

## 测试报告

样品信息			
样品名称	头孢泊肟酯	编号	W20141020-001
样品重量	\	剂型	\
收样日期	2014/10/20	测试期间	2014/10/20-11/07
样品描述	白色粉末		
测试需求			
测试成分	有关物质		
参考标准			
参考标准	2015 版药典征求意见稿	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	岛津 LC-20AD

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate®XB-C18 ( 4.6*150mm , 5μm )
流动相:	流动相 A: 水: 甲醇: 甲酸=600: 400: 1 流动相 B: 水: 甲醇: 甲酸=50: 950: 1
检测波长:	254nm
柱温:	30℃
流速:	0.6ml/min
进样量:	20μl
注意事项:	柱温会影响出峰时间, 方法中未规定柱温, 本实验采用 30℃

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:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

● **流动相配置:**

流动相 A: 水: 甲醇: 甲酸=600: 400: 1

流动相 B: 水: 甲醇: 甲酸=50: 950: 1

稀释液: 水-乙腈-乙酸 (99: 99: 2)

梯度程序:

时间 ( min )	流动相 A ( % )	流动相 B ( % )
0	95	5
65	95	5
145	15	85
155	15	85
158	95	5

● **对照溶液的配置:**

空白溶液: 稀释液

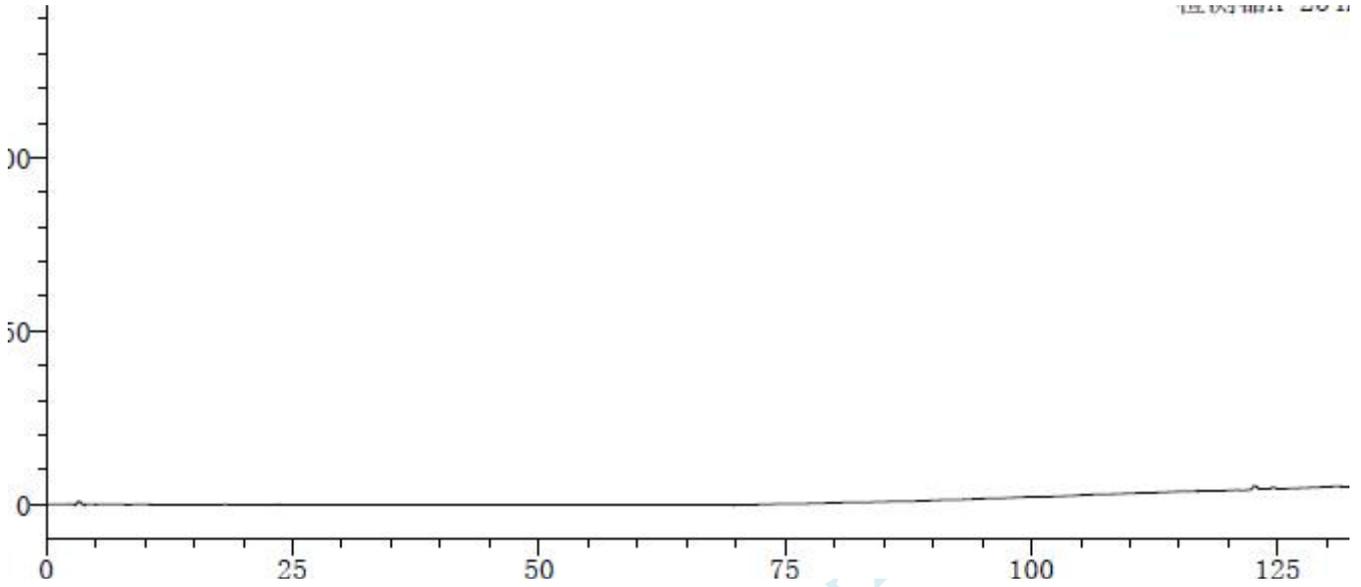
供试品溶液: 取本品适量, 精密称定, 加上述稀释溶剂溶解并定量稀释制成每1ml 中约含头孢泊肟 1.0mg的溶液, 作为供试品溶液

