关于头孢类/西林类/培南类抗生素高分子(有关物质)的

HPLC 分析方法开发

方法开发单位：东曹（上海）生物科技有限公司

方法开发组负责人：张琳博士

联系方式：021-3461-0856

传真：021-3461-0858

目录

序号	中文/英文品名	2010 年 CP 是否已收录	聚合物分析方法有无	实验优先度	我司实验完成状况	相关色谱柱
1	盐酸头孢卡品酯 Cefcapene pivoxil hydrochloride	未收录	-	-	已完成	G2000H$_{HR}$
2	头孢呋辛酯 Cefuroxime 1-acetoxyethyl ester	已收录	无	-	已完成	G2000H$_{HR}$
3	头孢克洛 Cefaclor	已收录	无	-	已完成	G2500PW$_{XL}$
4	头孢丙烯 Cefprozil	已收录	无	-	已完成	G2500PW$_{XL}$
5	头孢克肟 Cefixime	已收录	无	-	已完成	G2000H$_{HR}$
6	头孢地嗪 Cefodizime	已收录	有 /G2000SWXL	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
7	头孢地嗪钠 Cefodizime Sodium	已收录	有 /G2000SWXL	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
8	头孢噻吩钠 Cefalotin Sodium	已收录	有 /GE: G-10	-	复核/ 已完成	G2000SW$_{XL}$
9	哌拉西林钠 Piperacillin Sodium	未收录	-	-	复核/ 已完成	G2000SW$_{XL}$
10	头孢泊肟酯 Cefpodoxime Proxetil	已收录	无	-	开发 /已完成	G2000H$_{HR}$
11	头孢米诺钠 Cefminox Sodium	未收录	-	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
12	头孢匹罗 Cefpirome	未收录	-	-	客户完成	G2500PW$_{XL}$
13	注射用头孢他啶 Ceftazidime for Injection	已收录	有 /GE: G-10	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
14	注射用头孢唑林钠 Cefazolin Sodium for Injection	已收录	有 /GE: G-10	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
15	注射用头孢哌酮钠 Cefoperazone Sodium for Injection	已收录	有 /GE: G-10	-	已完成	G2000SW$_{XL}$

序号	中文/英文品名	2010 年 CP 是否已收录	聚合物分析方法有无	实验优先度	我司实验完成状况	相关色谱柱
16	头孢拉定胶囊 Cefradine Capsules	已收录	有 /GE: G-10	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
17	头孢硫脒 Cefathiamidine	已收录	YBH04222010	-	已完成	G2500PW$_{XL}$
			我司推荐方法		已完成	G2000SWXL
18	头孢地尼 Cefdinir	未收录	-	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
19	注射用头孢美唑钠 Cefmetazole Sodium for Injection	未收录	-	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
20	注射用头孢曲松钠 Ceftriaxone Sodium for Injection	已收录	有 /GE: G-10	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
21	注射用盐酸头孢吡肟 Cefepime Dihydrochloride for Injection	已收录	无	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
22	注射用盐酸头孢替安 Cefotian Hydrochloride for Injection	未收录	-	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
23	阿莫西林胶囊 Amoxicillin Capsules	已收录	有 /GE: G-10	-	已完成	G2000SW$_{XL}$
24	头孢特仑新戊酯 cefterampivoxil	未收录	无	-	已完成	G2500HHR
25	头孢拉宗钠 Cefbuperazone Sodium	未收录	无		已完成	G2000SWXL
26	氨苄西林钠 Ampicillin Sodium	未收录	无		已完成	G2000SWXL
27	头孢替坦 Cefotetan	未收录	无		已完成	G2000SWXL
28	头孢妥仑匹酯 Cefditoren pivoxil	未收录	无		已完成	G2000HHR
29	头孢西酮 Cefazedone	未收录	无		已完成	G2000SWXL
30	泰比培南酯 Tebipenem pivoxil	未收录	无		已完成	G2000HHR

序号	中文/英文品名	2010 年 CP 是否已收录	聚合物分析方法有无	实验优先度	我司实验完成状况	相关色谱柱
31	美罗培南 Meropenem	否	无	-	完成	TSKgel G2000SWXL
32	比阿培南 Biapenem	否	无	-	完成	TSKgel G2000SWXL
33	头孢布烯 Ceftibuten	否	无	-	完成	TSKgel G2000SWXL
34	头孢西汀钠 Cefoxitin sodium	是	有	-	完成	TSKgel G2000SWXL
35	美洛西林钠 Mezlocillin Sodium	是	有	G-10	完成	TSKgel G2000SWXL
				-		
				-		
				-		
				-		

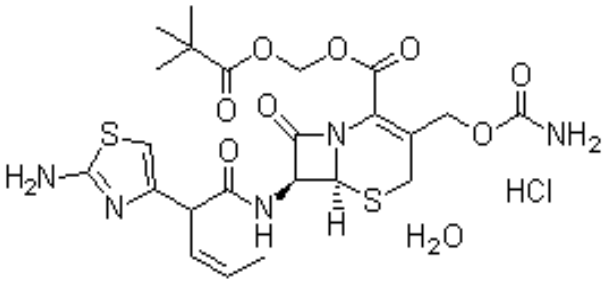
一、盐酸头孢卡品酯

1、基本信息

1) 英文名：Cefcapene pivoxil hydrochloride

2）产品名称：盐酸头孢卡品酯；7-[2-(2-氨基-1,3-噻唑-4-基)戊-3-烯酰胺基]-3-(氨基甲酰氧甲基)-8-氧代-5-硫-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸 2,2-二甲基丙酰氧甲基酯盐酸盐

3）分子结构：



4）分子式：C23H29N5O8S2.HCl.H2O

5）分子量：622.11

6）CAS 登录号：147816-24-8

7）样品性质：油溶性

2、实验情况

头孢系列的抗生素头孢卡品的 HPLC 分析方法已经被日本药典第十五改正版定制为质量控制方法。本方法利用了苯乙烯-二乙烯苯共聚物(styrene-divinylbenzene copolymer)色谱柱，根据分子尺寸排阻色谱的原理，进行高分子杂质的含量分析。对此我们采用一款符合本方法的 TSKgel G2000H_{HR} 色谱柱来分析头孢卡品，其结果头孢卡品与它的高分子杂质分离效果良好，可进行纯度确认。TSKgel G2000H_{HR} 色谱柱的溶剂交换性非常出色，本方法中的 DMF 溶剂也可稳定使用，是一款日本药典里记载的头孢卡品纯度检测方法适合的色谱柱。

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000H_{HR} （7.8mm I.D.*30cm）

柱温：室温（约 25℃）

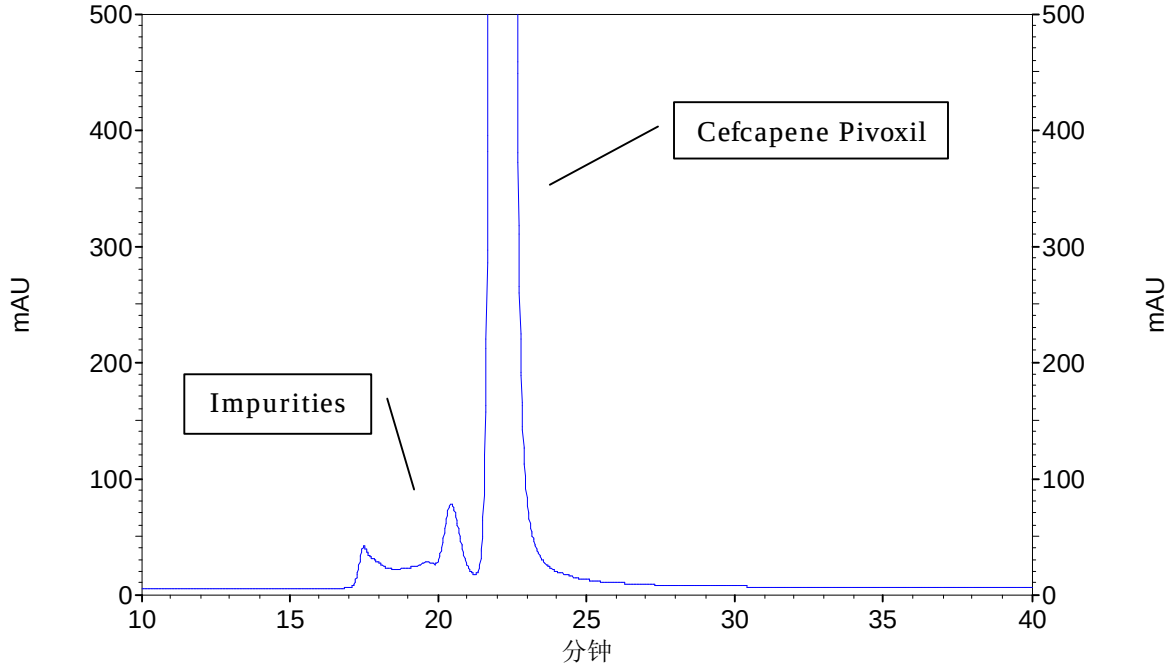
流动相：DMF + 30mM LiBr

流速：0.33mL/min（头孢卡品的调整保留时间约 22 分钟）

样品浓度 ： 2.0 mg/mL（头孢卡品）

检测器：UV（280nm）

色谱图：


500
400
300
200
100
0
mAU
Cefcapene Pivoxil
Impurities
10
15
20
25
30
35
40
分钟

返回到目录

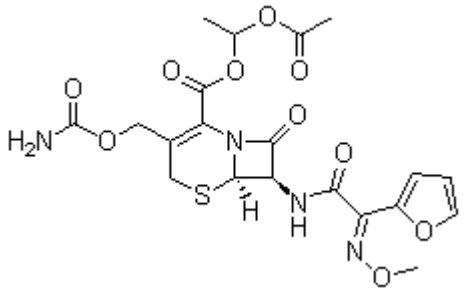
二、头孢呋辛酯

1、基本信息

1）英文名：Cefuroxime 1-acetoxyethyl ester

2）产品名称：头孢呋辛酯；(6R,7R)-7-[2-呋喃基(甲氧亚氨基)乙酰氨基]-3-氨基甲酰氧甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸-1-乙酰氧基乙酯

3）分子结构：



4）分子式：$C_{20}H_{22}N_4O_{10}S$

5）分子量：510.47

6）CAS 登录号：64544-07-6

7）样品性质：油溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000H_{HR}（7.8mm I.D.*30cm）

柱温：室温（约 25℃）

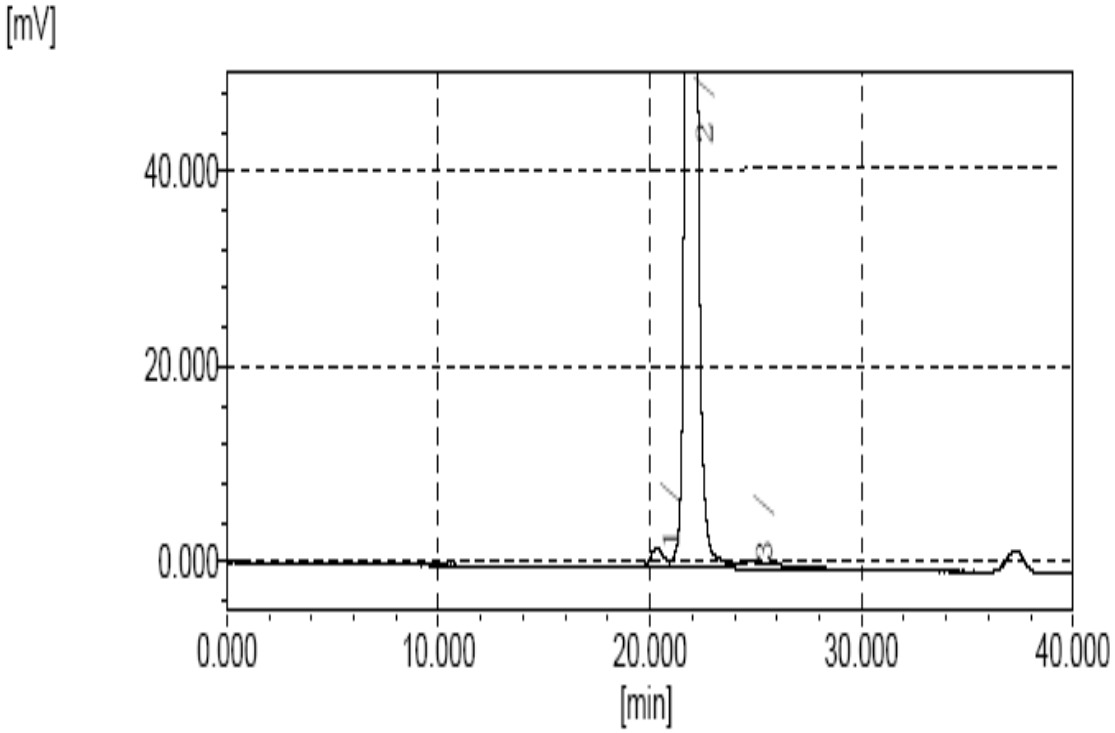
流动相：DMF + 30mM LiBr

样品浓度：0.2mg/mL

流速：0.33mL/min（头孢呋辛酯的调整保留时间约 22 分钟）

检测器：UV（280nm）

色谱图:



返回到目录

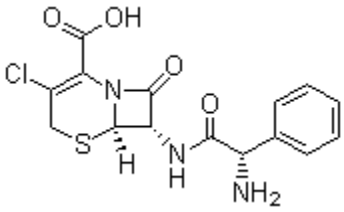
三、头孢克洛

1、基本信息

1）英文名：Cefaclor

2）产品名称：头孢克洛；头孢氯氨苄; (6R,7R)-7-[(R)-2-氨基-2-苯乙酰氨基]-3-氯-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸

3）分子结构：



4）分子式：$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$

5）分子量：367.81

6）CAS 登录号：53994-73-3

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2500PW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.1 M P.B.

