

# 注射用头孢哌酮钠舒巴坦钠有关物质的测定

SGLC-LC-116

**摘要：**本文建立了注射用头孢哌酮钠舒巴坦钠有关物质的 HPLC 测定方法。参照《中国药典》中色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack VP-ODS (5  $\mu\text{m}$ , 4.6 $\times$ 250mm) 分析注射用头孢哌酮钠舒巴坦钠有关物质，各个色谱峰的分度均良好，峰形和重现性良好，满足 2015 版《中国药典》要求。此方法可为注射用头孢哌酮钠舒巴坦钠有关物质的检测提供参考。

**关键词：**注射用头孢哌酮钠舒巴坦钠 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 VP-ODS (4.6 $\times$ 250 mm, 5  $\mu\text{m}$ ; P/N: 228-34937-92; S/N: 8102691)；

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 供试品溶液的制备

取本品适量，精密称定，按标示量加流动相溶解并定量稀释制成每 1mL 中约含 4 mg 的溶液，作为供试品溶液。

### 1.3 分析条件

色谱柱：Shim-pack VP-ODS (4.6 $\times$ 250 mm, 5  $\mu\text{m}$ , P/N: 228-34937-92; S/N: 8102691)；

流动相：0.005mol/L 氢氧化四丁基铵溶液 (取 40%氢氧化四丁基铵溶液 6.6 mL, 加水 1800mL

后，用 1 mol/L 磷酸溶液调节 pH 值至 4.0, 再用水稀释至 2000 mL) -乙腈 (76: 24)

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$

检测波长：220 nm

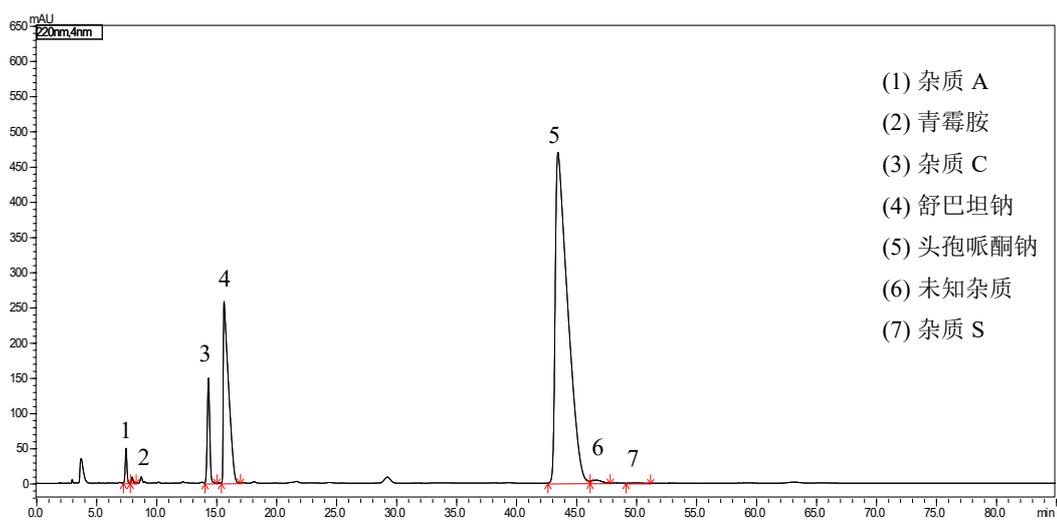
流速：1.0 mL/min

进样量：10  $\mu$ L

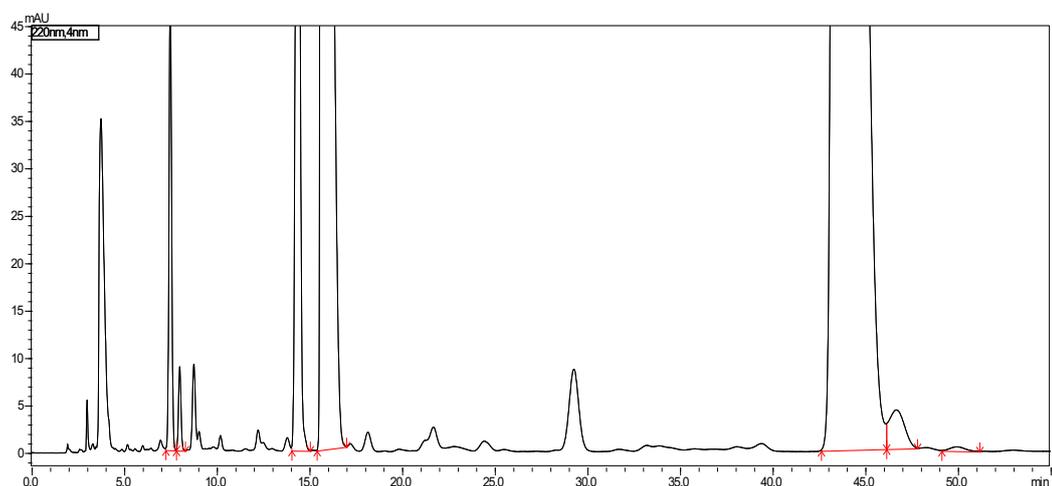
## 2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，供试品溶液色谱图如下：

供试品溶液：



供试品溶液放大图：



目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子	分离度
杂质 A	7.500	482967	49529	12273	1.059	--
青霉胺	8.008	81317	8822	15401	1.054	1.923
杂质 C	14.369	2128512	149213	22394	1.082	19.809
舒巴坦钠	15.670	7861977	257921	4901	3.868	2.035
头孢哌酮钠	43.504	33538395	469039	7382	2.624	19.060
未知杂质	46.681	82687	1900	27854	1.554	2.021
杂质 S	50.015	22476	427	21267	1.048	2.677

### 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 (%)
杂质 A	7.547	7.500	7.461	0.57	486175	482967	490474	0.77
青霉胺	8.062	8.008	7.978	0.53	77866	81317	88644	6.66
杂质 C	14.307	14.369	14.305	0.25	2060273	2128512	2274467	5.08
舒巴坦钠	15.785	15.670	15.589	0.63	7845385	7861977	8131601	2.02
头孢哌酮钠	43.786	43.504	43.169	0.71	33512649	33538395	34537207	1.73
未知杂质	47.050	46.681	46.354	0.75	104756	92687	90481	8.01
杂质 S	49.052	50.015	49.58	0.97	19015	22476	20330	8.48

### 3. 结论

本文建立了注射用头孢哌酮钠舒巴坦钠有关物质的 HPLC 测定方法。参照《中国药典》中色谱条件并进行优化,采用色谱柱 Shim-pack VP-ODS (5  $\mu$ m, 4.6 $\times$ 250mm)分析注射用头孢哌酮钠舒巴坦钠有关物质,各个色谱峰的分离度均良好,峰形和重现性良好,满足 2015 版《中国药典》要求。此方法可为注射用头孢哌酮钠舒巴坦钠有关物质的检测提供参考。