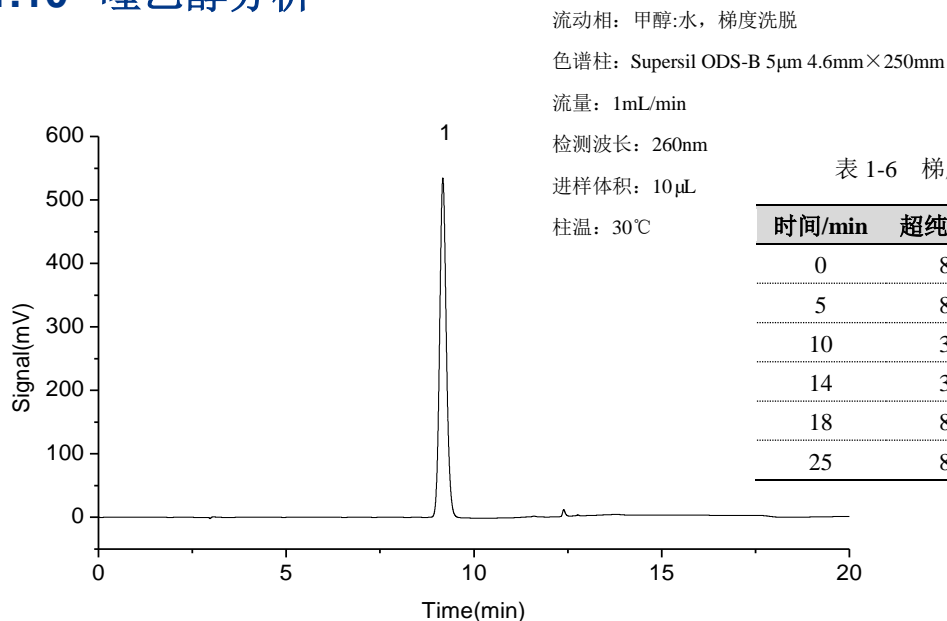


图 1-10 喹乙醇分析谱图

1. 喹乙醇

1.11 喹乙醇、卡巴氧、喹烯酮、乙酰甲喹分析

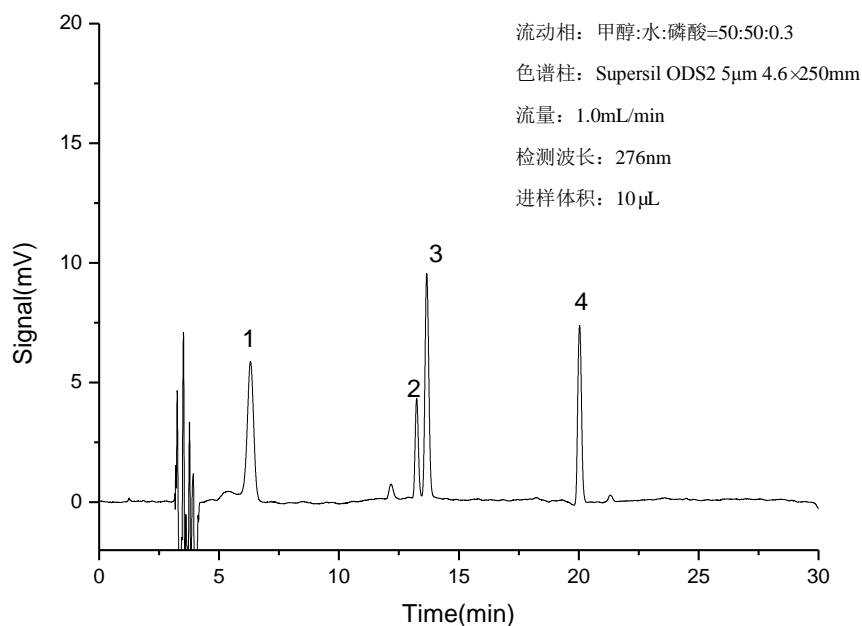


图 1-11 喹乙醇、卡巴氧、喹烯酮、乙酰甲喹分析谱图

1. 喹乙醇; 2. 卡巴氧; 3. 喹烯酮; 4. 乙酰甲喹

1.12 阿莫西林检测

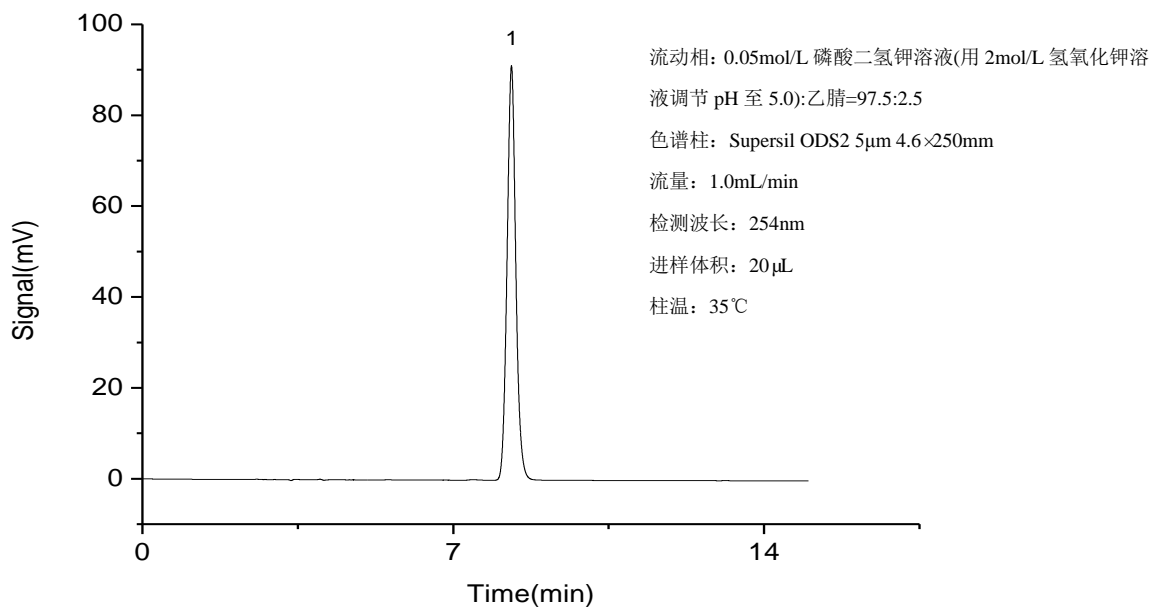


图 1-12 阿莫西林分析谱图

1. 阿莫西林

1.13 地克利珠分析

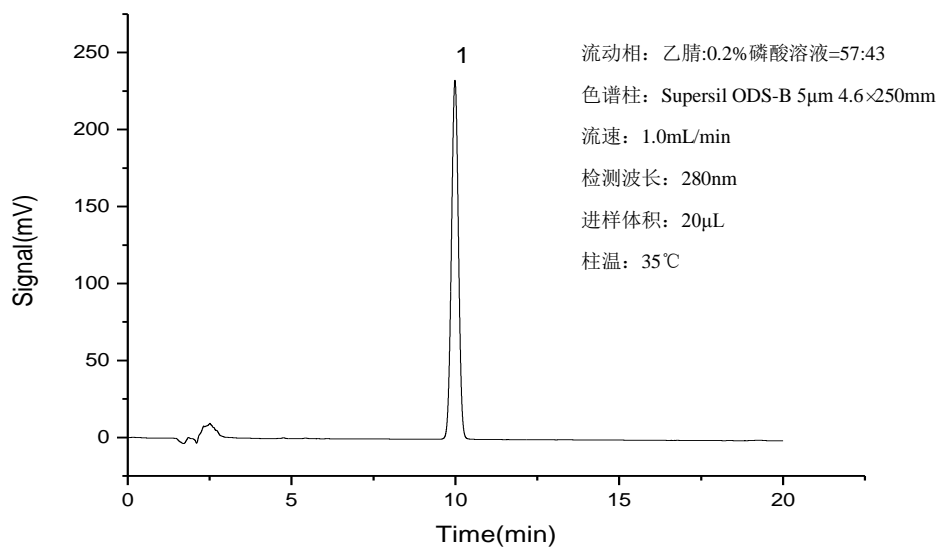


图 1-13 地克利珠分析谱图

1. 地克利珠

1.14 盐酸多西环素

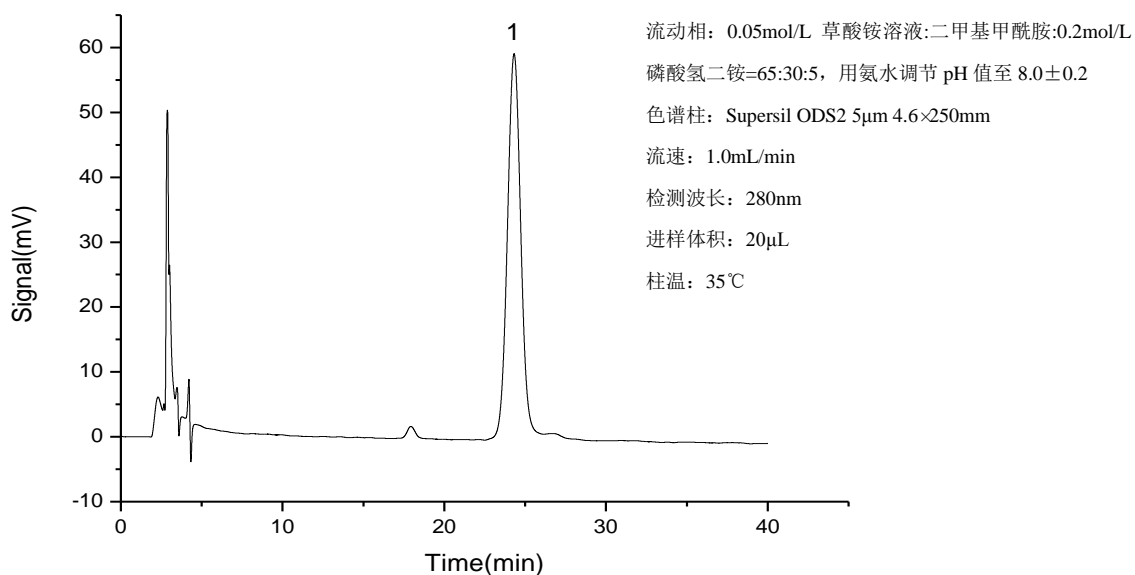


图 1-14 盐酸多西环素分析谱图

1. 盐酸多西环素

1.15 环丙氨嗪分析

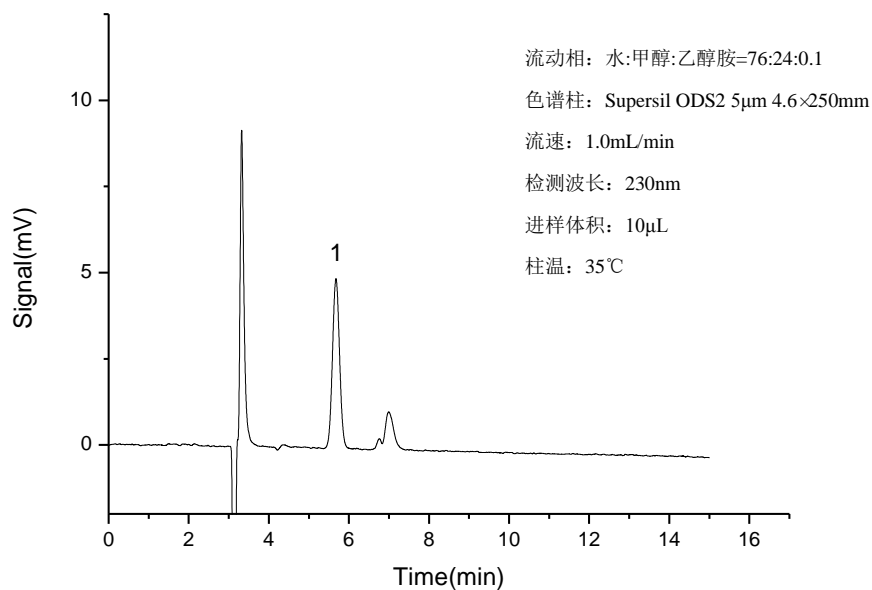


