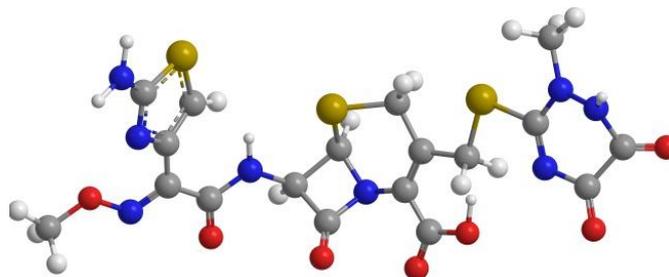


高效液相色谱法测定头孢曲松钠及有关物质的含量

药品质量与患者生命安全密切相关，随着全社会越来越关注药物安全问题，药物质量安全检验也受到重视。其中，化学药物中有关物质的检验研究及控制是保证化药安全的关键要素之一。



有关物质是指药物中的有机杂质，可能是原料药生产过程中带入的起始原料、试剂、中间体、副产物和异构体等物质，也可能是制剂在生产、贮藏和运输过程中产生的降解产物、聚合物或晶型转变等特殊杂质，可直接影响药物的产品质量，甚至可能对人体健康产生伤害或其他不良反应。



头孢曲松钠，中文别名菌必治、头孢三嗪，是第三代头孢菌素类抗生素，与其他第三代头孢菌素一样，它能抵抗革兰氏阳性菌及革兰氏阴性菌。在大部分情况下，头孢曲松钠被认为在安全性及效用上与头孢噻肟相同，用于治疗呼吸道感染、泌尿系统感染、淋病及术前感染预防等疾病。

实验部分

头孢曲松钠及有关物质含量的测定 高效液相色谱法

仪器与试剂

仪器与设备：悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪；分析天平(精确到 0.0001g)；涡旋振荡器；pH 计；容量瓶(100mL，棕色带刻度)等。



悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪

试剂与材料：符合 GB/T6682 的一级水；乙腈(色谱级)；磷酸(色谱级)；正辛胺(色谱级)；对照品(头孢曲松、头孢曲松反式异构体)；样品(头孢曲松钠原料药)。

溶剂配制

系统适用性溶液：取头孢曲松对照品和头孢曲松反式异构体对照品各适量，加流动相溶解并稀释制成每 1mL 中分别含 0.22mg 的溶液。

供试品溶液：取供试样品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1mL 中约含 0.22mg 的溶液。

对照溶液：精密量取供试品溶液 1mL，置 100mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

灵敏度溶液：供试品溶液用流动相稀释 2000 倍即得。

色谱条件

- ① 色谱柱: C18, 4.6×250mm, 5 μ m
- ② 流动相: 0.02mol/L 正辛胺/乙腈(73+27)溶液(用磷酸调节 pH 值至 6.5)
- ③ 柱温: 25 $^{\circ}$ C
- ④ 进样量: 20 μ L
- ⑤ 流速: 1.0mL/min
- ⑥ 波长: 254nm

结果与讨论

1. 系统适用性溶液色谱图如图 1 所示(头孢曲松峰和头孢曲松反式异构体峰之间的分离度为 15.97, 完全满足《中国药典(2020 版)》中头孢曲松峰和头孢曲松反式异构体峰之间的分离度应大于 6.0 的要求)。

