

## 测试报告

样品信息			
样品名称	头孢曲松钠	编号	W20161115-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2016/11/01	测试期间	2016/11/14-15
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	有关物质测定		
参考标准			
参考标准	USP38	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	赛默飞 U3000

## ● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 6 款 C18 色谱柱, 5 $\mu$ m , 4.6 $\times$ 250mm
流动相	USP 标准流动相
检测波长:	254nm
柱温:	30 $^{\circ}$ C
流速:	1.0ml/min
进样量:	20 $\mu$ l
注意事项:	/

## ● 流动相配置:

溶液 A: 9g/L 磷酸二氢钾溶液 溶液 B: 24g/L 十二水合磷酸氢二钠溶液

溶液 C: 20g/L 柠檬酸溶液, 10N 氢氧化钠调 PH 至 5.0

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail: yanhuaye@welchmat.com

PH7.0 缓冲液配置: 38.9mlA 和 61.1mlB 混合, 用 10N 氢氧化钠调 PH 至 7.0

流动相: 2.0g 十四烷基溴化铵和 2.0g 四庚基溴化铵加 440ml 水, 加入 55ml PH7.0 缓冲液, 5ml 溶液 C, 和 500ml 乙腈混匀后抽滤超声。

### ● 样品处理方法:

7-ACA 对照溶液: 取适量用流动相溶解制成 0.3mg/ml 溶液, 摇匀, 即可;

三嗪环对照溶液: 取适量用流动相溶解制成 0.3mg/ml 溶液, 摇匀, 即可

AE 活性脂对照溶液: 取适量用流动相溶解制成 0.3mg/ml 溶液, 摇匀, 即可

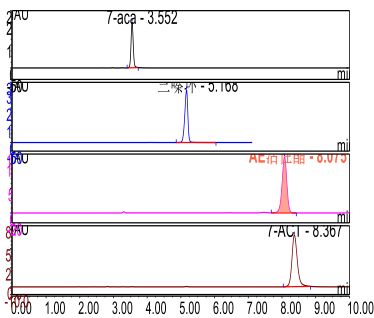
7-ACT 对照溶液: 取适量用流动相溶解制成 0.3mg/ml 溶液, 摇匀, 即可

样品溶液: 取头孢曲松钠粉末样品 5mg 至于 100ml 容量瓶, 用流动相溶解并稀释至刻度

### ● 谱图和数据:

1. Ultimate<sup>®</sup> ALK-C18 4.6\*250mm 5um 柱:

单标对照溶液:



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。

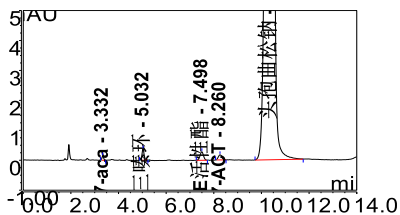
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

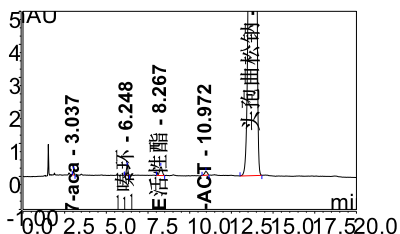
E-mail: yanhuaye@welchmat.com

样品溶液:



峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	相对峰面积 %	保留时间(头孢曲松)	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	7-aca	3.332	0.05	0.32	11.88	1.27	10555
2	三嗪环	5.032	0.18	0.49	11.82	1.08	16374
3	AE活性酯	7.498	0.22	0.72	2.86	0.95	13199
4	7-ACT	8.260	0.14	0.80	6.27	1.13	14694
5	头孢曲松钠	10.355	99.41	1.00	n.a.	0.92	10851

2、Ultimate® XB-C18 4.6\*250mm 5um 柱:



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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

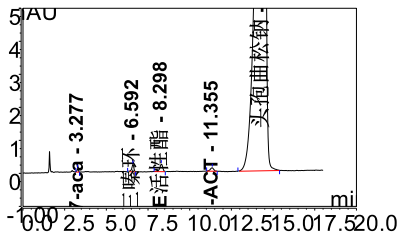
Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail: yanhuaye@welchmat.com

峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	相对峰面积 %	时间(头)	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	7-aca	3.037	0.04	0.22	23.64	1.00	17003
2	三嗪环	6.248	0.14	0.45	8.54	0.95	19423
3	AE活性酯	8.267	0.23	0.60	8.92	0.97	12589
4	7-ACT	10.972	0.10	0.80	7.27	0.91	19615
5	头孢曲松钠	13.778	99.49	1.00	n.a.	0.96	14317