流速：0.8 mL/min

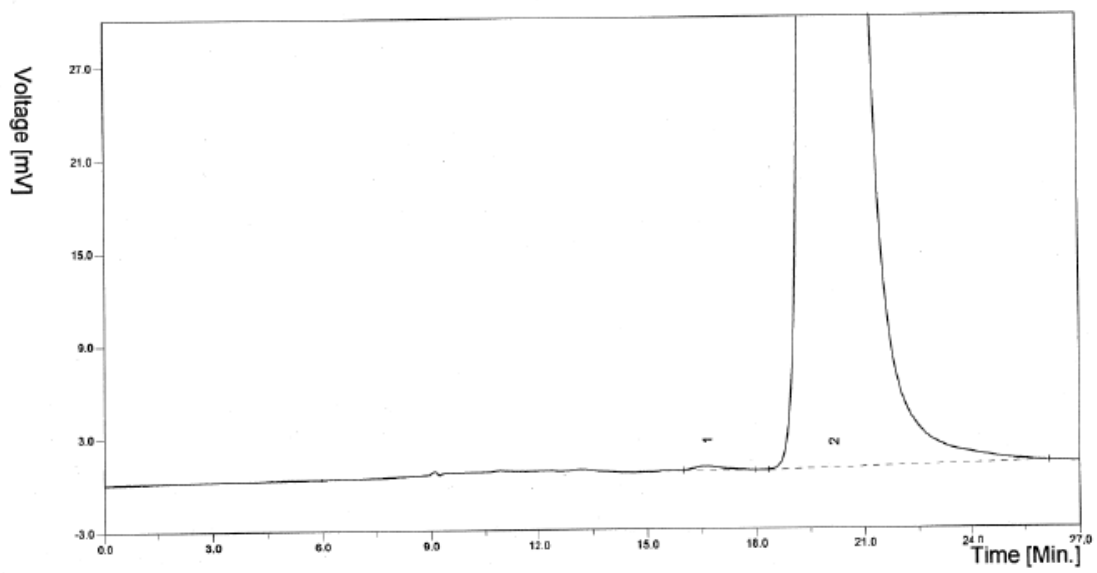
样品浓度：4.0 mg/mL（头孢克洛）

进样量：20μL

柱温：室温

检测条件：UV（254 nm）

色谱图:


Voltage [mV]
27.0
21.0
15.0
9.0
3.0
-3.0
0.0
3.0
6.0
9.0
12.0
15.0
18.0
21.0
24.0
27.0
Time [Min.]
1
2

返回到目录

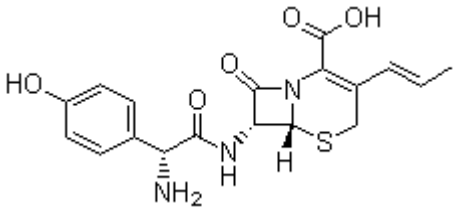
四、头孢丙烯

1、基本信息

1）英文名：Cefprozil

2）产品名称：头孢丙烯；(6R,7R)-7-[(2R)-2-氨基-2-(4-羟基苯基)乙酰氨基]-8-氧代-3-(1-丙烯基)-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

3）分子结构：



4）分子式：$C_{18}H_{19}N_3O_5S$

5）分子量：389.43

6）CAS 登录号：92665-29-7

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2500PW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.1 M P.B.

流速：0.8 mL/min

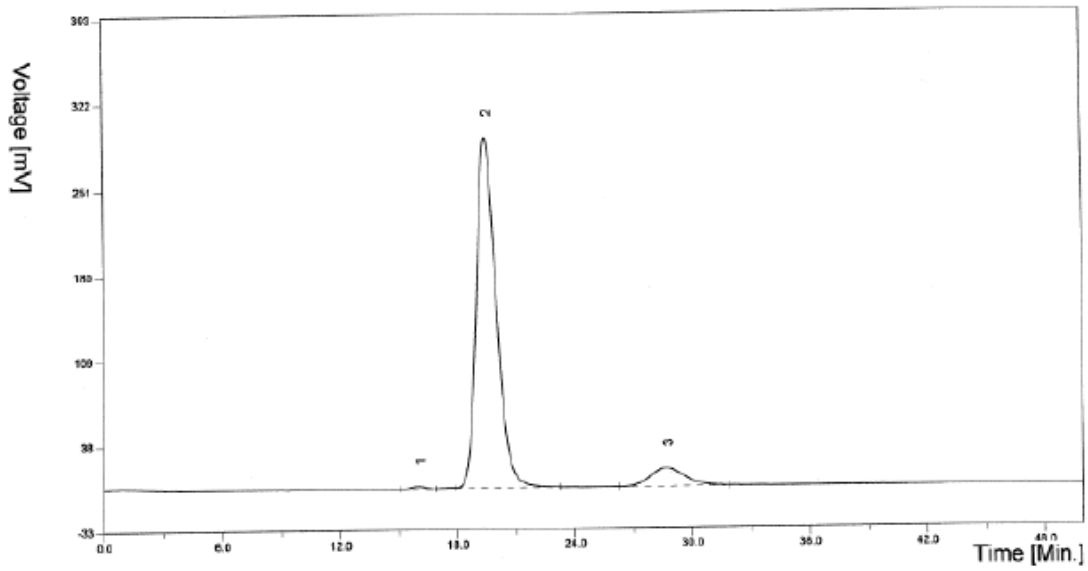
样品浓度：4.7 mg/mL（头孢丙烯）

进样量：20μL

柱温：室温

检测条件：UV（254 nm）

色谱图:



返回到目录

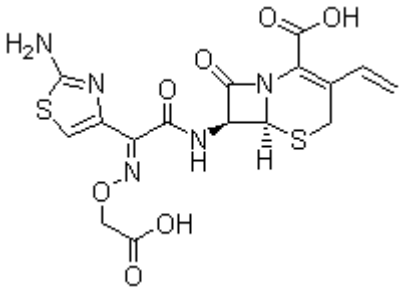
五、头孢克肟

1、基本信息

1）英文名：Cefixime

2）产品名称：头孢克肟；7-[(Z)-2-(2-氨基-4-噻唑基)-2-(羧甲氧亚胺基)乙酰氨基]-8-氧代-3-乙烯-5-硫杂-1-氮杂二环[4,2,0]-辛-2-烯-2-羧酸

3）分子结构：



4）分子式：$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$

5）分子量：453.45

6）CAS 登录号：79350-37-1

7）样品性质：油溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000H_{HR}（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱液：DMF+30 mM LiBr+10mM H_3PO_4

流速：0.33 mL/min

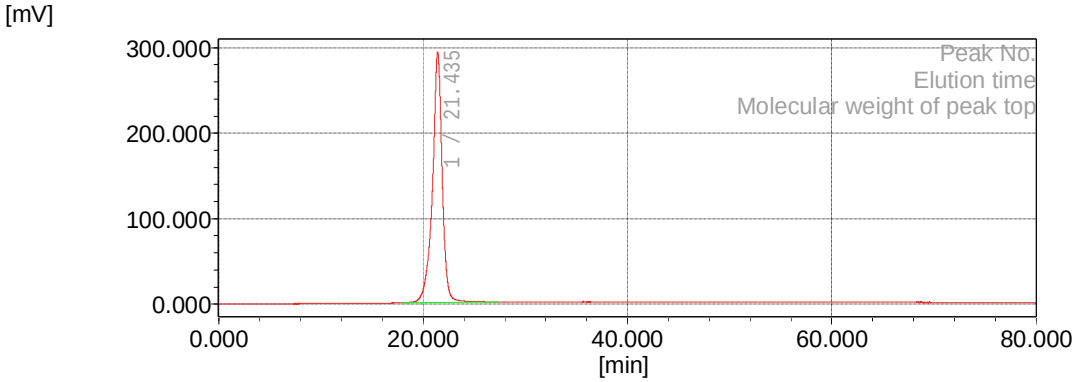
样品浓度：2 mg/mL

进样量：5μL（头孢克肟干粉）

温度：室温

检测条件：UV（280 nm）

色谱图:


[mV]
300.000
200.000
100.000
0.000
1 / 21.435
Peak No.
Elution time
Molecular weight of peak top
0.000
20.000
40.000
60.000
80.000
[min]

返回到目录

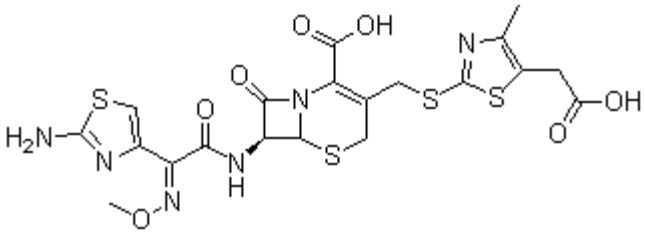
六、头孢地嗪

1、基本信息

1）英文名：Cefodizime

2）产品名称：头孢地嗪；(6R,7R)-7-[(2-氨基-4-噻唑基)-(甲氧亚氨基)乙酰氨基]-3-[[(5-羧甲基-4-甲基-2-噻唑基)硫]甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸

3）分子结构：



4）分子式：$C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$

5）分子量：584.66

6）CAS 登录号：69739-16-8

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：磷酸盐缓冲液（pH7.0）[0.005 mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.005 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]:乙腈=95：5

流速：0.8 mL/min

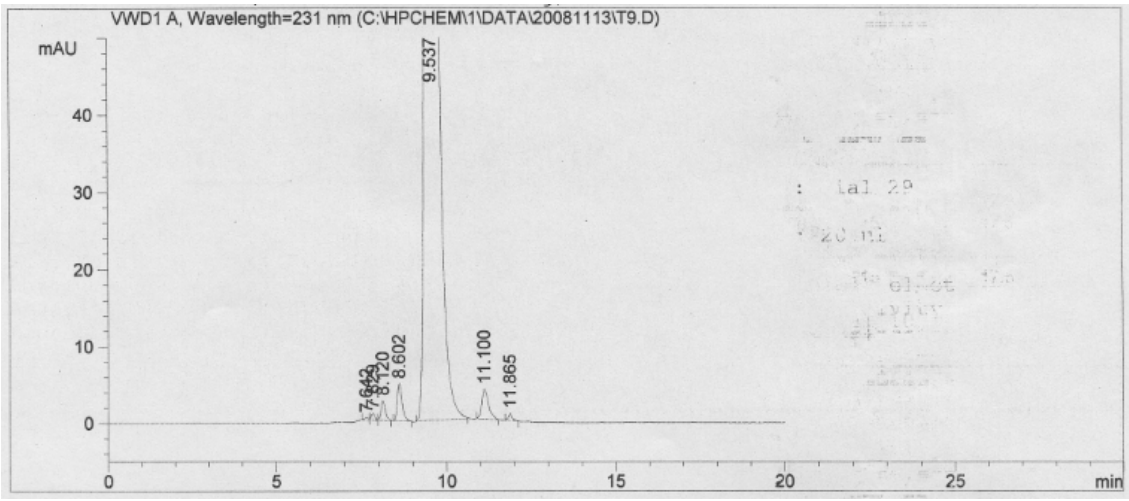
样品浓度：0.5 mg/mL（头孢地嗪）

进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（231 nm）

色谱图:



备注：2010 年版药典中头孢地嗪相关方法:

有关物质Ⅱ　照分子排阻色谱法（附录 VH）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用适合分离分子量为 1000－10000 球状蛋白的色谱用亲水硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲液（pH7.0）[0.005 mol/L 磷酸氢二钠溶液－0.005 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]－乙腈（95:5）为流动相，流速为 0.8ml/min，柱温为 25℃，检测波长为 231nm。供试品溶液的色谱图中，紧邻头孢地嗪峰前的杂质峰与头孢地嗪峰之间的分离度应符合要求。

测定法　取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含头孢地嗪 0.5mg 的溶液，作为供试品溶液（临用新制）；另取头孢地嗪对照品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液，作为对照品溶液。取对照品溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%～25%，精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；按外标法以峰面积计算保留时间小于头孢地嗪的杂质总量，以头孢地嗪计，不得过 2.0%。

返回到目录

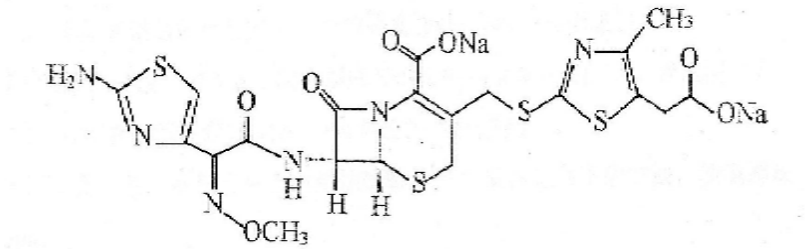
七、头孢地嗪钠

1、基本信息

1）英文名：Cefodizime Sodium

2）产品名称：头孢地嗪钠；（6*R*,7*R*）-7-[（Z）-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧亚氨基)乙酰胺基]-3-[(5-羧甲基-4-甲基噻唑-2-基)-硫甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸二钠盐。按无水和无乙醇物计算，含 $C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$ 不得少于 88.0%。

3）分子结构：



4）分子式：$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$

5）分子量：628.63

6）CAS 登录号：86329-79-5

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：磷酸盐缓冲液（pH7.0）[0.005 mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.005 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]:乙腈=95：5

流速：0.8 mL/min

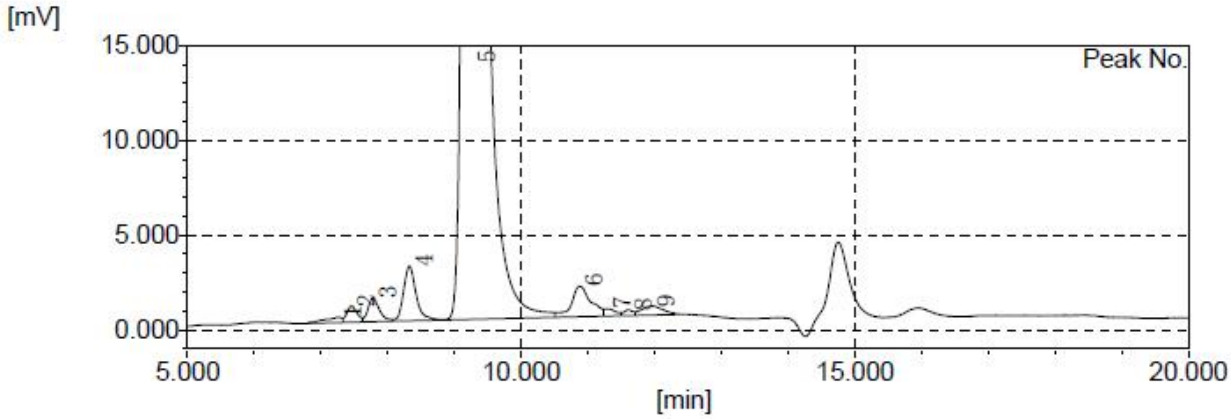
样品浓度：0.5 mg/mL（头孢地嗪钠）

进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（231 nm）

色谱图:



备注：2010 年版药典中头孢地嗪相关方法:

有关物质Ⅱ　照分子排阻色谱法（附录 VH）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用适合分离分子量为 1000－10000 球状蛋白的色谱用亲水硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲液（pH7.0）[0.005 mol/L 磷酸氢二钠溶液－0.005 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]－乙腈（95:5）为流动相，流速为 0.8ml/min，柱温为 25℃，检测波长为 231nm。供试品溶液的色谱图中，紧邻头孢地嗪峰前的杂质峰与头孢地嗪峰之间的分离度应符合要求。

测定法　取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含头孢地嗪 0.5mg 的溶液，作为供试品溶液（临用新制）；另取头孢地嗪对照品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液，作为对照品溶液。取对照品溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%～25%，精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；按外标法以峰面积计算保留时间小于头孢地嗪的杂质总量，以头孢地嗪计，不得过 2.0%。

返回到目录

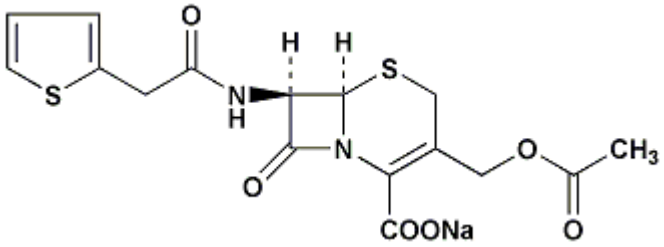
八、头孢噻吩钠

1、基本信息

1）英文名：Cephalothin sodium

2）产品名称：头孢噻吩钠；(6R,7R)-3-[(乙酰氧基) 甲基]-7-[2-(2-噻吩基) 乙酰氨基]-8-氧代-5- 硫杂-1- 氮杂双环[4.2.0] 辛-2-烯-2-甲酸钠盐。按无水物计算，含头孢噻吩（C16H16N2O6S2）不得少于 90.0％。

3）分子结构：



4）分子式：C16H15N2NaO6S2

5）分子量：418.41

6）CAS 登录号：58-71-9

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：磷酸盐缓冲液（pH7.0）[0.002 mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.002 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]:乙腈=95：5

流速：0.6 mL/min

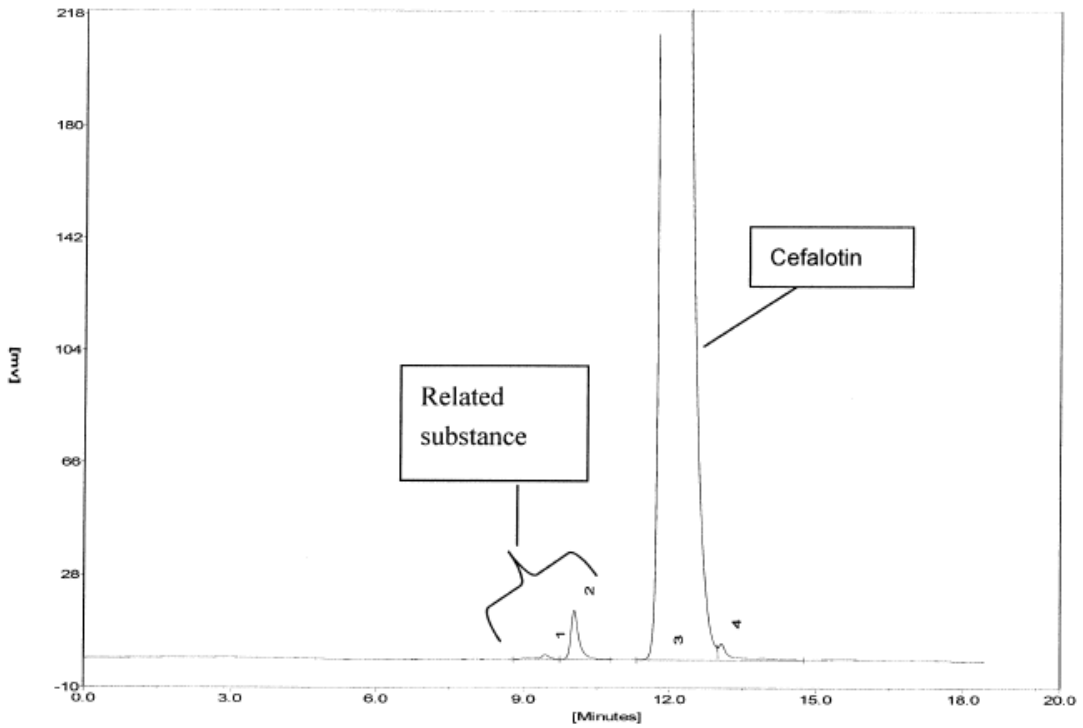
样品浓度：0.5 mg/mL（头孢噻吩钠）

进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（235 nm）

色谱图:



备注：北京药检所讨论中头孢噻吩钠的相关方法:

头孢噻吩高分子杂质　照分子排阻色谱法（中国药典 2005 版二部附录 VH）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用亲水硅胶高效体积排阻色谱柱（TSK-GEL G2000SWXL；7.8mm*30cm*5um）；以 pH7.0 的 0.002mol/L 磷酸盐缓冲液[0.002 mol/L 磷酸氢二钠溶液－0.002 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]－乙腈（95:5）为流动相，流速为 0.6ml/min，柱温为 25℃，检测波长为 235nm。供试品溶液的色谱图中，头孢噻吩峰与相邻的高分子杂质峰之间的分离度应大于 2。

测定法　取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含头孢噻吩 0.5mg 的溶液，作为供试品溶液；另取头孢噻吩对照品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液，作为对照品溶液。取对照品溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%～25%，立即精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图；按外标法以峰面积计算头孢噻吩高分子杂质的总量，以头孢噻吩计，不得过 2.0%。

返回到目录

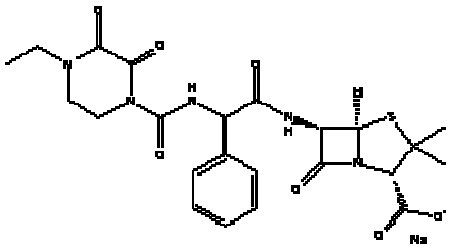
九、哌拉西林钠

1、基本信息

1）英文名：Piperacillin sodium

2）产品名称：哌拉西林钠; (2S,5R,6R)-3,3-二甲基-6-[(4-乙基-2,3-二氧代-1-哌嗪甲酰氨基)苯乙酰氨基]-7-氧代-4-硫杂-1-氮杂双环[3.2.0]庚烷-2-甲酸钠盐

3）分子结构:



4）分子式：$C_{23}H_{26}N_5NaO_7S$

5）分子量：539.54

6）CAS 登录号：59703-84-3

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.01 mol/L 醋酸铵（用稀氨溶液调节 pH 值至 7.0）：乙腈=90：10

流速：0.6 mL/min

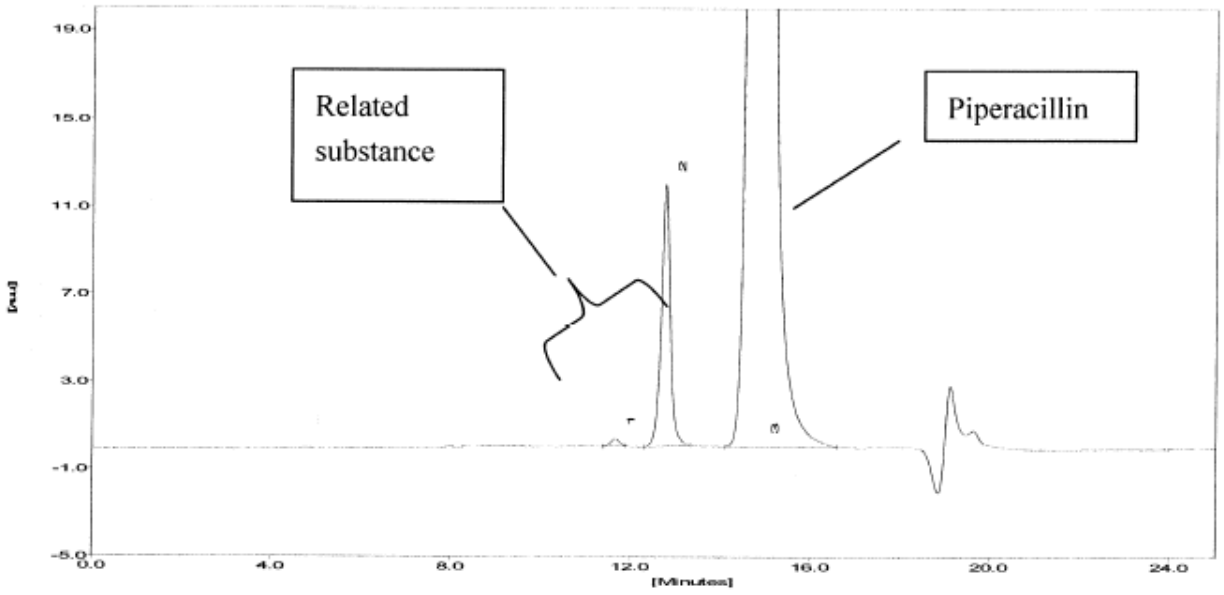
样品浓度：1.0 mg/mL（哌拉西林钠）

进样量：20μL

柱温:

检测条件：UV（254 nm）

色谱图:



备注：北京药检所讨论中头孢噻吩钠的相关方法:

<u>哌拉西林高分子杂质　照分子排阻色谱法（中国药典 2005 版二部附录 VH）测定。</u>

色谱条件与系统适用性试验　用亲水硅胶高效体积排阻色谱柱（TSK-GEL G2000SWXL；7.8mm*30cm*5um）；以 0.01 mol/L 醋酸铵（用稀氨溶液调节 pH 值至 7.0）-乙腈（90: 10）为流动相；流速为 0.6ml/min，检测波长为 254nm。供试品溶液的色谱图中，哌来西林峰与相邻的高分子杂质峰之间的分离度应大于 2。

测定法　取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含哌拉西林 1mg 的溶液，作为供试品溶液；另取哌拉西林对照品适量，精密称定，加甲醇适量溶解，加水稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液，作为对照品溶液。取对照品溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%～25%，立即精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图；按外标法以峰面积计算，哌拉西林高分子杂质以哌拉西林计的总量。

返回到目录

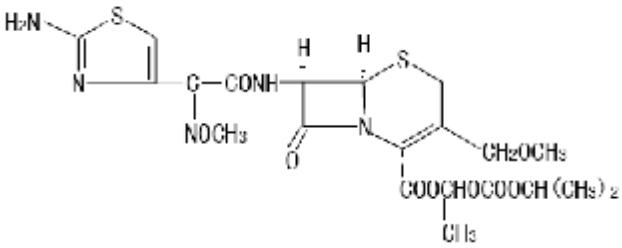
十、头孢泊肟酯

1、基本信息

1）英文名：Cefpodoxime proxetil

2）产品名称：头孢泊肟酯； (6R,7R)-7-[2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(Z)-(甲氧亚氨基)-乙酰胺基]-3-甲氧甲基-8-氧代-5-硫-1-氮杂双环-[4,2,0]辛-2-烯-2-甲酸异丙氧羰氧乙基酯

3）分子结构：



4）分子式：$C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$

5）分子量：557.59

6）CAS 登录号：87239-81-4

7）样品性质：脂溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000H_{HR} （7.8mm I.D.*30cm）

柱温：室温（约 25℃）

流动相：DMF + 30mM LiBr

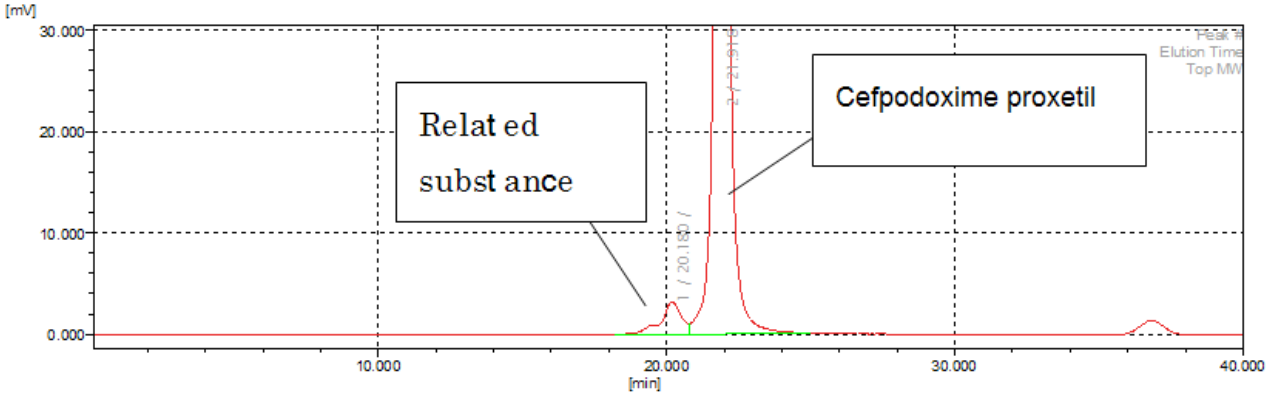
流速：0.33mL/min（头孢泊肟酯的调整保留时间约 22 分钟）

样品浓度 ：0.2 mg/mL（头孢泊肟酯）

进样量 ： 10μL

检测器：UV（280nm）

色谱图:



备注:

本方法参考日本药典第十五改正版头孢卡品抗生素的 HPLC 分析方法制定。本方法利用了苯乙烯-二乙烯苯共聚物(styrene-divinylbenzene copolymer)色谱柱，根据分子尺寸排阻色谱的原理，进行高分子杂质的含量分析。对此我们采用一款符合本方法的 TSKgel G2000HHR 色谱柱来分析头孢泊肟酯，其结果头孢泊肟酯与它的高分子杂质分离效果良好，可进行纯度确认。TSKgel G2000HHR 色谱柱的溶剂交换性非常出色，本方法中的 DMF 溶剂也可稳定使用，是一款适合头孢泊肟酯纯度检测用的色谱柱。

返回到目录

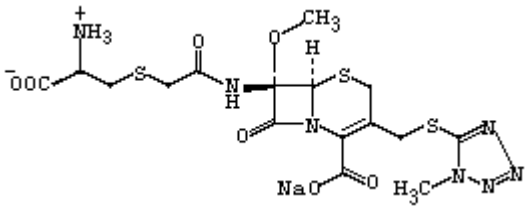
十一、头孢米诺钠

1、基本信息

1）英文名：Cefminox Sodium

2）产品名称：头孢米诺钠；：(6R，7S)-7β-[(S)-2-[(2-氨基-2-羧乙基)硫]乙酰氨基]-7α-甲氧基-3-[(1-甲基-1H-四唑-5-基)硫]甲基]-8-氧-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐

3）分子结构：



4）分子式：$C_{16}H_{20}N_7NaO_7S_3$

5）分子量：541.56

6）CAS 登录号：75498-96-3

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$ （7.8mm I.D.*30cm）×2 根

柱温：室温（约 25℃）

流动相：50mM PB+0.3M NaCl（pH 7.0）

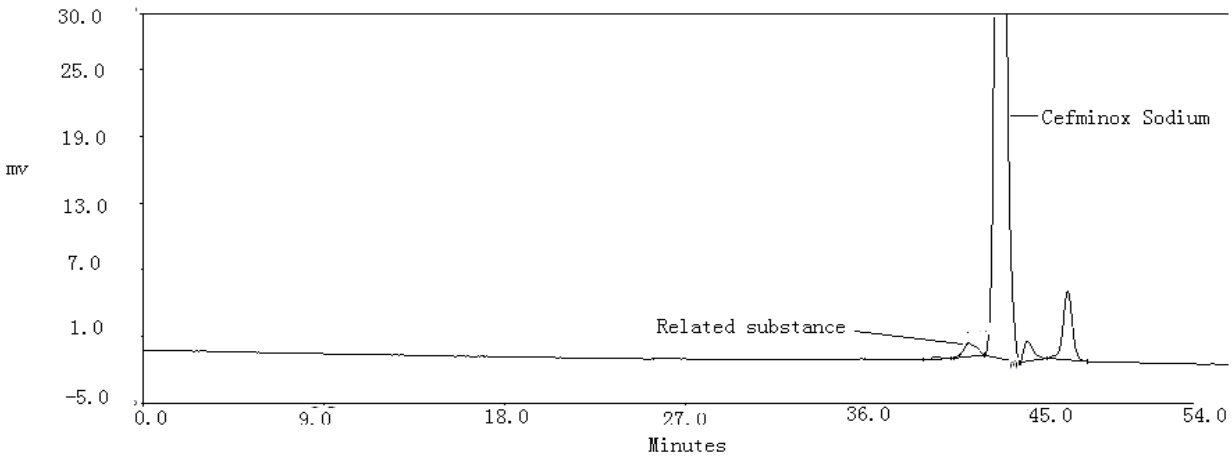
流速：0.5 mL/min （头孢米诺钠的调整保留时间约43分钟）

样品浓度 ：0.14 mg/mL（头孢米诺钠）

进样量 ： 20μL

检测器：UV（254nm）

色谱图:


30.0
25.0
19.0
mv
13.0
7.0
1.0
-5.0
Cefminox Sodium
Related substance
0.0
9.0
18.0
27.0
36.0
45.0
54.0
Minutes

返回到目录

十二、头孢匹罗

1、基本信息

1）英文名：Cefpirome

返回到目录

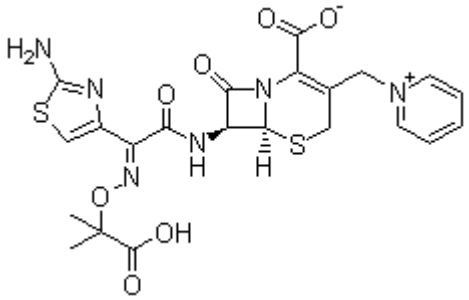
十三、注射用头孢他啶

1、基本信息

1）英文名：Ceftazidime

2）产品名称：头孢他啶；(6R,7R)-7-[[(2-氨基-4-噻唑基)-[(1-羧基-1-甲基乙氧基)亚氨基]乙酰基]氨基]-2-羧基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-3-甲基吡啶鎓内盐

3）分子结构：



4）分子式：$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$

5）分子量：546.58

6）CAS 登录号：72558-82-8

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：磷酸盐缓冲液（pH7.0）[0.005 mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.005 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]：乙腈=95：5

流速：0.8 mL/min

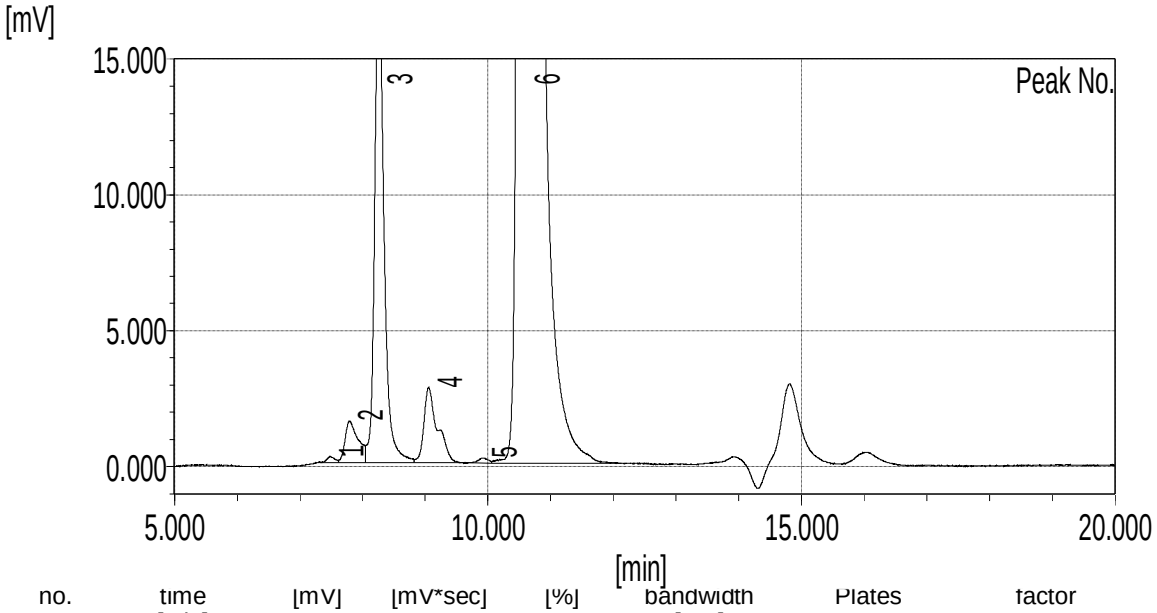
样品浓度：0.5 mg/mL（头孢他啶）

进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（231 nm）

色谱图



no.	time [min]	[mV]	[mV*sec]	[%]	bandwidth [sec]	Plates	factor	factor
1	7.478	0.221	1.886	0.025	8.447	15,631		
2	7.788	1.529	22.364	0.296	14.749	5,561		0.94
3	8.257	18.567	189.068	2.503	8.681	18,043	1.46	1.41
4	9.052	2.777	41.894	0.555	10.988	13,533	2.26	2.86
5	9.918	0.188	1.995	0.026	10.923	16,445		2.80
6	10.607	609.388	7297.142	96.595	10.781	19,304	1.61	2.24
		632.670	7554.349	100.000				

药典方法计算的分离度:

R=0.188/0.06=3.13

返回到目录

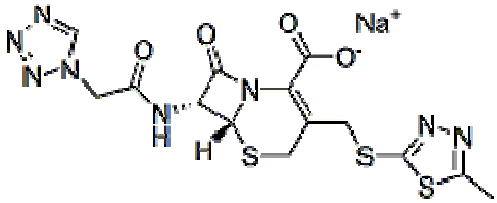
十四、注射用头孢唑林钠

1、基本信息

1）英文名：**Cefazolin sodium salt**

2）产品名称：头孢唑林钠;唑啉头孢菌素钠;(6R,7R)-3-[[(5-甲基-1,3,4-噻二唑-2-基)硫]甲基]-7-[(1H-四唑-1-基)乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐;头孢唑啉钠;头孢唑啉钠盐

3）分子结构：



4）分子式：$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3$

5）分子量：476.49

6）CAS 登录号：27164-46-1

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：磷酸盐缓冲液（pH7.0）[0.005 mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.005 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]:乙腈=95：5

流速：0.8 mL/min

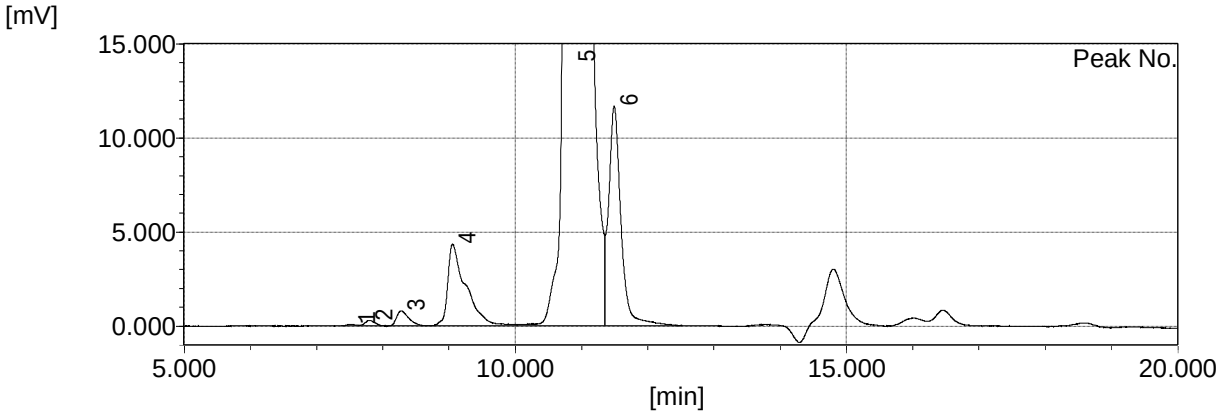
样品浓度：0.5 mg/mL（头孢唑林钠）

进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（231 nm）

色谱图



Result (UV)

Peak no.	Retention time [min]	Height [mV]	Area [mV*sec]	Area% [%]	Half bandwidth [sec]	Theoretical Plates	Asymmetry factor	Resolution factor
1	7.528	0.082	0.771	0.013	9.742	11,909		
2	7.795	0.293	2.947	0.050	9.624	13,082		0.97
3	8.280	0.801	10.126	0.172	11.691	10,004	1.96	1.61
4	9.053	4.341	82.421	1.401	16.730	5,840	3.43	1.92
5	10.852	426.300	5633.241	95.774	12.037	16,208	2.04	4.42
6	11.492	11.675	152.316	2.590	11.553	19,733		1.92
		443.492	5881.821	100.000				

返回到目录

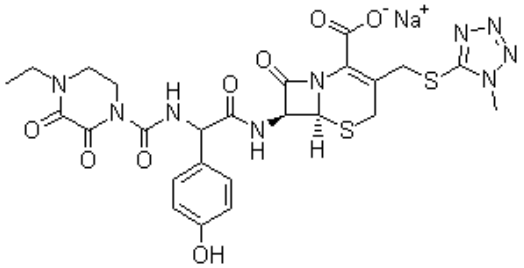
十五、注射用头孢哌酮钠

1、基本信息

1）英文名：Cefoperazone Sodium for Injection

2）产品名称： 7-[[(4-乙基-2,3-二氧代-1-哌嗪基)甲酰氨基](4-羟基苯基)乙酰氨基]-3-[(1-甲基-1H-四唑-5-基)硫甲基]-8-氧代-5-硫-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐

3）分子结构:



4）分子式：$C_{25}H_{26}N_9NaO_8S_2$

5）分子量：667.65

6）CAS 登录号：62893-20-3

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：磷酸盐缓冲液（pH7.0）[0.005 mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.005 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]:乙腈=95：5

流速：0.8 mL/min

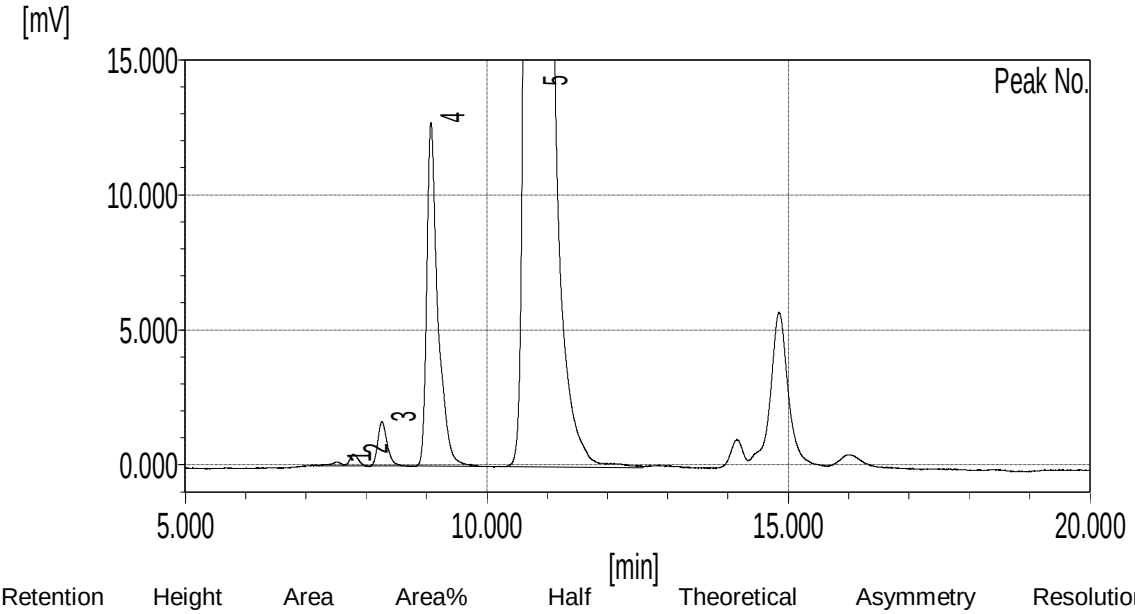
样品浓度：0.5 mg/mL（头孢哌酮钠）

进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（231 nm）

色谱图



Result (UV)

Peak no.	Retention time [min]	Height [mV]	Area [mV*sec]	Area% [%]	Half bandwidth [sec]	Theoretical Plates	Asymmetry factor	Resolution factor
1	7.528	0.140	1.642	0.018	9.555	12,380		
2	7.803	0.430	4.191	0.047	8.943	15,184	1.10	1.05
3	8.262	1.646	17.976	0.202	9.788	14,208	1.46	1.73
4	9.073	12.729	163.080	1.831	10.378	15,244	2.15	2.84
5	10.777	692.339	8719.308	97.902	11.302	18,133	1.74	5.55
		707.284	8906.196	100.000				