图 1-15 环丙氨嗪分析谱图

1. 环丙氨嗪

1.16 喹烯酮分析

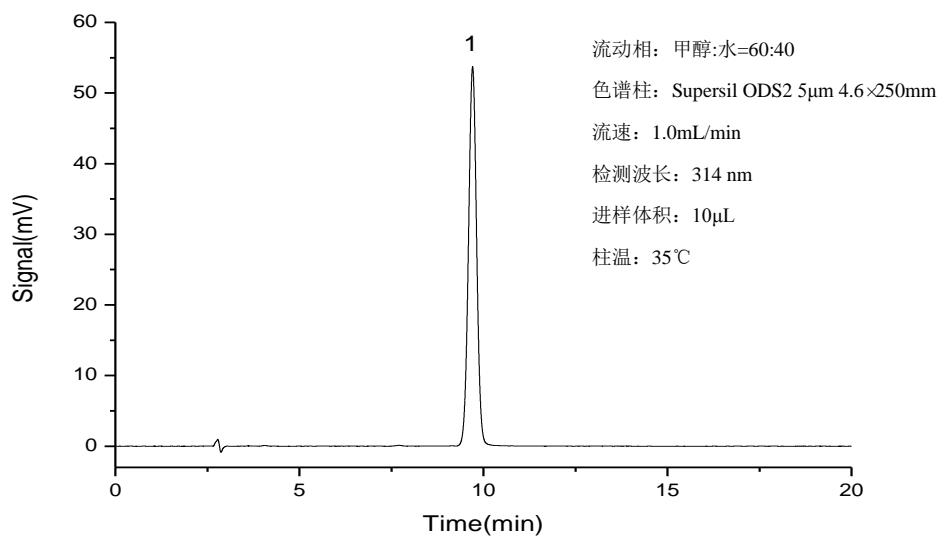


图 1-16 喹烯酮分析谱图

1. 喹烯酮

1.17 马杜米星铵分析

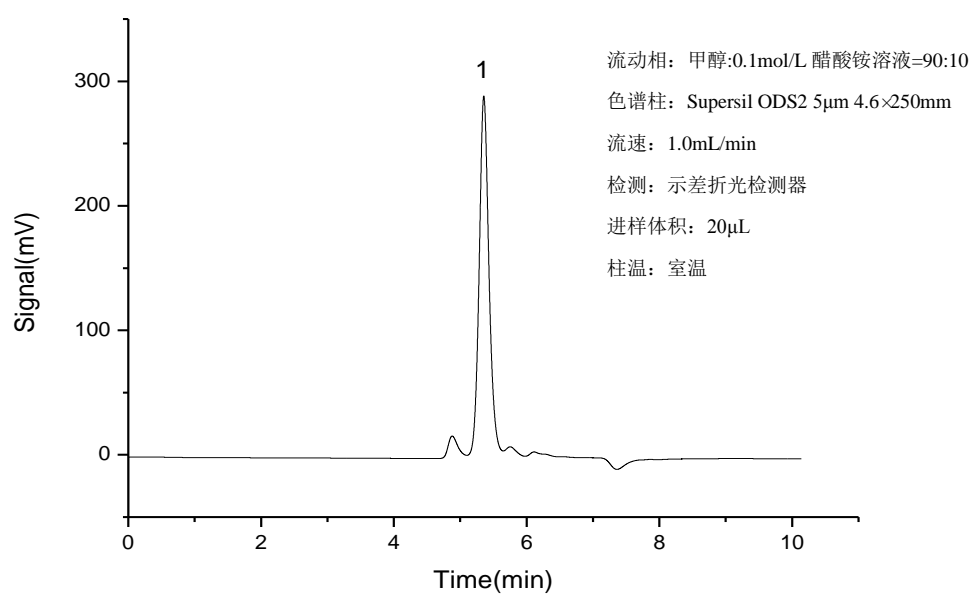


图 1-17 马杜米星铵分析谱图

1. 马杜米星铵

1.18 清解合剂分析

【测试条件】

流动相：甲醇:水:磷酸=50:50:0.3

色谱柱：Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 250mm

流速：1.0mL/min

检测波长：276 nm

进样体积：10 μ L

柱温：30 $^{\circ}$ C

【谱图】

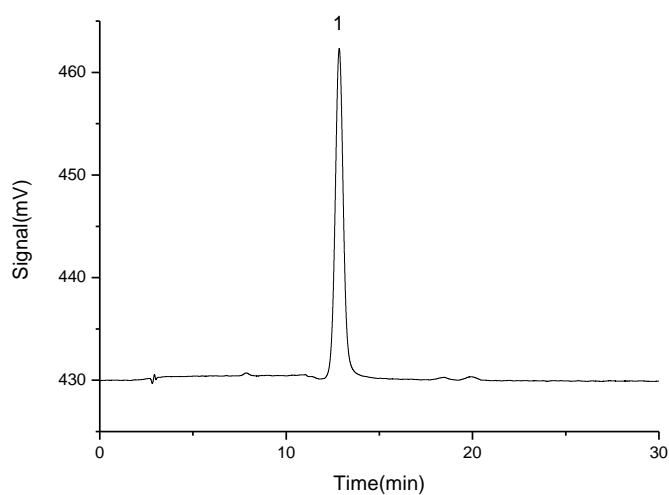


图 1-18 (1) 黄芩苷对照分析谱图

1. 黄芩苷

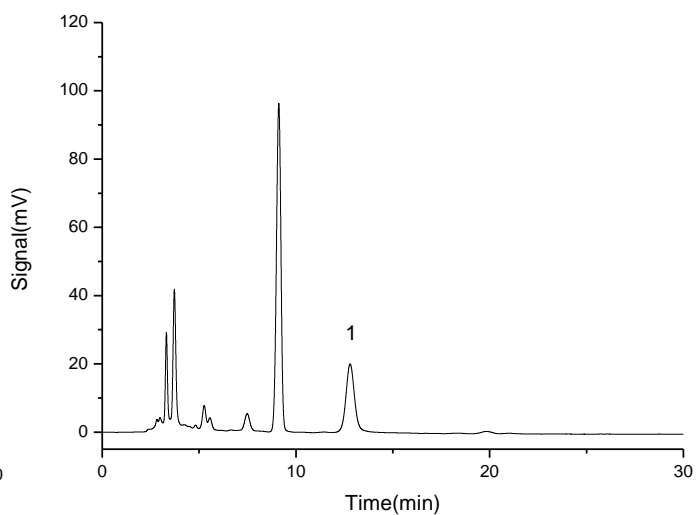


图 1-18 (2) 清解合剂分析谱图

1. 黄芩苷

1.19 双黄连口服液分析