对照溶液: 精密量取适量供试品溶液, 用稀释溶剂定量稀释制成每1ml 中约含头孢泊肟0.01mg的溶液, 作为对照溶液

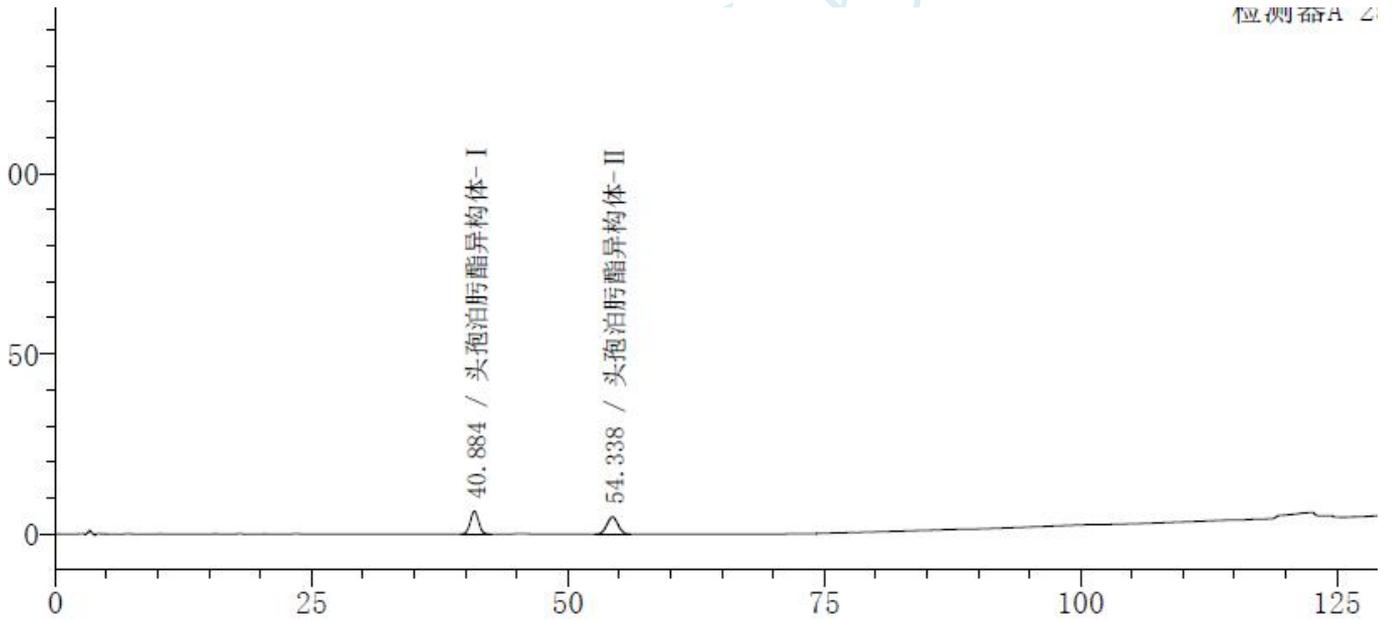
系统适用性溶液: 取头孢泊肟酯对照品适量 (约相当于头孢泊肟50mg), 置50ml 量瓶中, 加稀释溶剂 [水-乙腈-乙酸 (99: 99: 2) ] 适量使溶解, 置紫外灯下照射12小时后, 加30%双氧水3ml, 放置60分钟, 用稀释溶剂稀释至刻度, 摇匀, 作为系统适用性溶液

● 谱图和数据:

1. 空白溶液



2. 对照溶液



<峰表>

检测器A 254nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	分离度(USP)
1	40.884	头孢泊肟酯异构体-I	359536	6325	--
2	54.338	头孢泊肟酯异构体-II	359336	4783	7.717
总计			718872	11108	