返回到目录

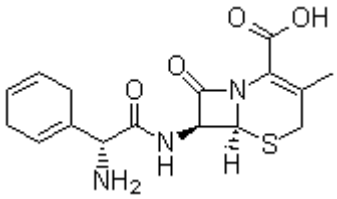
十六、头孢拉定胶囊

1、基本信息

1）英文名：Cefradine Capsules

2）产品名称：头孢拉定；(6R,7R)-7-[(R)-2-氨基-2-(1,4-环已二烯基)乙酰氨基]-3-甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸

3）分子结构：



4）分子式：$C_{16}H_{19}N_3O_4S$

5）分子量：349.4

6）CAS 登录号：38821-53-3

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：磷酸盐缓冲液（pH7.0）[0.005 mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.005 mol/L 磷酸二氢钠溶液（61:39）]:乙腈=95：5

流速：0.8 mL/min

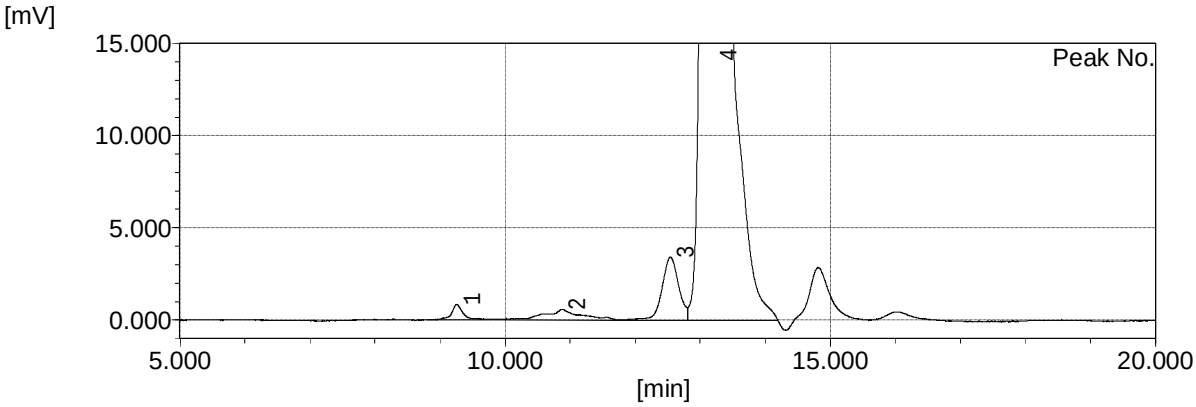
样品浓度：0.5 mg/mL（头孢拉定）

进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（231 nm）

色谱图



Result (UV)

Peak no.	Retention time [min]	Height [mV]	Area [mV*sec]	Area% [%]	Half bandwidth [sec]	Theoretical Plates	Asymmetry factor	Resolution factor
1	9.260	0.831	10.811	0.227	9.532	18,820	0.93	
2	10.878	0.585	23.224	0.487	31.430	2,389	0.91	2.79
3	12.543	3.423	61.065	1.281	16.049	12,183		2.48
4	13.198	306.192	4672.281	98.005	13.380	19,407	1.28	1.57
		311.031	4767.381	100.000				

药典方法计算的分离度:

R=3.423/0.673=5.08

返回到目录

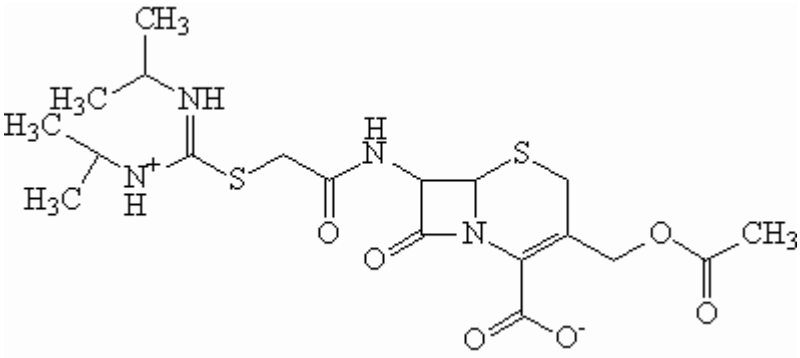
十七、头孢硫脒（YBH04222010）

1、基本信息

1）英文名：Cefathiamidine

2）产品名称：头孢硫脒：（6R，7R)-3[(乙酰氧基）甲基]-7-[α-(N，N'-二异丙基脒硫基)-乙酰氨基]8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4，2，0]辛 -2-烯-2-甲酸内铵盐

3）分子结构：



4）分子式：$C_{19}H_{28}N_4O_6S_2$

5）分子量：472.59

6）CAS 登录号：33075-00-2

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2500PW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件:0.05mol/L 磷酸盐缓冲液(取 0.68g 磷酸二氢钾，加 0.1mol/L 氢氧化钠 29.1mL,加水稀释至 100mL 即得):乙腈=9:1

流速：0.8 mL/min

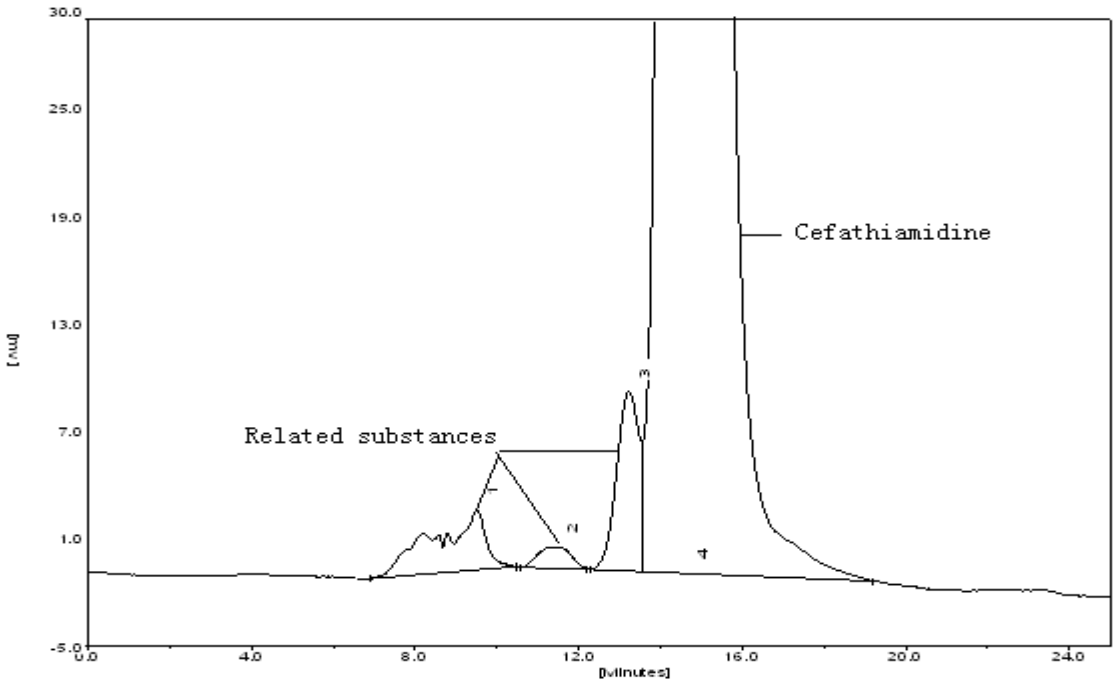
样品浓度：2.5 mg/mL)

进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（254 nm）

谱图:



【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(0.005mol/LNaH_2PO_4+0.005mol/LNa_2HPO_4):乙腈=9:1

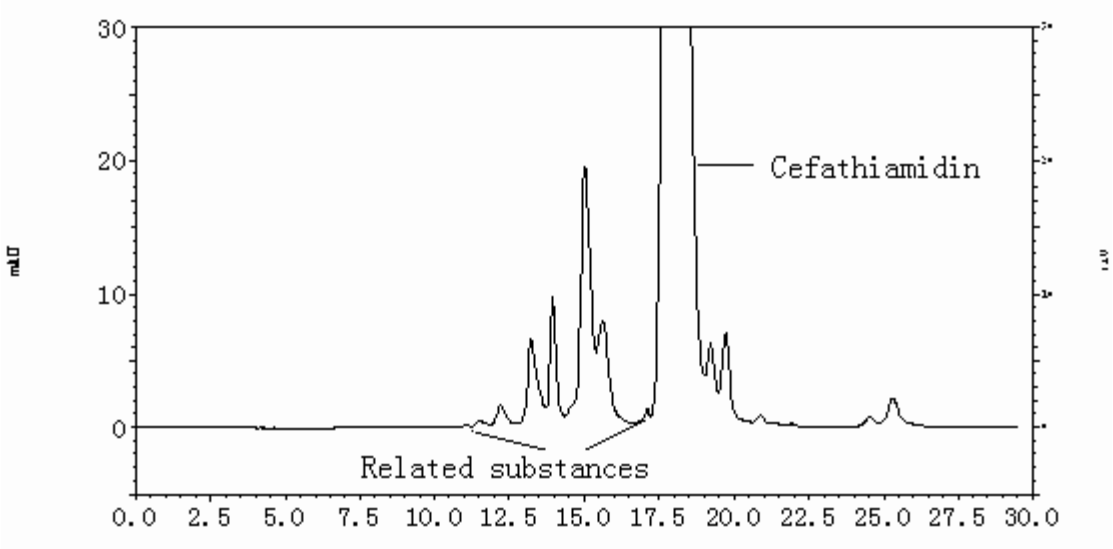
流速：0.6 mL/min

样品浓度：1.0 mg/mL(头孢硫脒的调整保留时间约为 18 分钟)

进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（254 nm）



返回到目录

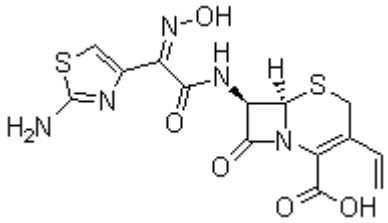
十八、头孢地尼

1、基本信息

1）英文名：Cefdinir

2）产品名称：头孢地尼；(6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-氨基-4-噻唑基)-2-羟基亚胺基乙酰氨基]-8-氧代-3-乙烯基-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

3）分子结构：



4）分子式：$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$

5）分子量：395.42

6）CAS 登录号：91832-40-5

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(0.005mol/LNaH_2PO_4+0.005mol/LNa_2HPO_4):乙腈=95:5

流速：0.8 mL/min

样品浓度：0.5 mg/mL （10%甲醇溶解）

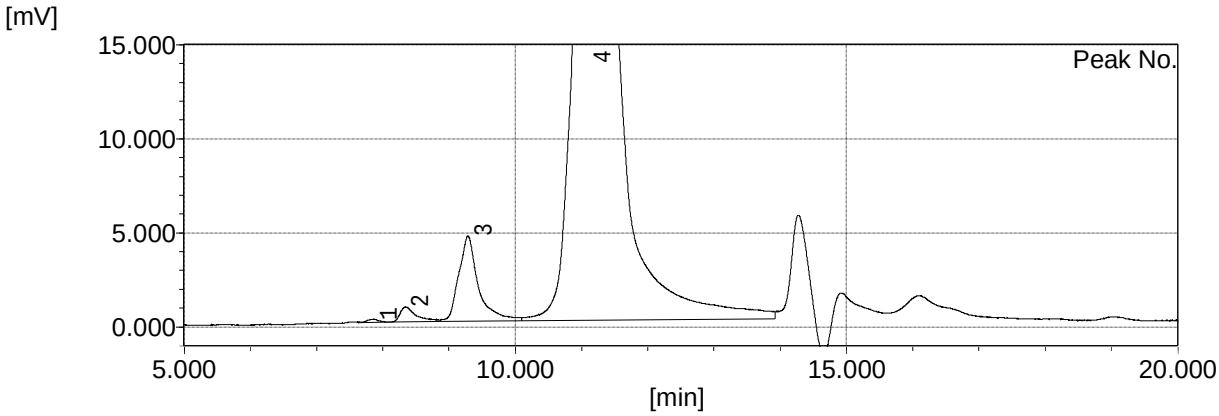
进样量：20μL

柱温：25 C

检测条件：UV（231 nm）

色谱图

<Chromatogram> (UV)



Result (UV)

Peak no.	Retention time [min]	Height [mV]	Area [mV*sec]	Area% [%]	Half bandwidth [sec]	Theoretical Plates	Asymmetry factor	Resolution factor
1	7.862			0.019	10.969	10,245	0.91	
		0.162	1.898					
2	8.338			0.137	13.615	7,480		1.37
		0.800	13.823					
3	9.287			0.938	17.209	5,807	1.60	2.17
		4.544	94.583					
4	11.085			98.907	12.810	14,933	2.05	4.23
		671.997	9977.499					
		677.503	10087.802	100.000				

返回到目录

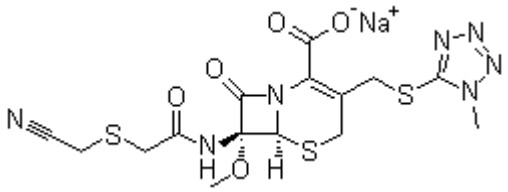
十九、注射用头孢美唑钠

1、基本信息

1）英文名：Cefmetazole Sodium for Injection

2）产品名称：头孢美唑钠；(6R,7S)-7-[[2-(氰甲基硫)乙酰]氨基]-7-甲氧基-3-[(1-甲基四唑-5-基)硫甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐

3）分子结构：



4）分子式：$C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$

5）分子量：493.52

6）CAS 登录号：56796-39-5

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(0.005mol/LNaH_2PO_4+0.005mol/LNa_2HPO_4):乙腈=9:1

流速：0.6 mL/min

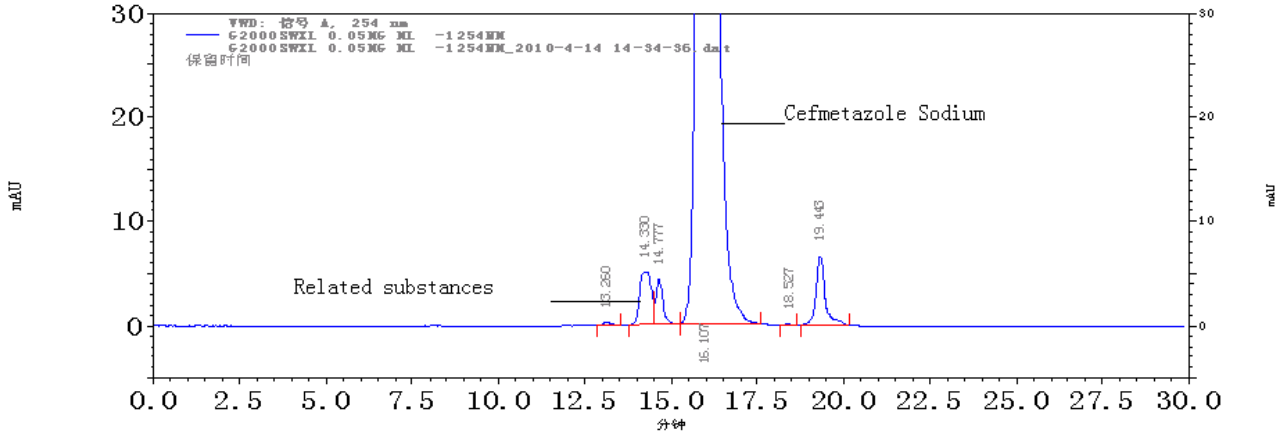
样品浓度：0.05 mg/mL

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254 nm）

色谱图:


VWD: 信号 A, 254 nm
G2000SWXI 0.05MG ML -1254NK
G2000SWXI 0.05MG ML -1254NK_2010-4-14 14-34-36.dat
保留时间
Cefmetazole Sodium
Related substances
13.250
14.330
14.777
16.107
18.527
19.443
mAU
分钟

返回到目录

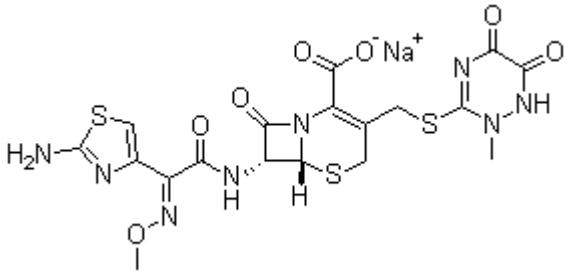
二十、注射用头孢曲松钠

1、基本信息

1）英文名：Ceftriaxone Sodium for Injection

2）产品名称：头孢曲松钠 [6R-[6α,7β(Z)]]-3-[[(1,2,5,6-四氢-2-甲基-5,6-二氧代-1,2,4-三嗪-3-基)硫]甲基]-7-[[(2-氨基-4-噻唑基](甲氧亚氨基)乙酰基]氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸钠盐

3）分子结构:



4）分子式：$C_{18}H_{17}N_8NaO_7S_3$

5）分子量：576.56

6）CAS 登录号：104376-79-6

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(0.005mol/LNaH_2PO_4+0.005mol/LNa_2HPO_4):乙腈=9:1

流速：0.6 mL/min

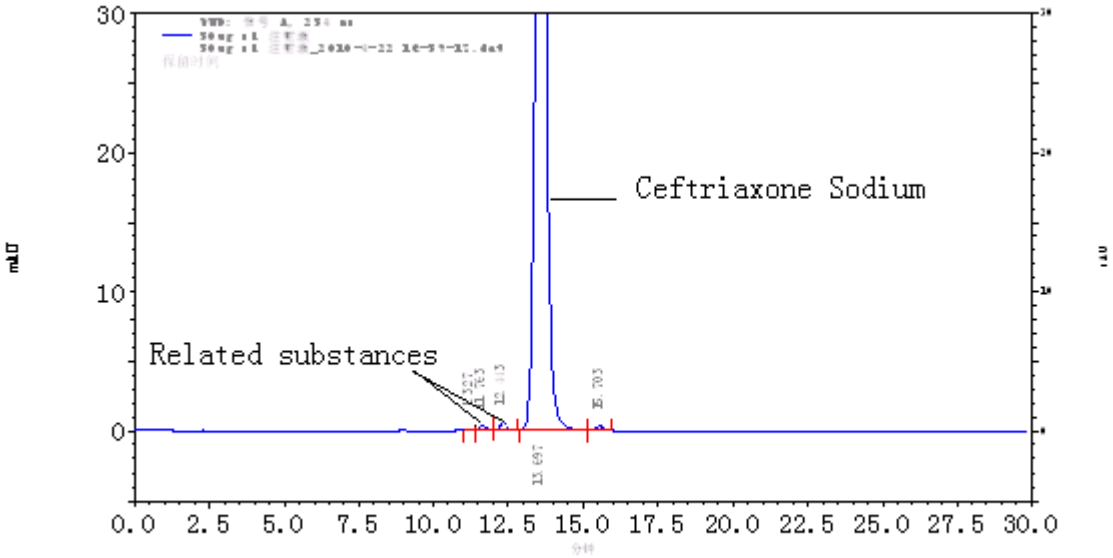
样品浓度：0.05 mg/mL

进样量：20μL

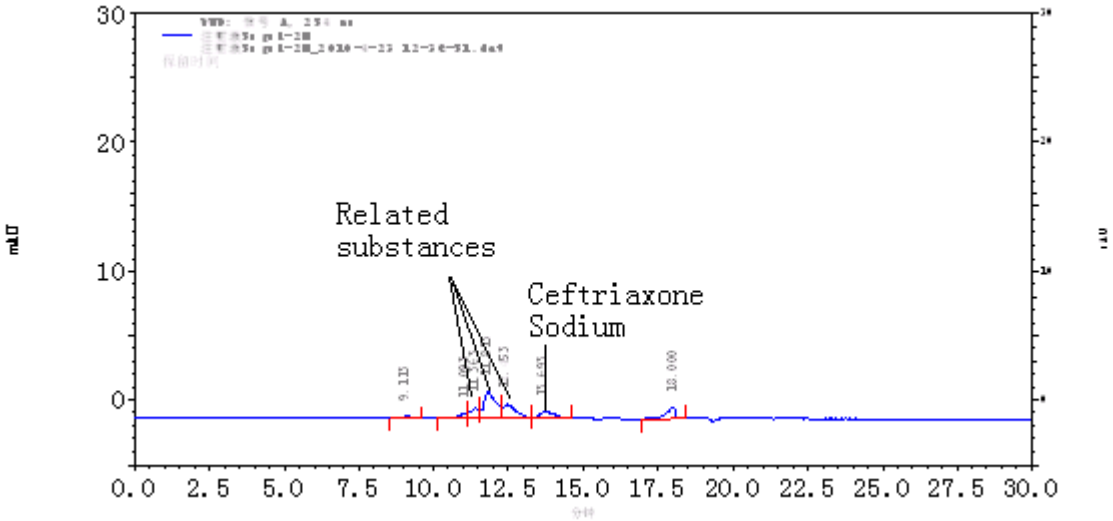
柱温：25 ℃

检测条件：UV（254 nm）

色谱图:



头孢曲松钠注射液使用 G-10 填料分离后收集组分(聚合物部分)的分析结果谱图:



结论; 将 Sephadex-G-10 纯化后的组分收集起来，使用 TSKgel G2000SW$_{XL}$ 分析，2#管组分的聚合物的出峰时间与使用 TSKgel G2000SW$_{XL}$ 分析原注射液样品的聚合物组分出峰时间基本一致的。两者对高聚物的分析结果是一致的。(详细分析结果参考附件头孢曲松钠分离分析报告)

返回到目录

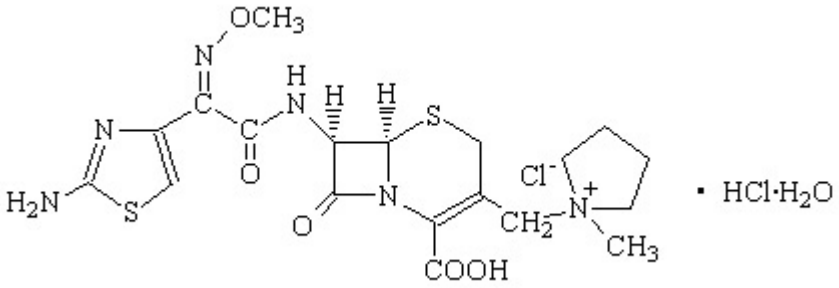
二十一、注射用盐酸头孢吡肟

1、基本信息

1）英文名：Cefepime Dihydrochloride for Injection

2）产品名称：盐酸头孢吡肟 1-[[(6R，7R)-7-[2-（2-氨基-4-噻唑基）-乙醛酰氨基]-2-羧基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-3-基]甲基]-1-甲基吡咯烷氯化物. 7^2-（Z）-(O-甲基肟)，盐酸一水化合物

3）分子结构：



4）分子式：$C_{19}H_{25}ClN_6O_5S_2 \cdot HCl \cdot H_2O$

5）分子量：571.5

6）CAS 登录号：123171-59-5

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(0.005mol/LNaH_2PO_4+0.005mol/LNa_2HPO_4):乙腈=9:1

流速：0.6 mL/min

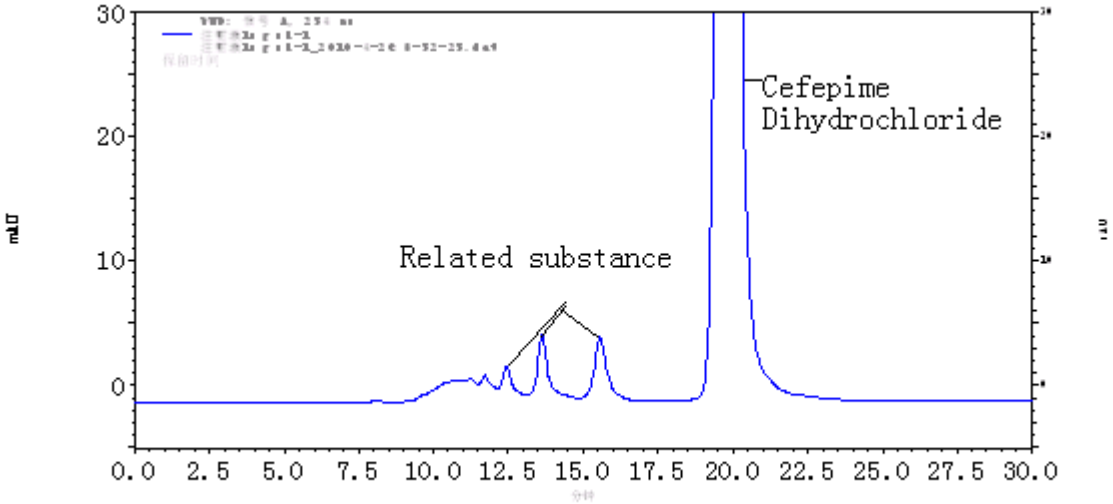
样品浓度：1 mg/mL

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254 nm）

色谱图:


30
20
10
0
Related substance
Cefepime
Dihydrochloride
0.0 2.5 5.0 7.5 10.0 12.5 15.0 17.5 20.0 22.5 25.0 27.5 30.0

返回到目录

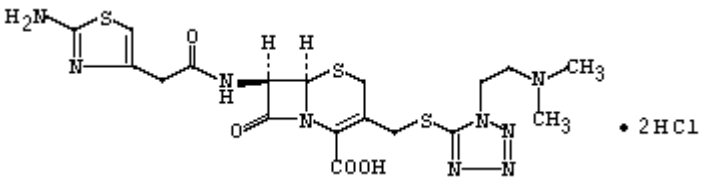
二十二、注射用盐酸头孢替安

1、基本信息

1）英文名：Cefotian Hydrochloride for Injection

2）产品名称：盐酸头孢替安，（6R-反式）-7-[[(2-氨基-4-噻唑基)乙酰基]氨基]-3-[[[1-[(2-（二甲氨基）乙基]-1H-四唑-5-基]硫代甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸二盐酸盐

3）分子结构：



4）分子式：$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3 \cdot 2HCl$

5）分子量：598.54

6）CAS 登录号：66309-69-1

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(0.005mol/LNaH_2PO_4+0.005mol/LNa_2HPO_4):乙腈=9:1

流速：0.6 mL/min

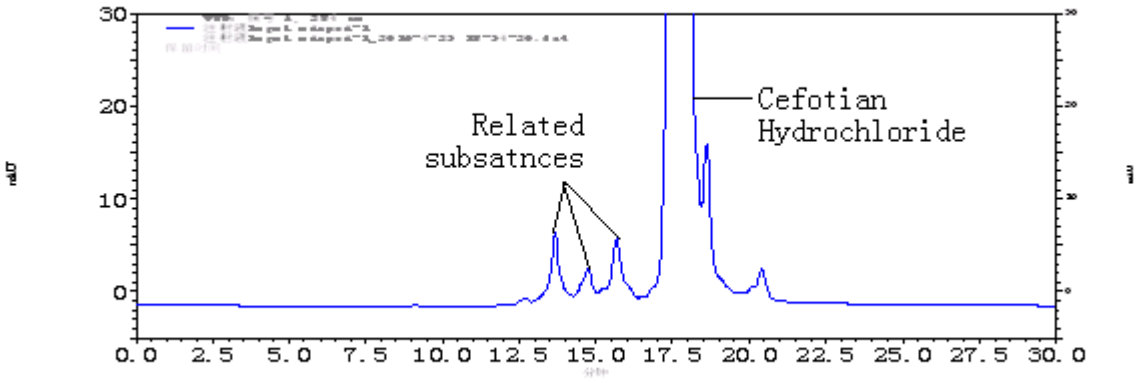
样品浓度：1mg/mL

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254 nm）

色谱图:


Related
subsatnces
Cefotian
Hydrochloride
30
20
10
0
0.0
2.5
5.0
7.5
10.0
12.5
15.0
17.5
20.0
22.5
25.0
27.5
30.0

返回到目录

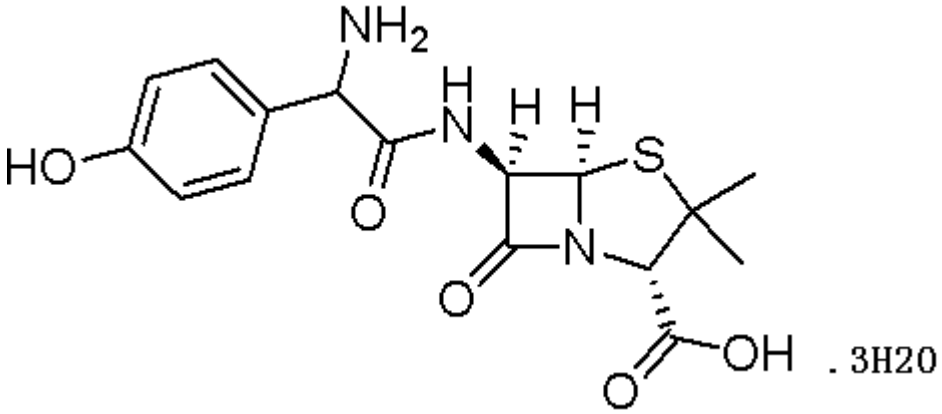
二十三、阿莫西林胶囊

1、基本信息

1）英文名：Amoxicillin Capsules

2）产品名称：阿莫西林，(2S,5R,6R)-3,3-二甲基-6-[(R)-(-)-2-氨基-2-(4-羟基苯基)乙酰氨基]-7-氧代-4-硫杂-1-氮杂双环[3.2.0]庚烷-2-甲酸三水合物