【测试条件】

流动相：乙腈:0.4%磷酸溶液，梯度洗脱

表1-7 梯度洗脱表

时间/min	乙腈/%	0.4%磷酸溶液/%
0	10	90
10	10	90
20	40	60
25	50	50
30	10	90
35	10	90

色谱柱：Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 250mm

流速：1.0mL/min

检测波长：324nm

进样体积：10 μ L

柱温：35 $^{\circ}$ C

【谱图】

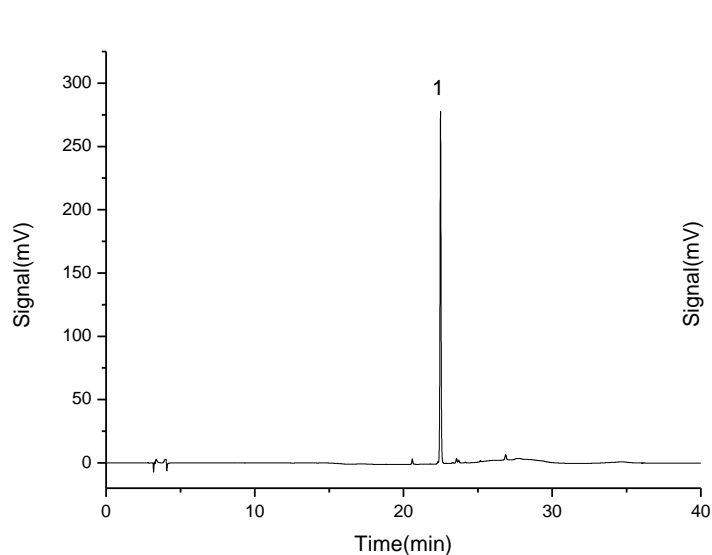


图 1-19 (1) 黄芩苷对照品分析谱图

1. 黄芩苷

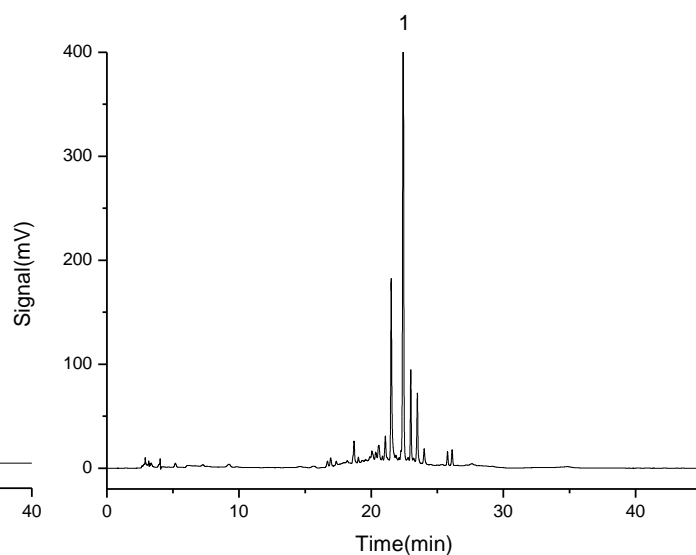


图 1-19 (2) 双黄连口服液样品分析谱图

1. 黄芩苷

1.20 银黄可溶性粉分析

【测试条件】

流动相：甲醇:水:磷酸=50:50:0.2

色谱柱：Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 250mm

