

头孢拉定含量测定系统适用性试验

SGLC-LC-100

摘要：本文建立了头孢拉定含量测定系统适用性试验的 HPLC 测定方法。结果表明，参照《中国药典》中色谱分析条件，采用色谱柱 Shim-Pack GIST C18 (4.6×150mm, 3μm)、Shim-Pack FC-ODS (4.6×150 mm, 3 μm)、WondaSil C18 Superb (4.6×250 mm, 5 μm)和 Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5 μm)，对头孢拉定系统适用性溶液进行分析，头孢拉定峰和头孢氨苄峰峰形对称，分离度远大于 1.5，满足《中国药典》需求，此方法可为头孢拉定系统适用性试验提供参考。

关键词：头孢拉定 Shim-pack GIST C18 Shim-pack FC-ODS WondaSil C18 Superb
Shim-pack VP-ODS HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20A 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack GIST (4.6×150 mm, 3 μm; P/N: 227-30011-07; C/N: 18C02447)；

Shim-pack FC-ODS (4.6×150 mm, 3 μm; P/N: 228-40511-93; S/N: RB14SDA)；

WondaSil C18 Superb (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 5020-39203; S/N: 7I3707-05)；

Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 228-34937-92; S/N: 8012802)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 系统适用性溶液的制备

取头孢拉定对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1 mL 中含头孢拉定 10 μg 的溶液，作为头孢拉定对照品溶液；取头孢拉定对照品溶液 1 mL 和头孢氨苄对照品溶液 (0.4 mg/mL) 100 μL，混匀，作为系统适用性溶液备用。

1.3 分析条件及实验结果

1.3.1 分析条件

色谱柱：WondaSil C18 Superb (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 5020-39203; S/N: 7I3707-05)

流动相：水-甲醇-3.86%醋酸钠溶液-4%醋酸溶液 (1564: 400: 30: 6)

柱温：40℃

检测波长：254 nm

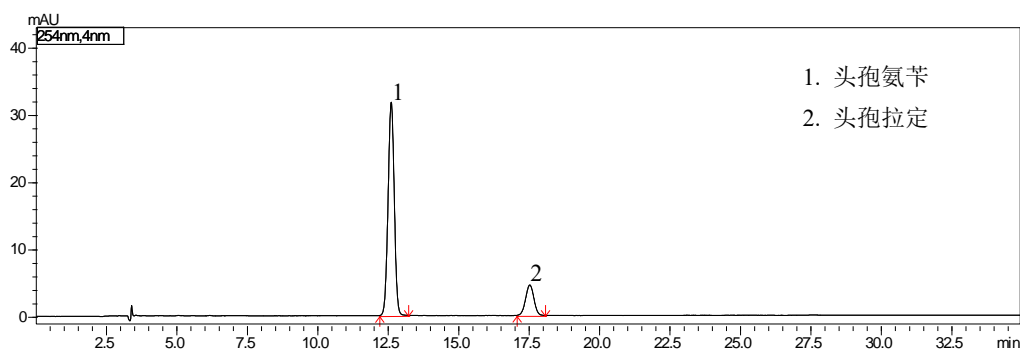
流速：0.9 mL/min

进样量：10 μL

实验结果

按照上述色谱条件 (1.3.1) 进行采集，系统适用性溶液色谱图如下：

系统适用性溶液：



名称	保留时间	峰面积	峰高	理论板数	拖尾因子	分离度
头孢氨苄	12.638	484721	31700	15005	0.995	--
头孢拉定	17.556	92372	4525	16406	0.994	10.235

重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
头孢氨苄	12.630	12.613	12.638	0.10	485640	484963	484721	0.10
头孢拉定	17.550	17.531	17.556	0.07	92362	92666	92372	0.19

1.3.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18 (4.6×150 mm, 3 μm; P/N: 227-30011-07; C/N: 18C02447)

流动相：水-甲醇-3.86%醋酸钠溶液-4%醋酸溶液 (1564: 400: 30: 6)

柱温：40℃

检测波长：254 nm

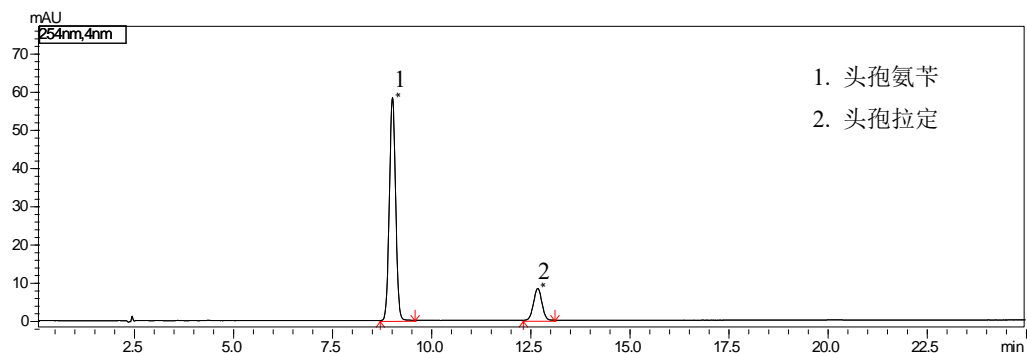
流速：0.7 mL/min

进样量：10 μL

实验结果

按照上述色谱条件 (1.3.2) 进行采集，系统适用性溶液色谱图如下：

系统适用性溶液：



名称	保留时间	峰面积	峰高	理论板数	拖尾因子	分离度
头孢氨苄	9.034	641020	58340	14278	1.030	--
头孢拉定	12.699	122162	8344	16360	1.008	10.479

