

## 注射用头孢他啶的测定

### 一. 试验描述:

注射用头孢他啶为白色粉末, 按 2010 版药典二部注射用头孢他啶含量测定项下精氨酸检测方法检测

### 二. 样品来源记录

样品测定描述: 精氨酸成分含量测定

### 三. 液相方法条件

方法来源: 《中国国家药典 2010 版第二部》;

具体方法:

色谱柱: Ultimate® Diol 二羟基丙基硅烷键合硅胶, 250×4.6mm, 5μm;

检测波长: 206nm;

流动相: 乙腈-pH2.0 磷酸盐缓冲液 (称取磷酸二氢铵 1.15g, 加水 800ml 溶解后, 用磷酸调节 pH 值至 2.0, 在用水稀释至 1000ml, 混匀) = 82: 18;

温 度: 室温 24 度;

流 速: 1.0ml/min;

进样量: 20ul;

样品处理方法:

YP1: 头孢他啶供试品的配置, 精密称取样品 2.5mg 置于 50ml 的量瓶中, 加流动相溶解稀释至刻度摇均, 过滤;

YP2: 头孢他啶对照品的配置, 精密称取样品 2.5mg 置于 50ml 的量瓶中, 加流动相溶解稀释至刻度摇均, 过滤;

YP3: 精氨酸对照品的配置, 精密称取样品 10mg 置于 50ml 的量瓶中, 加流动相溶解稀释至刻度摇均, 过滤;

注意事项:

1. 用流动相溶解样品;
2. 色谱柱的维护:

- 1) 一天分析开始前，先用乙腈：水=80：20 以 1.0ml/min 冲洗色谱柱 30min，然后用流动相走基线，基线平稳后进样；
- 2) 一天分析完成后，先用乙腈：水=10：90 以 1.0ml/min 反向冲洗色谱柱 45min，再用纯乙腈（或甲醇）：水=90：10 以 1.0ml/min 反向冲洗色谱柱 45min；
3. 缓冲溶液，隔天需重新配制。