3、Ultimate® AQ-C18 4.6\*250mm 5um 柱:



峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	相对峰面积 %	保留时间(头孢曲松)	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	7-aca	3.277	0.04	0.23	20.17	0.97	11815
2	三嗪环	6.592	0.15	0.46	6.73	0.79	15907
3	AE活性酯	8.298	0.22	0.58	9.46	0.80	12294
4	7-ACT	11.355	0.11	0.79	7.01	0.86	16997
5	头孢曲松	14.333	99.47	1.00	n.a.	0.75	12949

4、Ultimate® polar-rp 4.6\*250mm 5um 柱:

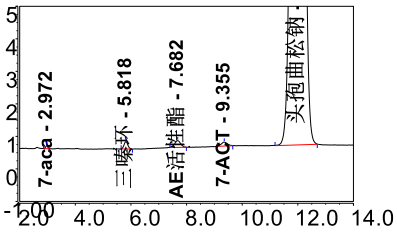
声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-808-6760

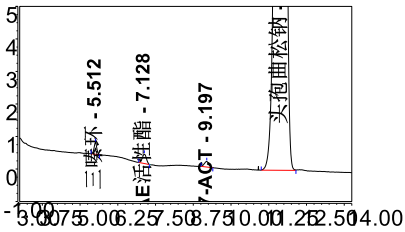
邮编: 321000

E-mail: yanhuaye@welchmat.com



峰结果	序号	峰名称	保留时间 min	相对峰面积 %	时间(头)	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
	1	7-aca	2.972	0.04	0.25	14.71	1.03	7141
	2	三嗪环	5.818	0.16	0.49	5.79	1.06	8852
	3	AE活性酯	7.682	0.23	0.64	4.23	1.00	5944
	4	7-ACT	9.355	0.14	0.78	5.40	1.08	8986
	5	头孢曲松钠	11.988	99.42	1.00	n.a.	1.02	6753

5、Xtimate® C18 4.6\*250mm 5um 柱:



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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

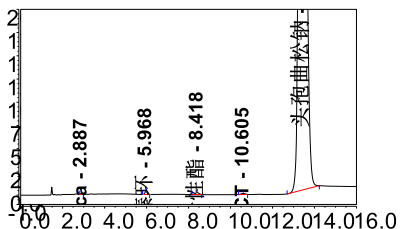
Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail: yanhuaye@welchmat.com

峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	相对峰面积 %	时间(头)	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
n.a.	7-aca	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
1	三嗪环	5.512	0.17	0.47	7.88	0.97	19033
2	AE活性酯	7.128	0.21	0.61	7.64	0.97	12850
3	7-ACT	9.197	0.14	0.79	7.01	1.02	15946
4	头孢曲松钠	11.640	99.49	1.00	n.a.	0.97	13067

6、Welchrom® C18 4.6\*250mm 5um 柱:



峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	相对峰面积 %	时间(头)	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	7-aca	2.887	0.03	0.22	19.16	0.98	11342
2	三嗪环	5.968	0.14	0.44	8.63	1.05	12439
3	AE活性酯	8.418	0.15	0.63	5.87	0.93	8994
4	7-ACT	10.605	0.08	0.79	5.50	0.93	11715
5	头孢曲松钠	13.417	99.59	1.00	n.a.	1.17	7185

● 结论:

杂质峰相对保留时间要求如下:

供试品溶液中任何小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰可忽略不计。接受标准见下表

名称	相对保留时间	标准规定 (≤%)
去乙酰基头孢噻肟内酯	0.20	0.2
7-氨基头孢烷酸	0.34	0.2
头孢曲松三嗪类似物	0.62	0.4
头孢曲松苯并噻唑衍	0.72	0.1
去乙酰基头孢曲松	0.78	0.3
头孢曲松	1.0	—
头孢曲松-3-烯异构体	1.3	0.1
头孢曲松 E 异构体	1.4	0.3
其他未知单杂	—	0.1
杂质总和	—	1.5

尝试的 6 款色谱柱, 出峰保留时间各有差异, 但要与标准相对保留时间一一对上, 比较困难, 建议挑选其中比较接近标准的 ALK 柱试用

**报告签字**

测试: 叶焱华

日期: 2016/11/15

审核: 陈再洁

日期: 2016/11/15