流量：1.0mL/min

检测波长：274nm

进样体积：10 μ L

柱温：35 $^{\circ}$ C

【谱图】

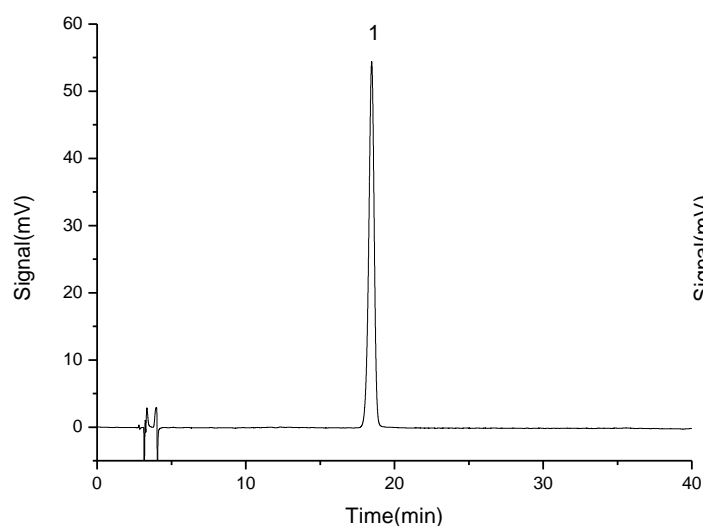


图 1-20(1) 银黄可溶性粉中绿原酸分析谱图

1. 绿原酸

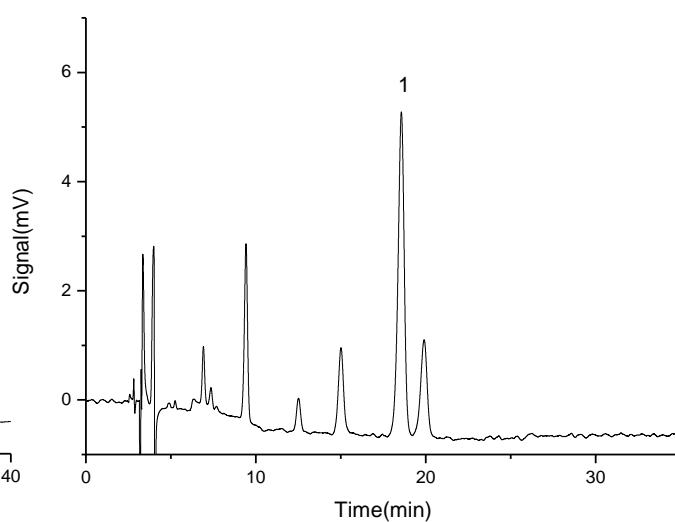


图 1-20(2) 银黄可溶性粉样品分析谱图

1. 绿原酸

1.21 溴氰菊酯溶液分析

【测试条件】

流动相：异辛烷:二氧六环=95:5

色谱柱：Supersil SO2 5 μ m 4.6 \times 250mm

流量：1.0mL/min

检测波长：245nm

进样体积：20 μ L

柱温：室温

【谱图】

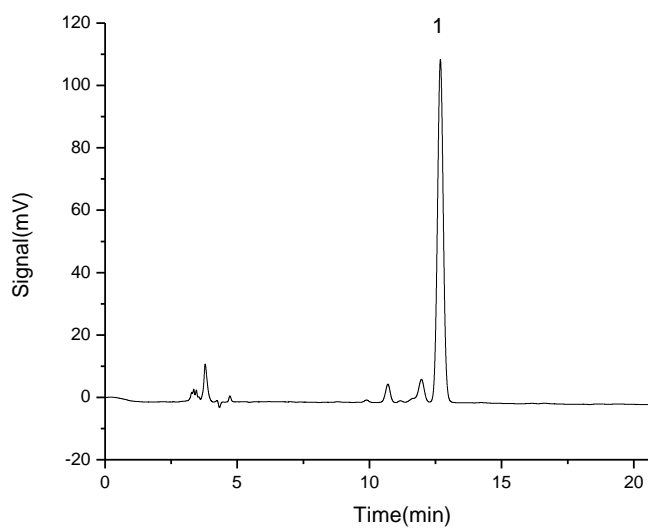


图 1-21(1) 溴氰菊酯对照分析谱图

1. 溴氰菊酯

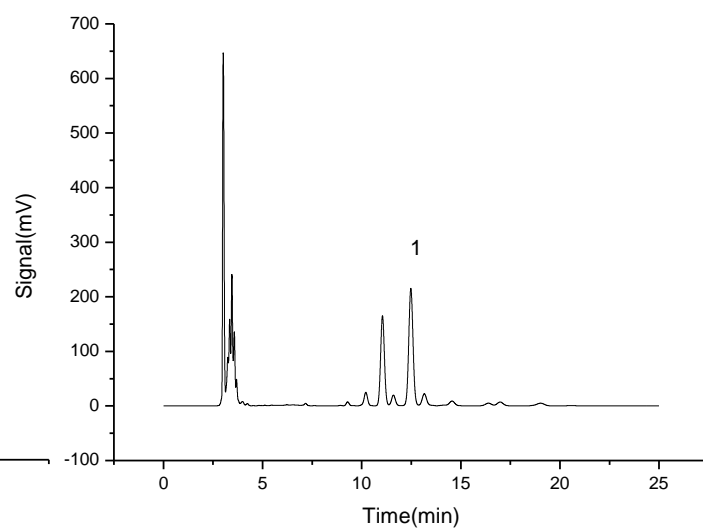


图 1-21(2) 溴氰菊酯样品溶液分析谱图

1. 溴氰菊酯

