

头孢唑肟钠有关物质测定

GLS-LC-0102

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

色谱柱: InertSustainSwift C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-88027)

GL Filter针式过滤器(GLS0602 13mmx0.22μm Nylon)

GL Vial样品瓶(GLS0008 1.5mL透明瓶带刻度+GLS0143红膜白胶垫片)

2. 检测项目: 含量测定

2.1 标准内容: 参考自2020版中国药典一部

色谱条件: 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm×250mm,5μm); 以pH3.6缓冲液(取枸橼酸1.42g、磷酸氢二钠2.31g,加水溶解并稀释至1000mL)为流动相A,-乙腈为流动相B;按下表进行线性梯度洗脱;柱温为40°C;流速为每分钟0.8mL;检测波长为254nm。进样体积20μL。

时间(分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0	97	3
10	85	15
20	40	60
25	40	60
26	97	3
35	97	3

系统适用性要求: 系统适用性溶液(1)的色谱图中,头孢唑肟峰的保留时间约为12~13分钟,头孢唑肟峰与相对保留时间约为0.9的杂质峰之间的分离度应大于6.0。系统适用性溶液(2)的色谱图中,二聚物峰的相对保留时间约为1.3。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于10。

2.2 溶液配制

pH7.0磷酸盐缓冲液: 取磷酸二氢钾3.63g、磷酸氢二钠14.33g,加水溶解并稀释至1000mL。

供试品溶液的制备: 取本品适量,加pH7.0磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每1mL中约含1.5mg的溶液。

对照溶液的制备: 精密量取供试品溶液适量,用pH7.0磷酸盐缓冲液定量稀释制成每1mL中约含3μg的溶液。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences(Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177



技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

灵敏度溶液的制备：精密量取对照溶液适量，用pH7.0磷酸盐缓冲液定量稀释制成每1mL中约含0.75 μ g的溶液。

系统适用性溶液（1）的制备：称取头孢唑肟钠约15mg，置10mL量瓶中，加0.1mol/L氢氧化钠溶液1mL，放置30分钟，用pH7.0磷酸盐缓冲液稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液（2）的制备：称取头孢唑肟钠适量，加pH7.0磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每1mL中约含0.1g的溶液，放置24小时后，用pH7.0磷酸盐缓冲液制成每1mL约含1.5mg的溶液。

2.3 实验条件

色谱柱：InertSustainSwift C18 250 \times 4.6mm,5 μ m(P/N:5020-88027)

流动相A：pH3.6缓冲液(取枸橼酸1.42g、磷酸氢二钠2.31g，加水溶解并稀释至1000mL)

流动相B：乙腈

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0	97	3
10	85	15
20	40	60
25	40	60
26	97	3
35	97	3

※完全符合标准

流速：0.8mL/min

柱温：40 $^{\circ}$ C

检测波长：254nm

进样量：20 μ L

柱压：9.1MPa

检测器：UV

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences(Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址:上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话:021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址:上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话:021-64260228

● 成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话:028-85596177



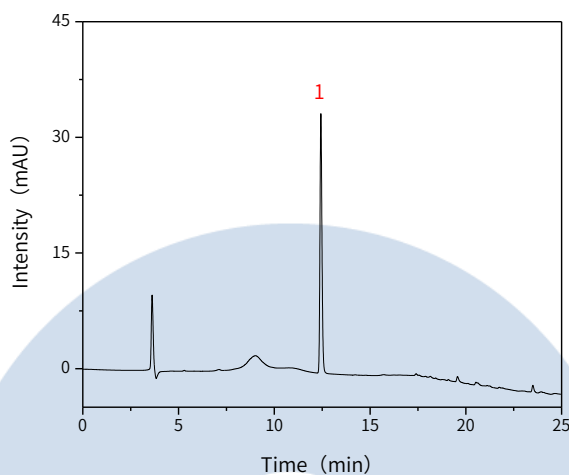
技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

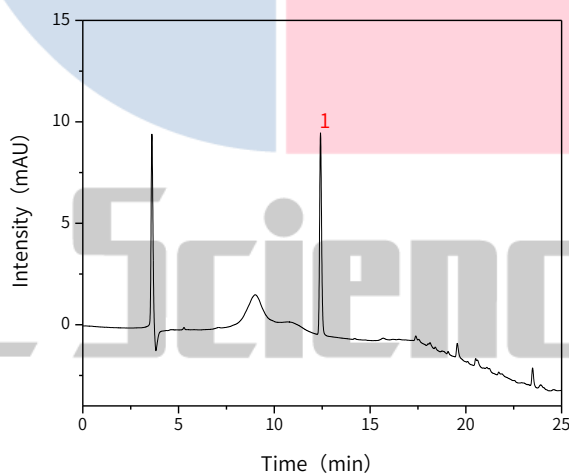
2.4 实验图谱

【分析结果】对照溶液谱图



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	头孢唑肟	12.43	243.84	33.65	68870	1.16

【分析结果】灵敏度溶液谱图



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res	S/N
1	头孢唑肟	12.41	71.26	9.94	69787	1.12	/	99

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences(Shanghai) Ltd.