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。

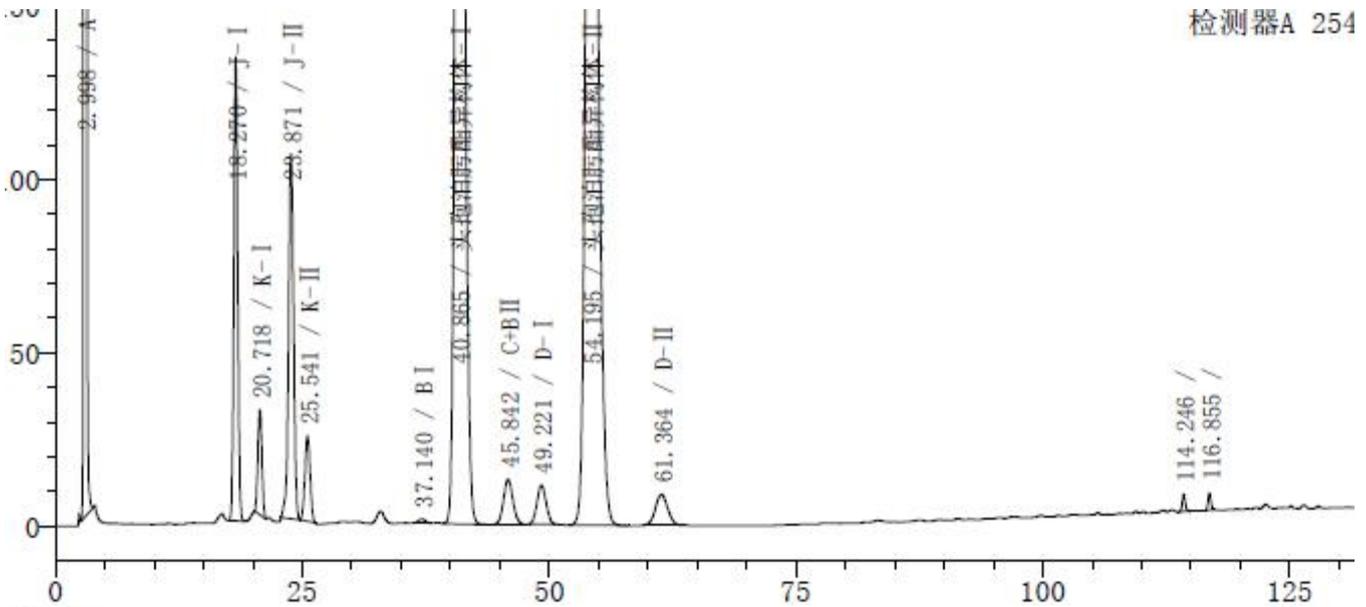
Add:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

### 3. 系统适用性溶液



#### <峰表>

检测器A 254nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	分离度(USP)
1	2.998	A	31841351	2195130	--
2	18.270	J- I	3601227	134005	27.962
3	20.718	K- I	867662	30246	3.290
4	23.871	J- II	3702591	105493	3.739
5	25.541	K- II	903394	24615	1.764
6	37.140	B I	49949	1098	10.416
7	40.865	头孢泊肟酯异构体- I	26484426	461912	2.701
8	45.842	C+B II	858158	13003	3.058
9	49.221	D- I	717674	11195	1.953
10	54.195	头孢泊肟酯异构体- II	26734325	348063	2.652
11	61.364	D- II	767359	8884	3.317
12	114.246		100201	4923	37.296
13	116.855		97289	4982	4.875
总计			96725605	3343548	