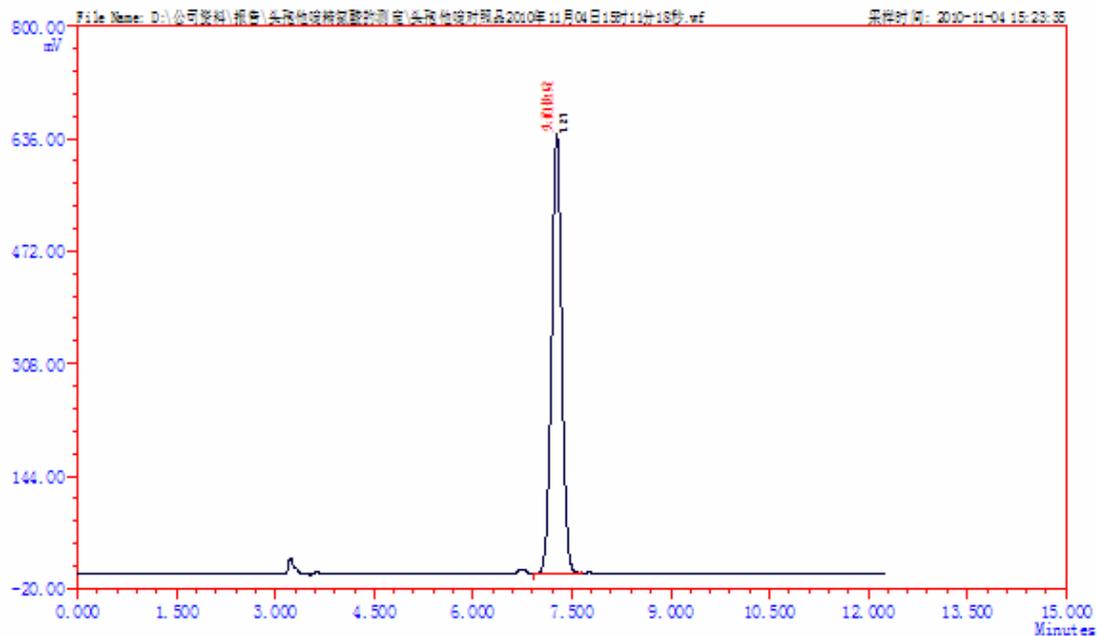
#### 四. 谱图及数据

##### 峰位确定：

1. 头孢他啶对照品：

#### LC-100 液相色谱分析报告

单位名称：月旭材料科技	分析日：2010-11-04 15:23:35
分析人员：	色谱柱：月旭 XB-Diol 柱长：250mm
样品名称：	柱温：室温
样品来源：	波长：206 nm
样品批号：	进样量：20
处理状态：	流动相：
备注：	流量：1.000 ml/min



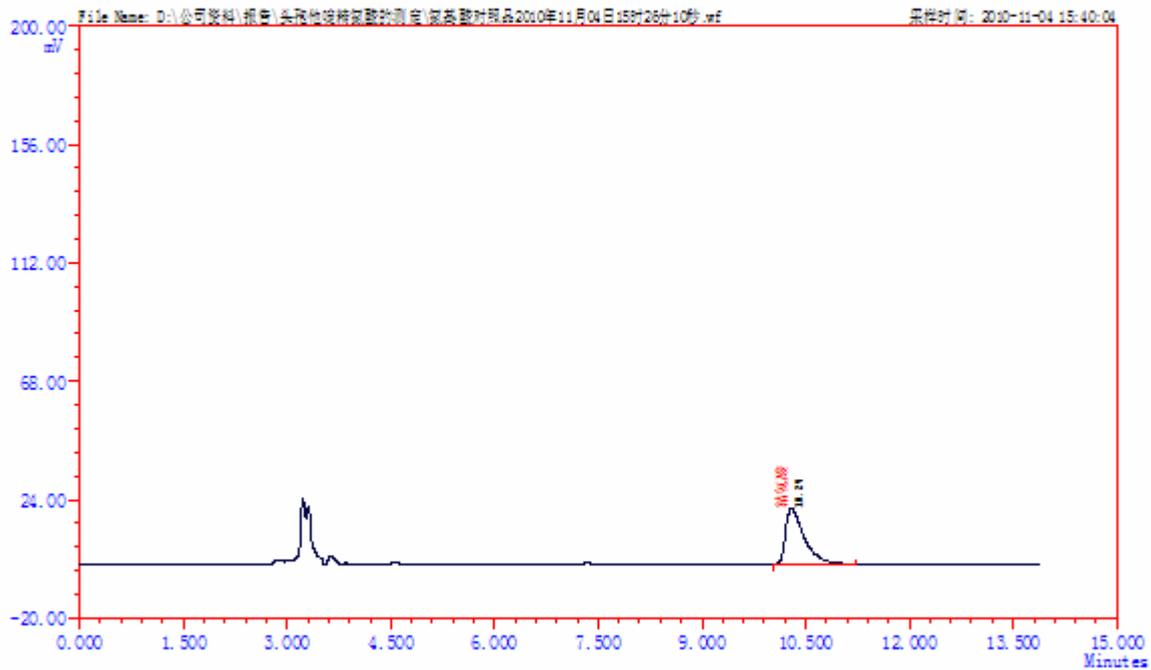
ID	组分名	保留时间	峰高	峰面积	浓度	理论塔板	拖尾因子	分离度
1	头孢他啶	7.272	64.13	695.115	100.000	10153	1.05	0.00
	Σ:		64.13	695.115	100.0000			

2. 精氨酸对照品:

**LC-100 液 相 色 谱 分 析 报 告**

单位名称: 月旭材料科技  
 分析人员:  
 样品名称:  
 样品来源:  
 样品批号:  
 处理状态:  
 备 注:

