

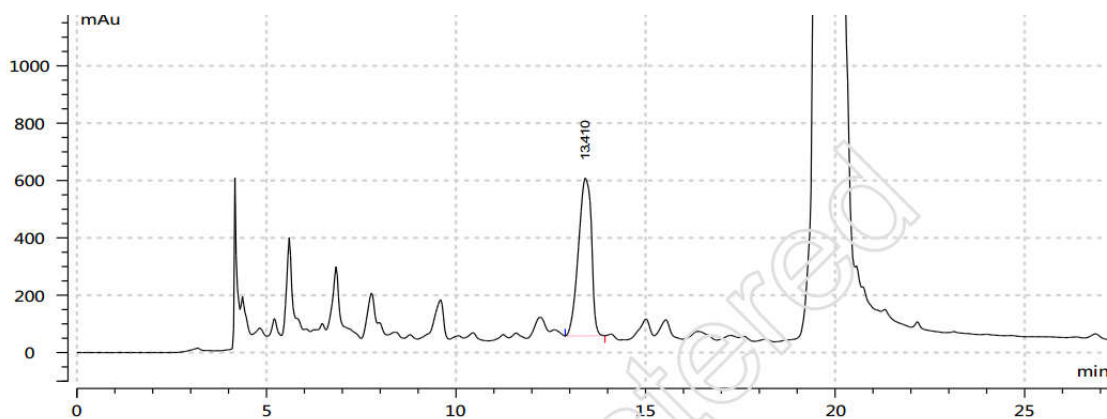
## 头孢拉定杂质 E 制备

### 一、杂质 E 制备

- 1、色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 (21.2×250mm, 5 μ m)
- 2、检测波长：220nm
- 3、流动相：A: 水 (用 10%乙酸调 pH4.5)      B: 甲醇

	A:水 (用10%乙酸调pH4.5)	B:甲醇
0	88	12
15	80	20
16	20	80
25	20	80
40	88	12

- 4、温度：室温；
- 5、流速：20ml/min
- 6、进样量：10ml。
- 7、溶液制备：样品溶液：取头孢拉定原料，用水制成 10mg/ml 的溶液，用滤纸滤过，即得。
- 8、样品浓缩：收集接收液，用 70℃减压旋转蒸干 (120 转)，用甲醇约 1ml 复溶，转移至 10ml 样品瓶中，氮吹至干，即得。
- 9、制备色谱图



## 二、杂质 E 鉴定：

- 1、色谱柱：月旭 Ultimate® AQ-C18 (4.6×250mm, 5 μm)
- 2、检测波长：220nm
- 3、流动相：A: 磷酸盐缓冲液 B: 甲醇

时间	流动相 A	流动相 B
0	99.5	0.5
2.5	97	3
11	75	25
13	60	40
16	60	40
19	20	80
19.1	99.5	0.5
25	99.5	0.5

磷酸盐缓冲液配制：称取磷酸二氢钾 2.72g,溶于 1000ml 水，用磷酸调节 pH 为 3.0，抽滤，即得。

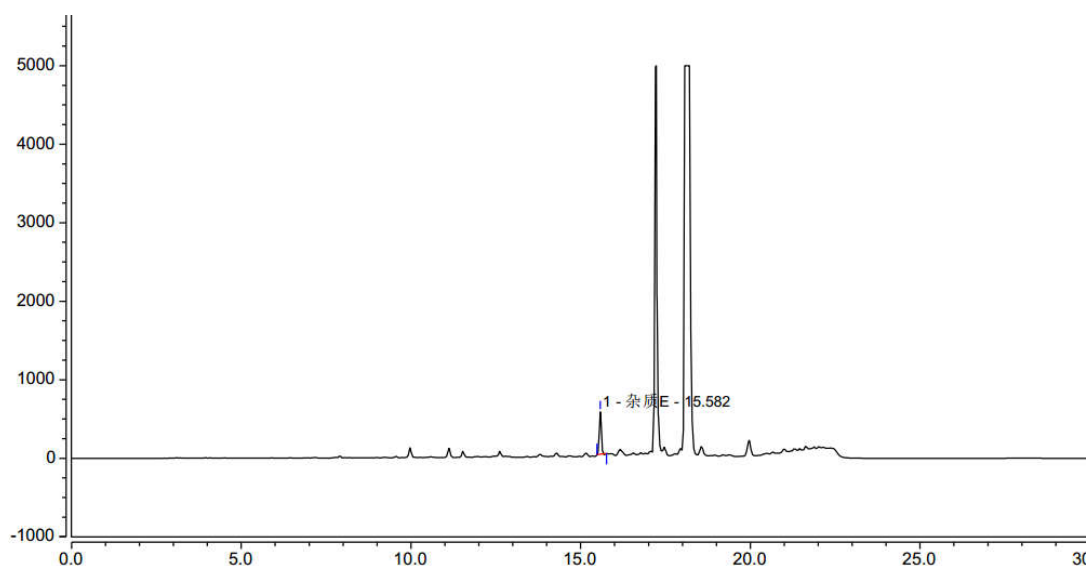
- 4、温度：30℃；
- 5、流速：1ml/min
- 6、进样量：20ul。
- 7、溶液制备：