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。

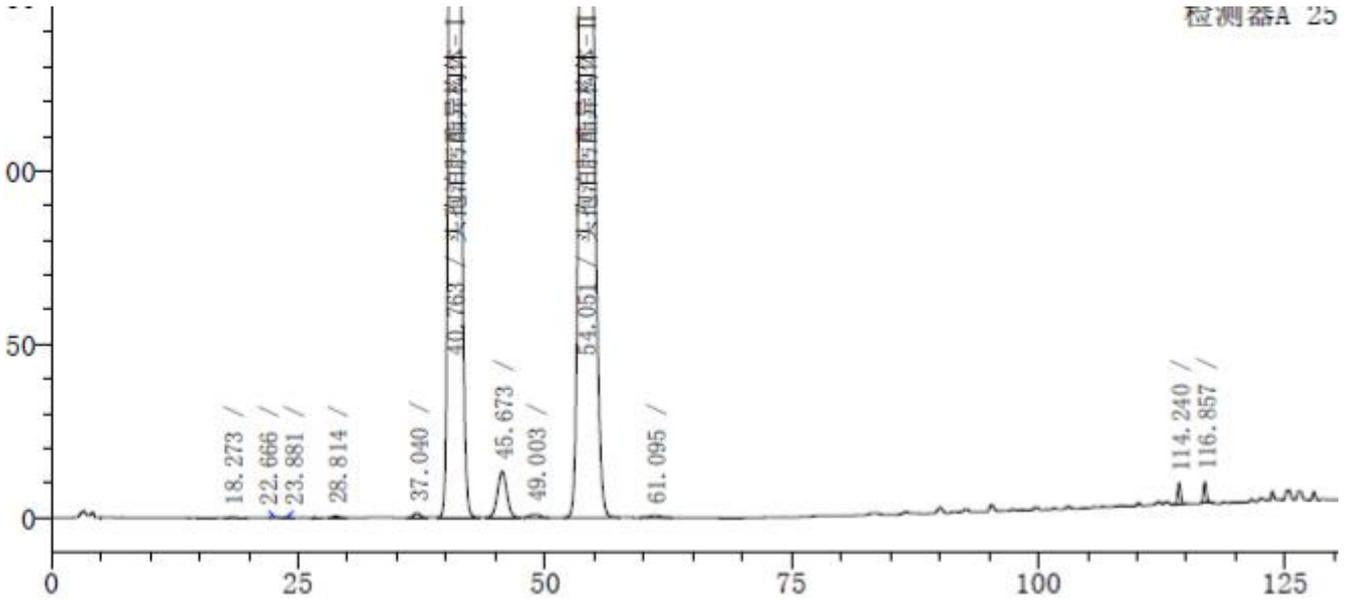
Add:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

## 4. 供试品溶液



检测器A 254nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	分离度(USP)
1	18.273		7187	260	--
2	22.666		7735	233	5.302
3	23.881		6262	200	1.383
4	28.814		23269	488	4.723
5	37.040		60607	1265	6.495
6	40.763	头孢泊肟酯异构体-I	33138843	576296	2.654
7	45.673		862677	13271	3.027
8	49.003		53439	870	1.976
9	54.051	头孢泊肟酯异构体-II	33335661	433540	2.740
10	61.095		44552	506	3.230
11	114.240		123026	5974	37.019
12	116.857		129016	6173	4.838
总计			67792273	1039076	

## ● 结论

征求意见稿要求	头孢泊肟酯异构体-I 与头孢泊肟酯异构体-II 分离度 $R \geq 4.0$	头孢泊肟酯异构体-I 与杂质 C 分离度 $R \geq 1.5$	头孢泊肟酯异构体-II 与杂质 D-I 分离度 $R \geq 1.5$	头孢泊肟酯异构体-II 与杂质 D-II 分离度 $R \geq 1.5$
色谱柱 (XB-C18)	7.717	3.058	2.652	3.317
是否符合要求	符合	符合	符合	符合

使用月旭 Ultimate®XB-C18 ( 4.6\*150mm , 5 $\mu$ m ) 色谱柱能满足要求。

## ● 检测方法

**【检查】 有关物质** 照高效液相色谱法（附录 VD）试验。

**色谱条件与系统适用性试验** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（4.6mm ×150mm，5μm；或效能相当的色谱柱），以水-甲醇-甲酸（600：400：1）为流动相 A，以水-甲醇-甲酸（50：950：1）为流动相 B，按下表一进行线性梯度洗脱，检测波长为 254nm；流速为 0.6ml/min。取头孢泊肟酯对照品适量（约相当于头孢泊肟 50mg），置 50ml 量瓶中，加稀释溶剂 [水-乙腈-乙酸（99：99：2）] 适量使溶解，置紫外灯下照射 12 小时后，加 30%双氧水 3ml，放置 60 分钟，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀，作为系统适用性溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，头孢泊肟酯异构体 I、杂质 C、杂质 D-I、头孢泊肟酯异构体 II 以及杂质 D-II 依次出峰，头孢泊肟酯 II 异构体峰的保留时间约为 68 分钟。头孢泊肟酯异构体 I 峰、II 峰之间分离度应不小于 4.0，杂质 C 峰与头孢泊肟酯异构体 I 峰以及头孢泊肟酯异构体 II 峰与杂质 D-I 峰、杂质 D-II 峰之间的分离度均应符合规定。