重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
头孢氨苄	9.033	9.034	9.030	0.02	640721	641020	640489	0.04
头孢拉定	12.710	12.699	12.696	0.06	122912	122162	122390	0.31

1.3.3 分析条件

色谱柱：Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 228-34937-92; S/N: 8012802)

流动相：水-甲醇-3.86%醋酸钠溶液-4%醋酸溶液 (1564: 400: 30: 6)

柱温：40℃

检测波长：254 nm

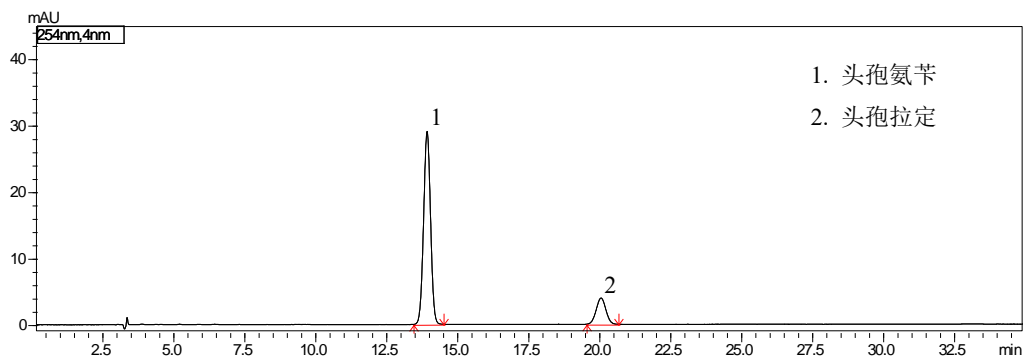
流速：0.9 mL/min

进样量：10 μL

实验结果

按照上述色谱条件 (1.3.3) 进行采集，系统适用性溶液色谱图如下：

系统适用性溶液：



名称	保留时间	峰面积	峰高	理论板数	拖尾因子	分离度
头孢氨苄	13.952	493640	29011	14849	1.006	--
头孢拉定	20.077	93419	3952	16009	1.013	11.211

重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
头孢氨苄	13.951	13.957	13.952	0.02	494053	494034	493640	0.05
头孢拉定	20.089	20.091	20.077	0.04	93715	93728	93419	0.19

1.3.4 分析条件

色谱柱: Shim-pack FC-ODS (4.6×150 mm, 3 μm; P/N: 228-40511-93; S/N: RB14SDA)

流动相: 水-甲醇-3.86%醋酸钠溶液-4%醋酸溶液 (1564: 400: 30: 6)

柱温: 40℃

检测波长: 254 nm

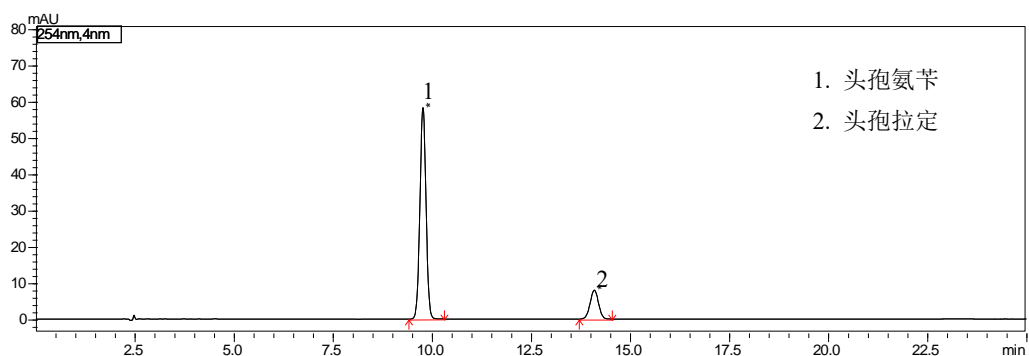
流速: 0.7 mL/min

进样量: 10 μL

实验结果

按照上述色谱条件 (1.3.4) 进行采集, 系统适用性溶液色谱图如下:

系统适用性溶液:



名称	保留时间	峰面积	峰高	理论板数	拖尾因子	分离度
头孢氨苄	9.786	627838	58255	17517	1.012	--
头孢拉定	14.110	118362	7965	19753	0.993	12.403

重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				面积 (Area ,n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
头孢氨苄	9.796	9.786	9.793	0.05	629134	627838	629984	0.17
头孢拉定	14.134	14.110	14.128	0.09	118722	118362	118411	0.16

2. 结论

本文建立了头孢拉定系统适用性试验的 HPLC 测定方法。结果表明，参照《中国药典》中色谱分析条件，采用色谱柱 Shim-pack GIST C18、Shim-pack FC-ODS、WondaSil C18 Superb 和 Shim-pack VP-ODS，对头孢拉定系统适用性溶液进行分析，头孢拉定峰和头孢氨苄峰峰形对称，分离度远大于 1.5，满足《中国药典》需求，此方法可为头孢拉定系统适用性试验提供参考。