第2章 系统配制

2.1 Agress 1100 系列推荐配置

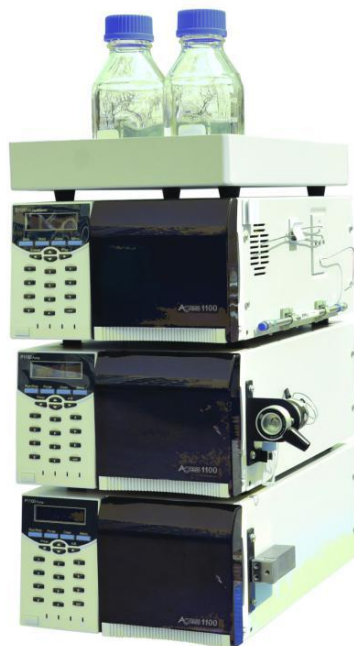


表2-1 Agress 1100型高效液相色谱系统配置清单

序号	仪器名称	等度系统	梯度系统
1	D1100紫外-可见检测器	1台	1台
2	P1100高压恒流泵	1台	2台
3	ST1100溶剂脱盘	1台	1台
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	1个
5	VB1110阀支架	1个	1个
6	GM1100型梯度混合器	--	1个
7	Elitapex色谱数据处理工作站	1套	1套
8	Agress1100系统工具包	1套	1套
9	Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 200mm 液相色谱柱	1支	1支
10	500mL无色溶剂瓶 (选配)	2只	2只
11	O1100色谱柱恒温箱 (选配)	1台	1台

2.2 EClassical 3100 系列推荐配置



表2-2 EClassical 3100型高效液相色谱系统配置清单