- 上海总公司

地址:上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话:021-62782272

- 技尔应用技术中心

地址:上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话:021-64260228

- 成都分公司

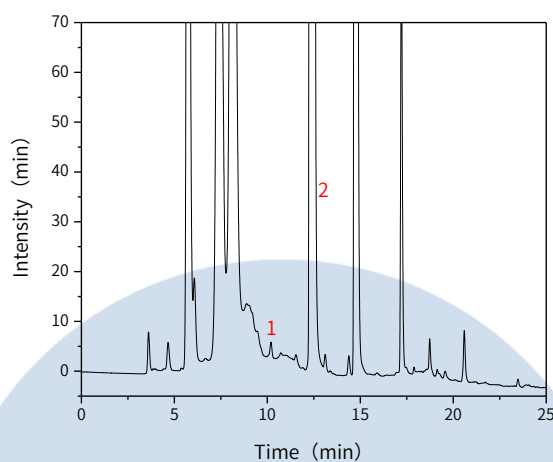
地址:成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话:028-85596177



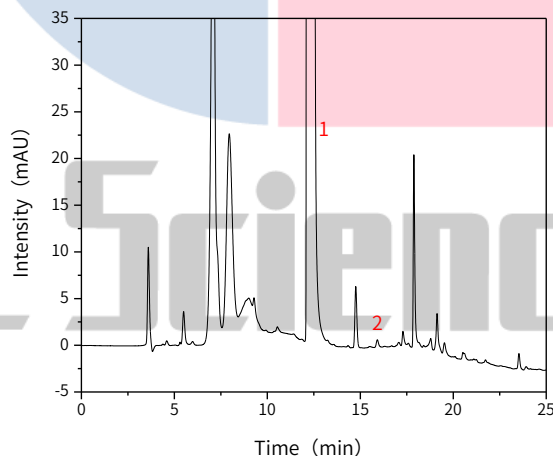
技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

【分析结果】系统适用性溶液 (1) 谱图


No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res	RRT
1	杂质	10.20	25.18	3.16	43378	0.76	/	0.82
2	头孢唑肟	12.42	27327.29	1999.88	18610	0.92	9.42	1.00

【分析结果】系统适用性溶液 (2) 谱图


No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res	RRT
1	头孢唑肟	12.38	38469.72	1999.70	8995	0.78	/	1.00
2	二聚物	15.92	6.80	0.82	86359	1.40	7.63	1.30

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences(Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

 地址:上海市长宁区仙霞路319号
 远东国际广场A座902-903室
 电话:021-62782272

● 技尔应用技术中心

 地址:上海市徐汇区桂林路418号
 1号楼701室
 电话:021-64260228

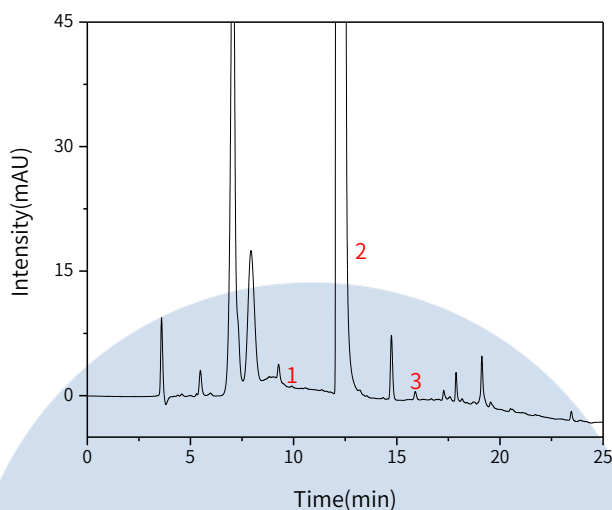
● 成都分公司

 地址:成都市锦江区东御街18号
 百扬大厦1707室
 电话:028-85596177


技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	RRT
1	杂质	10.34	0.27	0.05	78465	0.99	0.84
2	头孢唑肟	12.36	44405.08	1999.64	6645	0.74	1.00
3	二聚物	15.90	7.23	0.98	106012	1.11	1.30

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

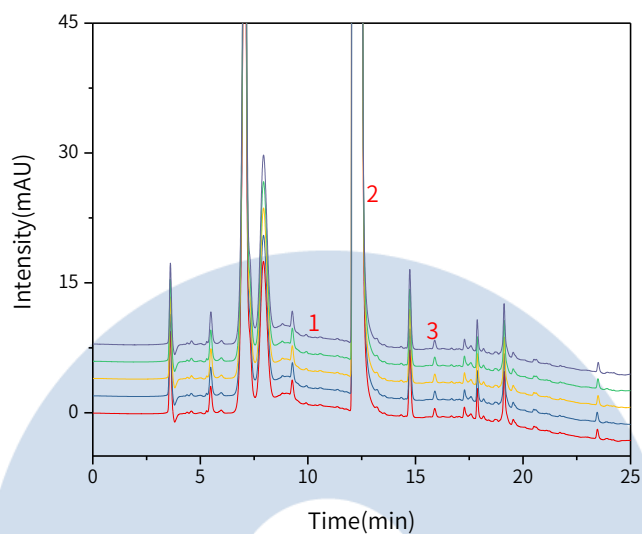
地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177



技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号



以头孢唑肟峰计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	12.36	44405.08	1999.64	6645	0.74
2	12.37	44000.12	1999.64	6774	0.74
3	12.36	44179.18	1999.66	6706	0.74
4	12.36	44080.34	1999.70	6739	0.74
5	12.35	44202.19	1999.74	6695	0.74

※此实验完全符合2020版中国药典要求

3. 结论

头孢唑肟钠按照2020版中国药典标准规定检测方法检测。有关物质项目中，头孢唑肟的保留时间为12.36分钟，与相对保留时间约0.9的杂质峰之间的分离度大于6.0，与二聚物的相对保留时间约为1.3，且5次实验重复性良好。故InertSustainSwift C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-88027)可以满足头孢唑肟钠的有关物质的检测需求。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

 地址:上海市长宁区仙霞路319号
 远东国际广场A座902-903室
 电话:021-62782272

● 技尔应用技术中心

 地址:上海市徐汇区桂林路418号
 1号楼701室
 电话:021-64260228

● 成都分公司

 地址:成都市锦江区东御街18号
 百扬大厦1707室
 电话:028-85596177


技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号