分析日: 2010-11-04 15:40:04  
 色谱柱: 月旭XB-Diol 柱长: 250mm  
 柱 温: 室温  
 波 长: 206 nm  
 进样量: 20  
 流动相:  
 流 量: 1.000 ml/min

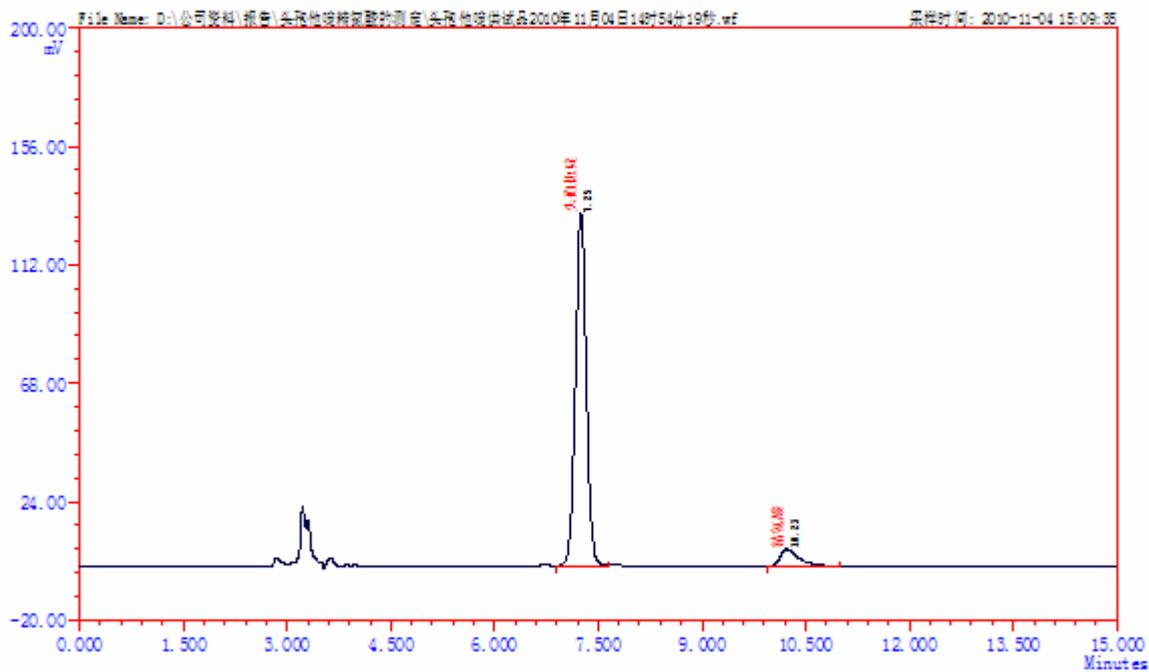


ID	组分名	保留时间	峰高	峰面积	浓度	理论塔板	拖尾因子	分离度
1	精氨酸	10.295	2.04	38.269	100.000	6820	2.42	0.00
	Σ:		2.04	38.269	100.0000			

3. 注射用头孢他啶:

**LC-100 液相色谱分析报告**

单位名称: 月旭材料科技	分析日: 2010-11-04 15:09:35
分析人员:	色谱柱: 月旭 KB-Diol 柱长: 250mm
样品名称:	柱温: 室温
样品来源:	波长: 206 nm
样品批号:	进样量:
处理状态:	流动相:
备注:	流量: 1.000 ml/min



ID	组分名	保留时间	峰高	峰面积	浓度	理论塔板	拖尾因子	分离度
1	头孢他啶	7.248	13.10	142.882	92.518	9961	1.06	0.00
2	精氨酸	10.228	0.63	11.555	7.482	7059	2.16	7.67
Σ:			13.73	154.437	100.0000			

结论: 根据 2010 版药典中注射用头孢他啶项下精氨酸的检测要求, 在药典允许的条件下调整了流动相, 将乙腈增加到 82%, 精氨酸和头孢他啶之间的分离度为 7.67, > 药典规定的分离度大于 6, 符合规定。