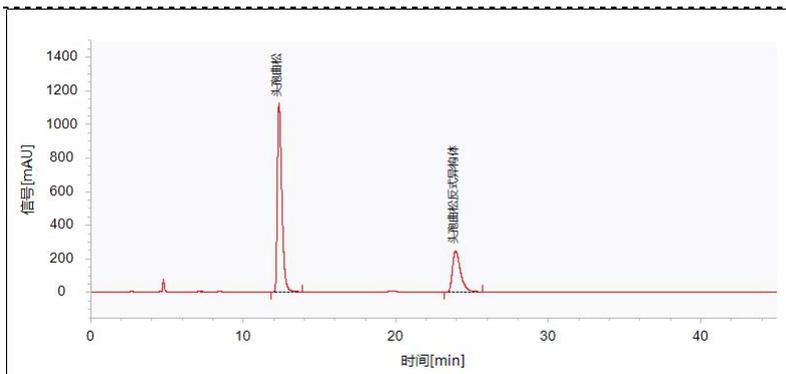


图 1 系统适用性溶液色谱图

2. 供试品溶液和对照品溶液色谱图如图 2 和图 3 所示。

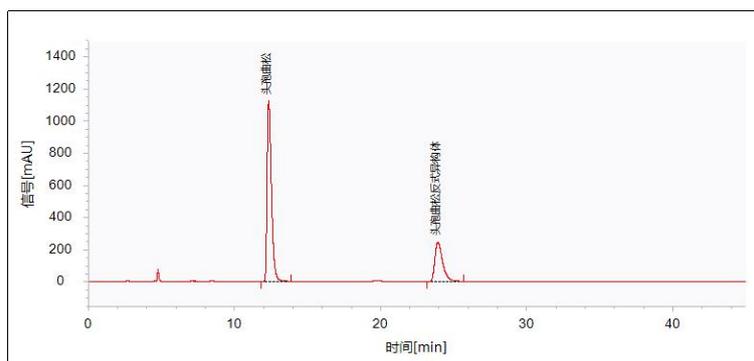


图 2 供试品溶液色谱图

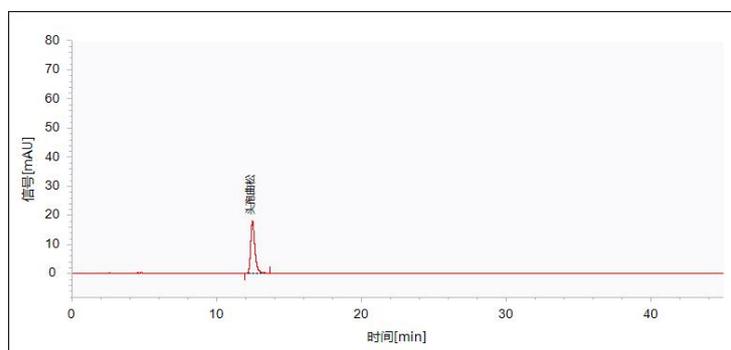


图 3 对照品溶液色谱图

3. 将供试品溶液稀释 2000 倍进行灵敏度测试，灵敏度溶液色谱图如图 4 所示，灵敏度计算结果见表 1(头孢曲松的信噪比 S/N 为 24.6，完全满足《中国药典(2020 版)》中头孢曲松定量测定时信噪比应不小于 10 的要求)。

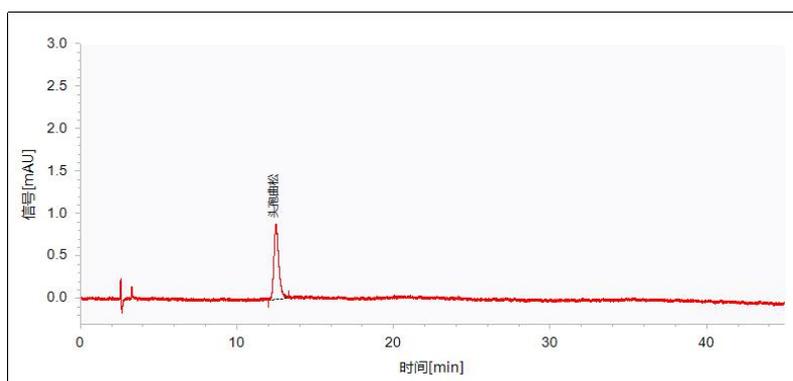


图 4 灵敏度溶液色谱图

表 1 头孢曲松灵敏度计算结果

目标物	峰高(mAU)	噪声(mAU)	S/N
头孢曲松	0.887	0.036	24.6

结论

结果表明，使用 Wooking K2025 高效液相色谱仪测定头孢曲松钠中有关物质，色谱峰头孢曲松和头孢曲松反式异构体之间的分离为 15.97，灵敏度溶液中头孢曲松的信噪比 S/N 为 24.6；完全满足《中国药典(2020 版)》规定的对头孢曲松钠中有关物质测定的要求。