样品溶液：取头孢拉定原料，用水制成 6mg/ml 的溶液，用滤过，即得。

杂质 E 溶液：取甲醇复溶杂质 E20ul，用水 1ml 溶解，即得。

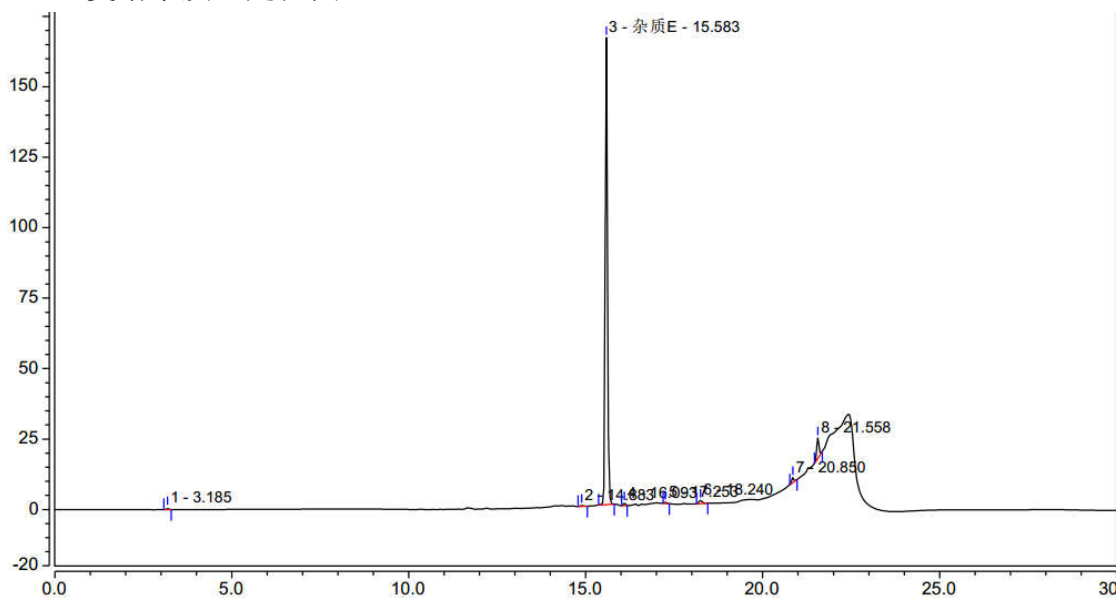
## 8、色谱图

### 8.1 样品图：



序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	不对称度 (EP)	分离度 (EP)
1	杂质E	15.58	36.077	539.587	331045	1.00	n.a.

## 8.2 复溶杂质 E 定位图



序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (EP)	不对称度 (EP)	分离度 (EP)
1		3.18	0.030	0.642	30875	1.19	110.18
2		14.88	0.031	0.336	179780	1.42	5.60
3	杂质E	15.58	11.817	165.774	320652	1.11	4.85
4		16.09	0.060	0.965	409078	1.19	10.07
5		17.25	0.038	0.480	280763	1.30	6.72
6		18.24	0.125	1.182	197546	1.26	19.28
7		20.85	0.121	1.839	604656	1.10	6.65
8		21.56	0.501	7.191	659181	1.12	n.a.
<b>Total:</b>			<b>12.724</b>	<b>178.409</b>	<b>2682531.00</b>	<b>9.68</b>	