序号	仪器名称	等度系统	梯度系统
1	UV3100紫外-可见检测器	1台	1台
2	P3100高压恒流泵	1台	2台
3	TP3100溶剂托盘	1台	1台
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	1个
5	ZJ-1阀支架	1个	1个
6	TD-1-15型梯度混合器	--	1个
7	色谱数据处理工作站	1套	1套
8	EClassical 3100系统工具包	1套	1套
9	Supersil ODS2 5 μ m 4.6 \times 200mm 液相色谱柱	1支	1支
10	500mL溶剂瓶（无色）（选配）	2只	2只
11	O3100色谱柱恒温箱（选配）	1台	1台
12	S3100自动进样器（选配）	1台	1台

2.3 其它选配及检测项

表2-3 其它可选配检测器

序号	仪器名称	数量
1	RI-201H示差折光检测器（选配）	1台
2	蒸发光检测器（选配）	1台

表2-4 其它可选配检测器检测样品表

编号	示差折光检测器检测样品	蒸发光散射检测器检测样品
1	右旋糖苷 40	马鞭草
2	右旋糖苷 40 葡萄糖注射液	巴戟天
3	右旋糖苷 40 氯化钠注射液	四季青
4	右旋糖苷 70	地肤子
5	右旋糖苷 70 葡萄糖注射液	伊贝母
6	右旋糖苷 70 氯化钠注射液	桔梗
7	右旋糖酐铁	益母草
8	右旋糖酐铁注射液	浙贝母
9	山梨醇	黄芪
10	山梨醇注射液	商陆
11	马度米星铵	路路通
12	马度米星铵预混剂	酸枣仁
13	甘露醇	薏苡仁
14	甘露醇注射液	硫酸卡那霉素
15	麦芽糖	注射用硫酸卡那霉素
16	乳糖	硫酸庆大霉素
17	倍他环糊精	硫酸链霉素
18	羟丙基倍他环糊精	胆固醇
19		蛋黄卵磷脂

大连公司

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号
公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部
公司传真：0411-84732323
客服电话：400-66-35483
公司网址：<http://www.eliteHPLC.com>



苏州公司

苏州工业园区金鸡湖大道 99 号苏州纳米城西北区 14 栋 501
电话：0512-67997572

北京办事处

地址：北京市朝阳区汤立路 201 号东亚奥北中心南区 4 号楼 2 单元 2307 室
电话：13624984285

济南办事处

地址：山东省济南市历下区奥体西路 1222 号力高国际 10 楼 1-1816 室
电话：18842689516

上海办事处

地址：徐汇区梅陇路 130 号华东理工大学实验四楼 204 室
电话：15140566435

武汉办事处

地址：武汉市洪山区鸿桂苑东区 1 栋 1 单元 2501
电话：18842683216

南京办事处

地址：江苏省南京市建邺区云锦路 45 号万达东坊 14 幢 608 室
电话：13951643881

厦门办事处

地址：厦门市集美区鱼福三里 383 号 127 单元
电话：18842685196

西安办事处

地址：陕西省西安市西稍门十字西南角柠檬宫舍 11505 室
电话：18842681836

广州办事处

地址：广州市白云区东兴二街 3 号擎山苑 C2 栋 1404 房
电话：18842683616

成都办事处

地址：成都武侯区九兴大道 6 号高发大厦 A 座 610
电话：18842681865