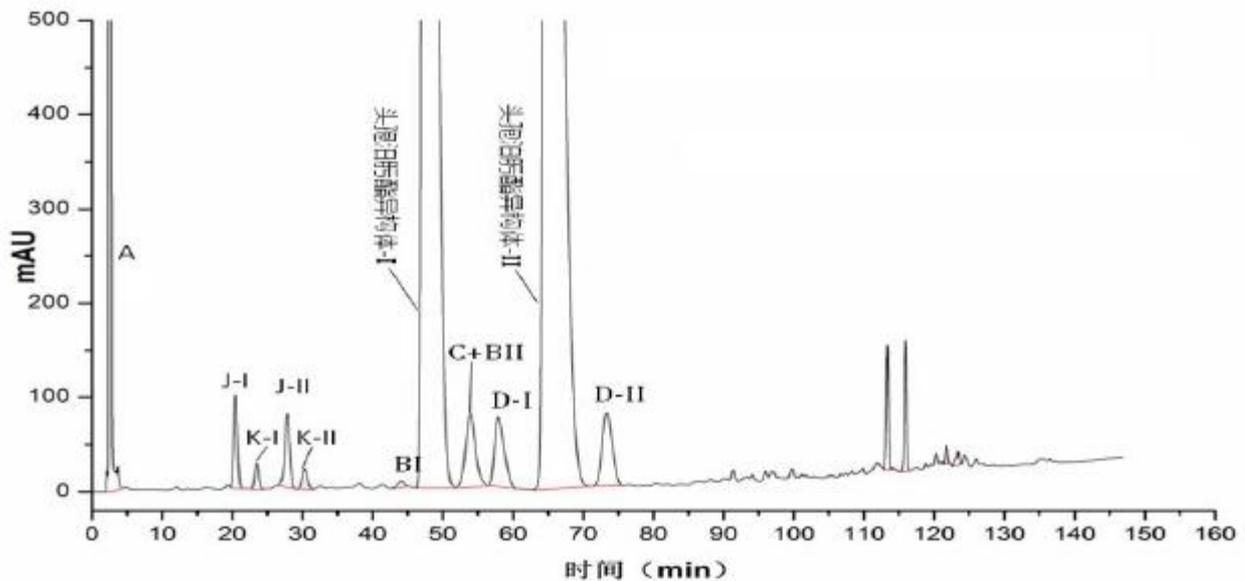
**测定法** 取本品适量，精密称定，加上述稀释溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 1.0mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用稀释溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 0.01mg 的溶液，作为对照溶液。精密量取供试品溶液和对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，头孢泊肟（杂质 A）峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的 0.5 倍（0.5%），杂质 B-I 峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的 1.0 倍（1.0%），杂质 C+杂质 B-II 的峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的 2.0 倍（2.0%），杂质 D-I 与杂质 D-II 的峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 1.0 倍（1.0%），杂质 F-I 与杂质 F-II 的峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 0.2 倍（0.2%），杂质 G 峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的 0.2 倍（0.2%），杂质 H-I 与杂质 H-II 的峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 1.0 倍（1.0%），其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的 0.1 倍（0.1%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 4.0 倍（4.0%）。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液两主峰面积之和 0.05 倍的峰忽略不计。

表一 梯度洗脱程序

时间	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	95	5
65	95	5
145	15	85
155	15	85
158	95	5

表二 头孢泊肟酯已知杂质的相对保留时间与限度

杂质名称	相对保留时间(RRT)	限度要求 不得过 (%)
杂质 A	0.07	0.5
杂质 B-I	0.69	1.0
头孢泊肟酯异构体 I	0.76	/
头孢泊肟酯异构体 II	1.00	/
杂质 C+杂质 B-II	0.85	2.0
杂质 D-I	0.91	1.0
杂质 D-II	1.14	
杂质 F-I	1.26	0.2
杂质 F-II	1.32	
杂质 G	1.48	0.2
杂质 H-I	1.76	1.0
杂质 H-II	1.78	
其它单个杂质	/	0.1



头孢泊肟酯系统适用性溶液典型色谱图

**报告签字**

测试: 李良翔

日期: 2014-11-07

审核: 薛昆鹏

日期: 2014-11-07

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:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com