3）分子结构：



4）分子式：$C_{16}H_{19}N_3O_5S{\cdot}3H_2O$

5）分子量：419.46

6）CAS 登录号：61336-70-7

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(0.005mol/LNaH_2PO_4+0.005mol/LNa_2HPO_4):乙腈=9:1

流速：0.6 mL/min

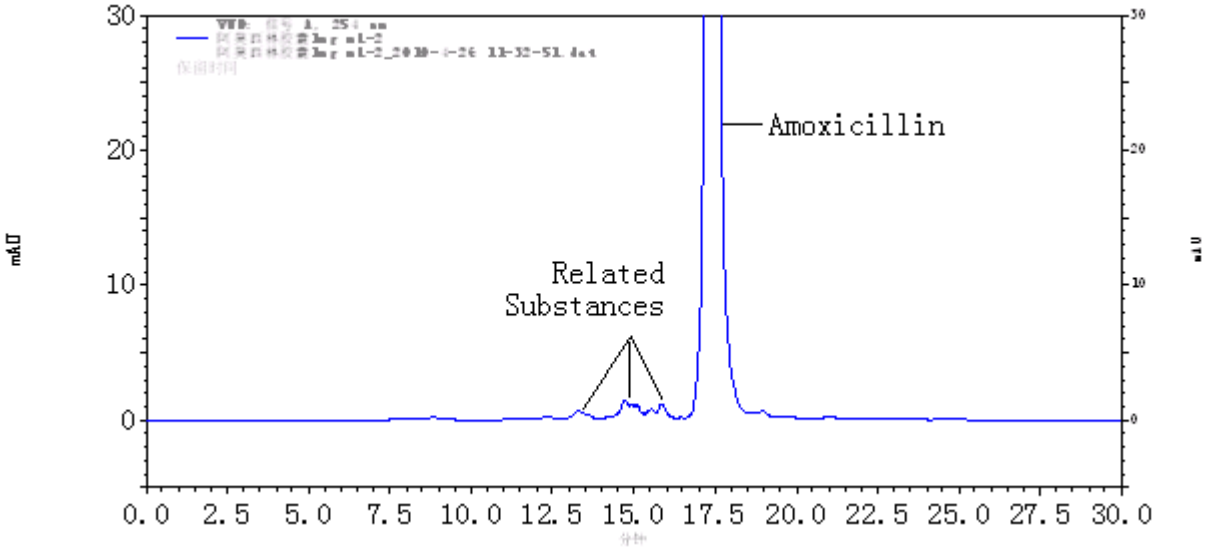
样品浓度：1mg/mL

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254 nm）

色谱图:


Amoxicillin
Related
Substances
30
20
10
0
0.0
2.5
5.0
7.5
10.0
12.5
15.0
17.5
20.0
22.5
25.0
27.5
30.0

返回到目录

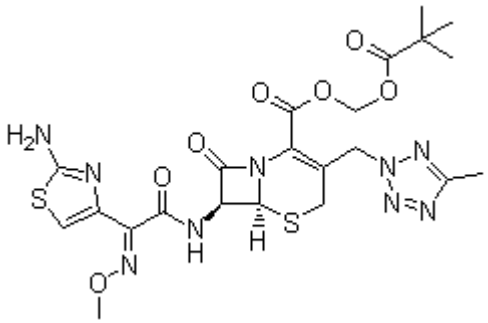
二十四、头孢特仑新戊酯

1、基本信息

1）英文名：cefterampivoxil

2)产品名称: 头孢特仑新戊酯： 6R，7R)-7-[(Z)-2-（2-氨基-4-噻唑基）-2-(甲氧亚氨基)乙酰氨基]-3-[2-（5-甲基-2H-四唑-2-基）甲基）-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4,2,0]辛-2-烯-2-羧酸新戊酰氧甲酯

3）分子结构:



4）分子式：$C_{22}H_{27}N_9O_7S_2$

5）分子量：593.64

6）CAS 登录号：82547-58-8

7）样品性质：油溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2500HHR（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：DMF+ 30mM LiBr

流速：0.33 mL/min

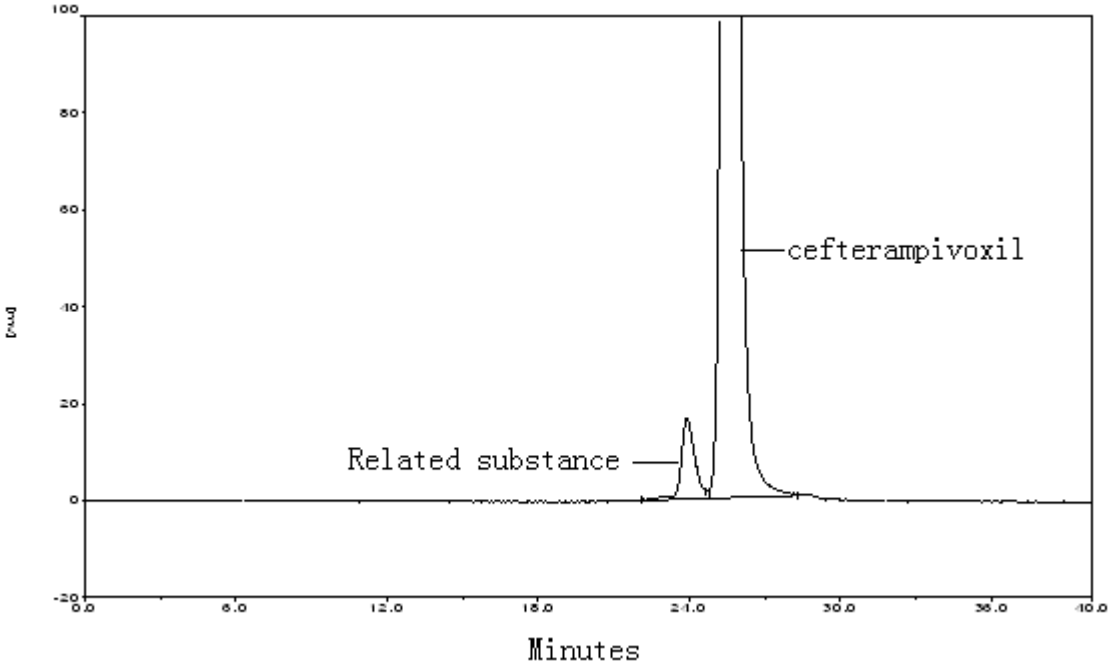
样品浓度：1.0 mg/mL(头孢特仑新戊酯的调整保留时间约为 25.5 分钟)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（263 nm）

色谱图:



返回到目录

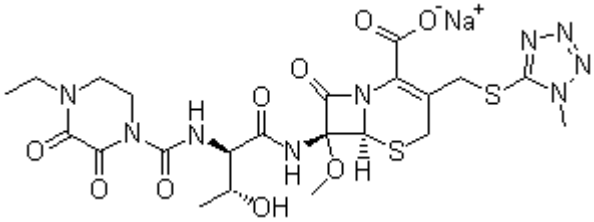
二十五、头孢拉宗钠

1、基本信息

1）英文名： CefbuperazoneSodium

2）产品名称：(6R,7S)-7-[[(2R,3S)-2-[(4-乙基-2,3-二氧代哌嗪-1-甲酰)氨基]-3-羟基丁酰]氨基]-7-甲氧基-3-[(1-甲基四唑-5-基)硫甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠

3）分子结构:



4）分子式：$C_{22}H_{28}N_9NaO_9S_2$

5）分子量：649.634

6）CAS 登录号：76648-01-6

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SWXL（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：10mMPB(5mMNa_2HPO4+5mMNa_2HPO_4): ACN=95:5

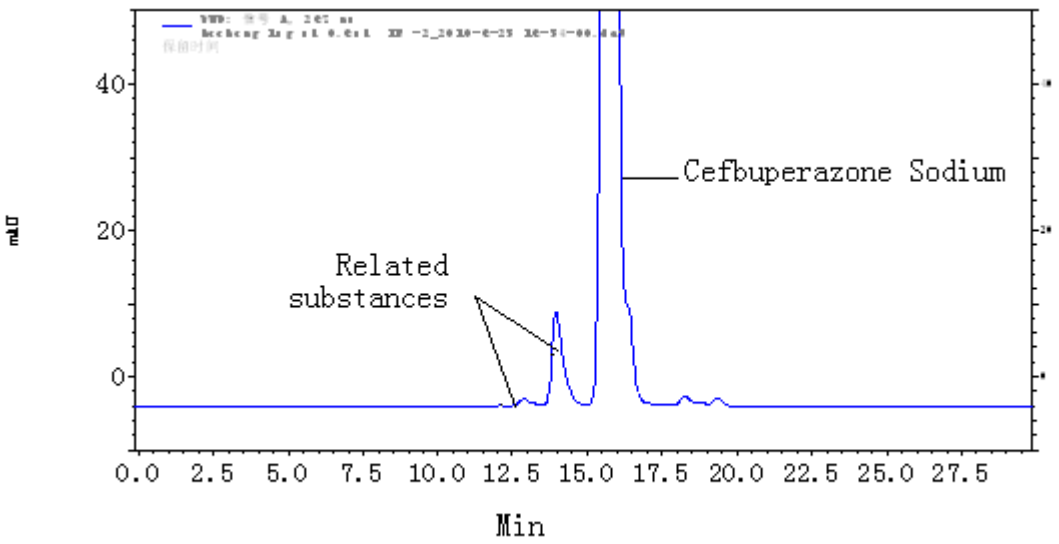
流速：0.6 mL/min

样品浓度：1.0 mg/mL(头孢拉宗钠的调整保留时间约为 15.8 分钟)

进样量：10μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（267 nm）


40
20
0
Related
substances
Cefbuperazone Sodium
0.0 2.5 5.0 7.5 10.0 12.5 15.0 17.5 20.0 22.5 25.0 27.5
Min

返回到目录

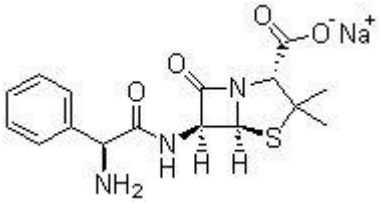
二十六、氨苄西林钠

1、基本信息

1）英文名：　Ampicillin

2）产品名称：(2S,5R,6R)-3,3- 二甲基 -6-〔(R)-2-氨基-2- 苯乙酰氨基〕-7- 氧代-4-硫杂-1-氮杂双环〔3.2.0 〕庚烷-2- 甲酸钠

3）分子结构:



4）分子式：C16H18N3NaO4S

5）分子量：371.39

6）CAS 登录号：69-52-3

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SWXL（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：10mMPB(5mMNa_2HPO4+5mMNa_2HPO_4): ACN=90:10

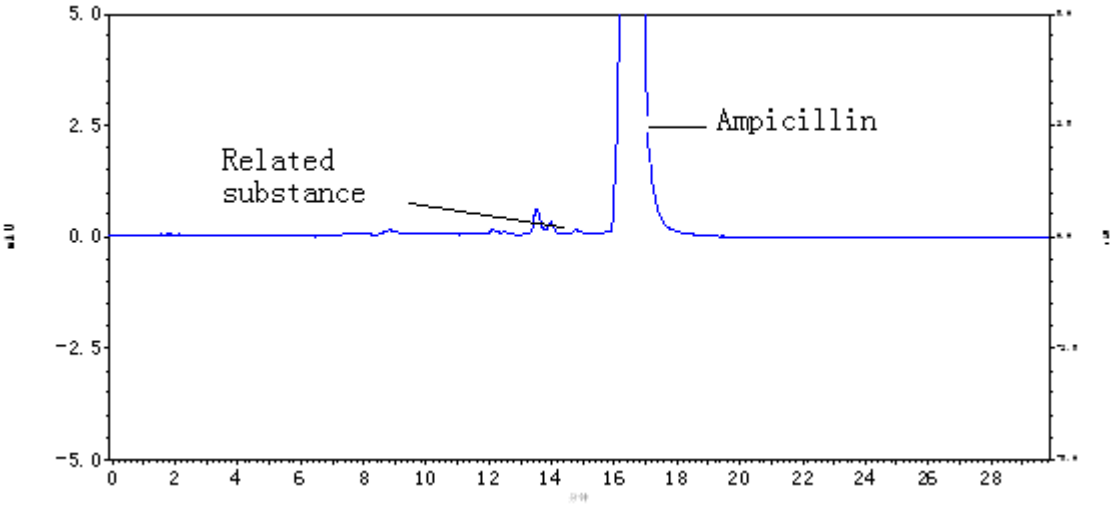
流速：0.6 mL/min

样品浓度：1.0 mg/mL(氨苄西林钠的调整保留时间约为 16.8 分钟)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254 nm）


5.0
2.5
0.0
-2.5
-5.0
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
22
24
26
28
Related substance
Ampicillin

返回到目录

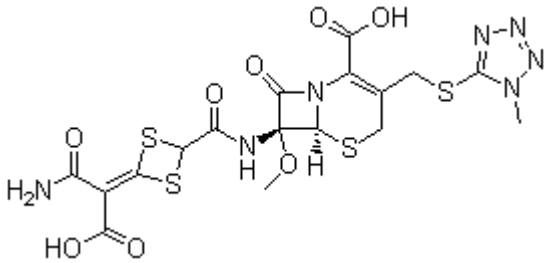
二十七、头孢替坦

1、基本信息

1）英 文 名： Cefotetan

2）产品名称：(6R,7S)-7-[[4-(1-氨基-3-羟基-1,3-二氧代丙烷-2-基亚基)1,3-二硫杂环丁烷-2-甲酰]氨基]-7-甲氧基-3-[(1-甲基四唑-5-基)硫甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸

3）分子结构:



4）分子式：C17H17N7O8S4

5）分子量：575.619

6）CAS 登录号：69712-56-7

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SWXL（7.8mm I.D.×30cm）

洗脱条件：10mMPB(5mMNa_2HPO4+5mMNa_2HPO_4): ACN=95:5

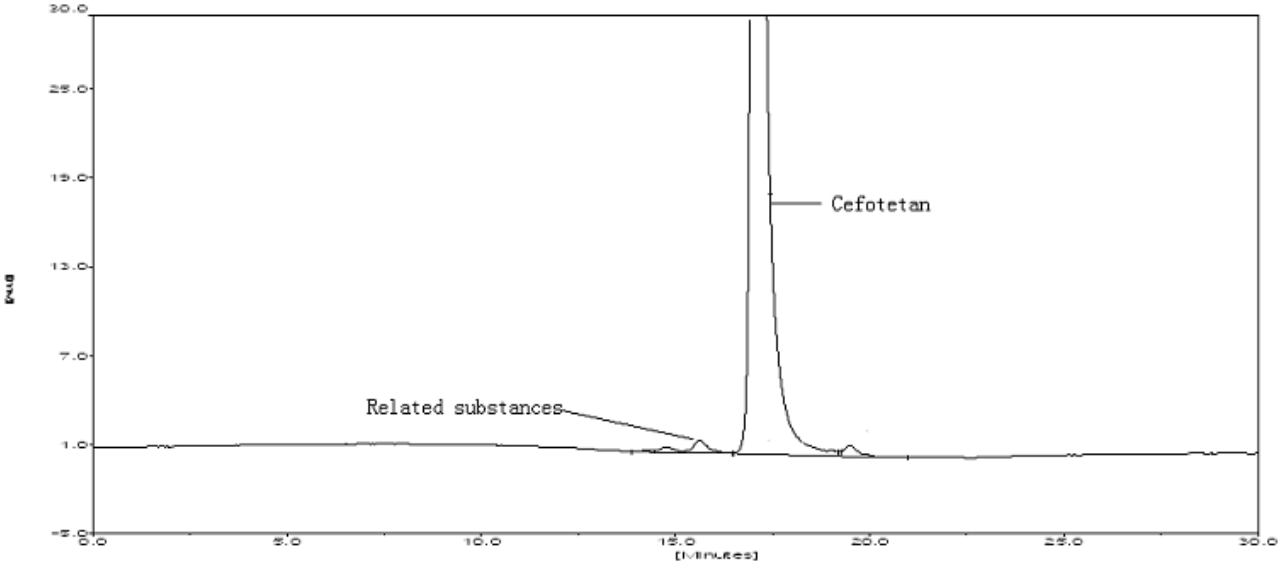
流速：0.5 mL/min

样品浓度：0.15 mg/mL(头孢替坦的调整保留时间约为 17 分钟)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254 nm）



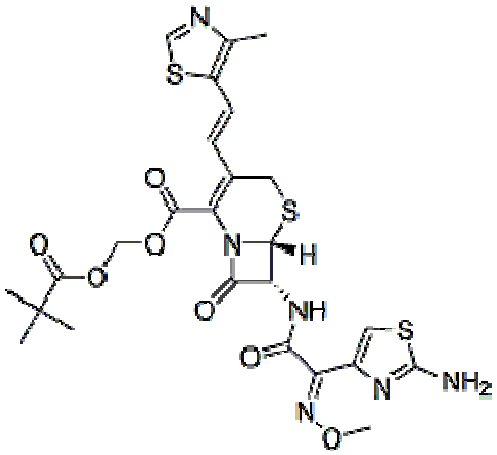
返回到目录

二十八、头孢妥仑匹酯

1、基本信息

1）英 文 名： Cefditoren pivoxil

2）产品名称： （-）-（6R，7R）-2，2-二甲基丙酰氧甲基 7-[（Z）-2-（2-氨基-4-噻唑基）-2-甲氧基亚氨乙酰氨基]-3-[（Z）-2-（4-甲基-5-噻唑基）乙烯基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂二环[4，2，0]辛-2-烯-2-羧酸酯 3）分子结构:



4）分子式：C25H28N6O7S3

5）分子量：620.73

6）CAS 登录号:

7）样品性质：油溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000HHR（7.8mm I.D.×30cm）两根串联

洗脱条件：DMF+30mMLiBr

流速：0.33 mL/min

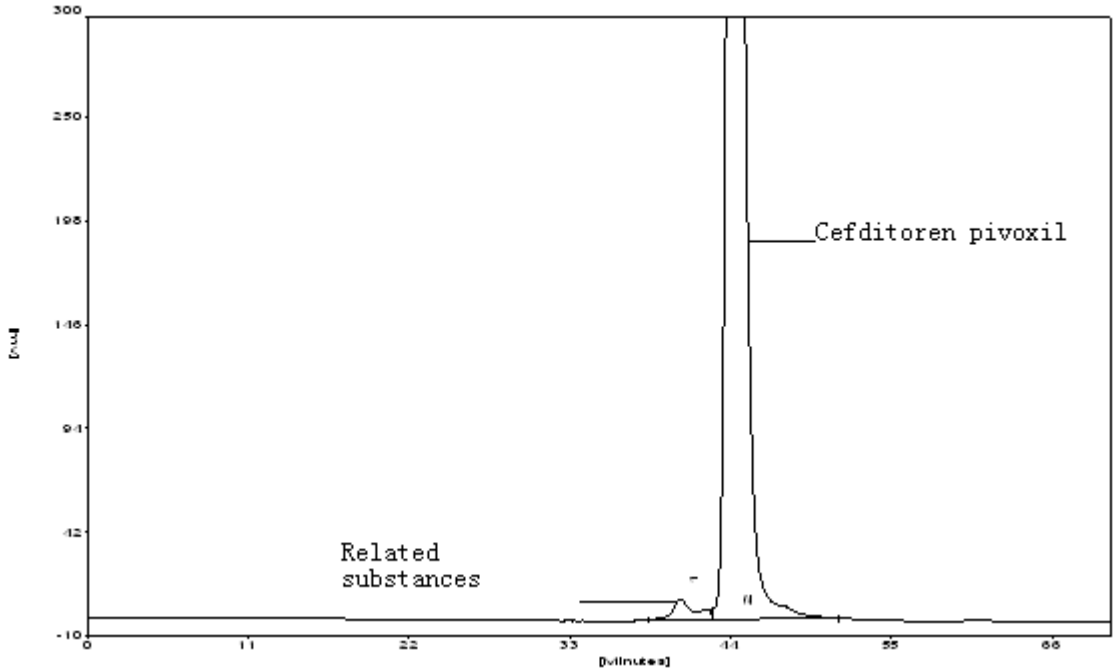
样品浓度：1 mg/mL(头孢妥仑匹酯的调整保留时间约为 44 分钟)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（280 nm）

色谱图:



返回到目录

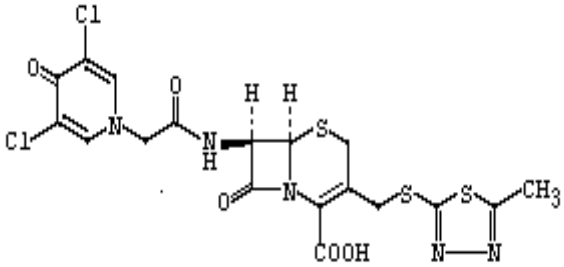
二十九、头孢西酮

1、基本信息

1）英 文 名： Cefazedone

2）产品名称：(6R,7R)-7-(2-(3,5-二氯-4-氧代-1(4H)-吡啶基)乙酰氨基)-3-(((5-甲基-1,3,4-硫二唑-2-基)硫)甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸

3）分子结构：



4）分子式：$C_{18}H_{15}Cl_2N_5O_5S_3$

5）分子量：548.45

6）CAS 登录号：56187-47-4

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SW$_{XL}$（7.8mm I.D.×30cm）两根串联

洗脱条件：10mMPB（Na_2HPO_4:NaH_2PO_4）:ACN=95:5

流速：0.5 mL/min

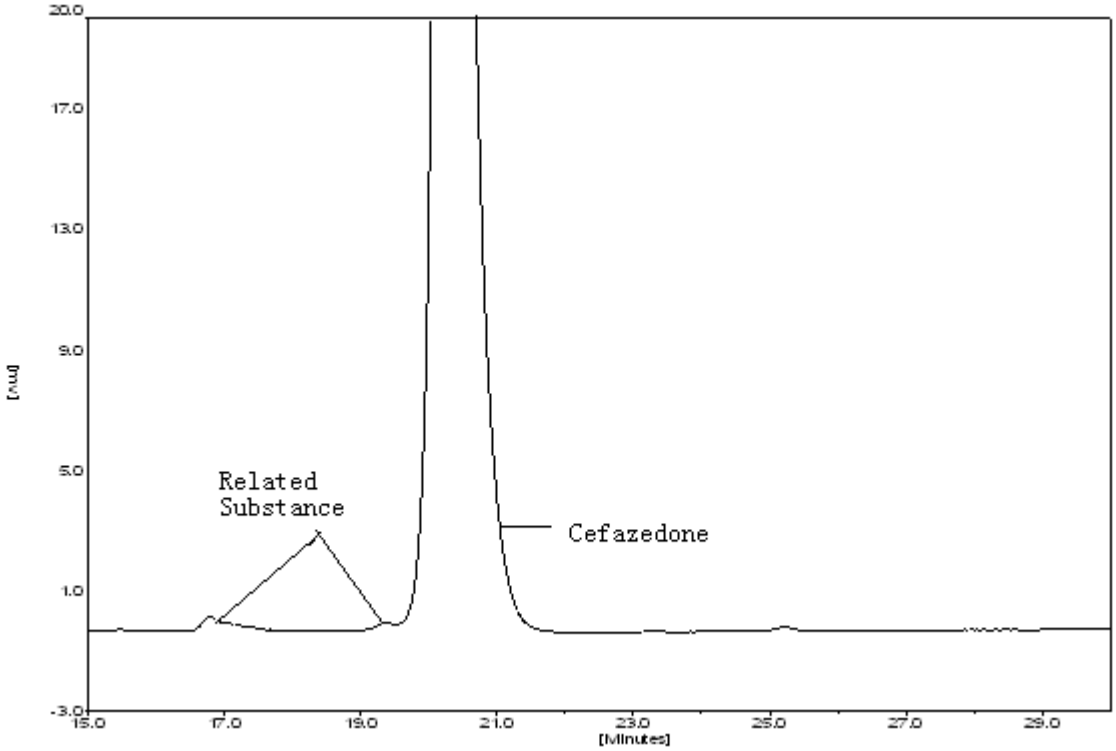
样品浓度：0.1 mg/mL(头孢西酮的调整保留时间约为 20 分钟)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254 nm）

色谱图：


20.0
17.0
13.0
9.0
5.0
1.0
-3.0
[mV]
Related
Substance
Cefazedone
15.0
17.0
19.0
21.0
23.0
25.0
27.0
29.0
[Minutes]

返回到目录

三十、泰比培南酯（替比培南酯）

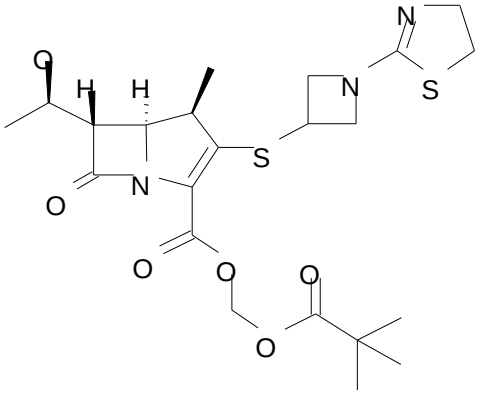
1、基本信息

1）英 文 名：tebipenem pivoxil

2）产品名称：(1R,5S,6S)-6-[1(R)-羟乙基]-1-甲基-2-[1-(2-噻唑啉基)氮杂环基-3-磺胺基]-1-碳青霉 2-烯-3-羧酸特戊酰甲酯

3）分子结构:

I



4）分子式：$C_{22}H_{31}N_3O_6S_2$

5）分子量：497.63

6）CAS 登录号：161715-24-8

7）样品性质：油溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000HHR(7.8mm*30cm)

洗脱条件：DMF+30mMLiBr

流速：0.33 mL/min

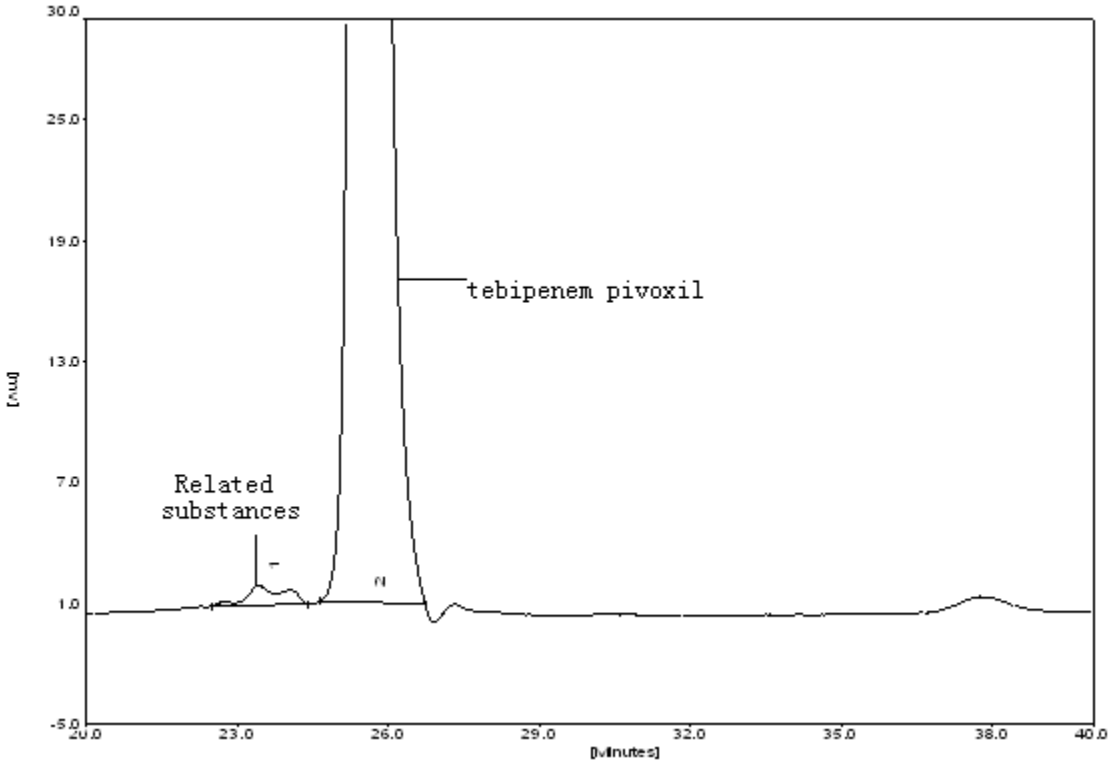
样品浓度：0.1 mg/mL(泰比培南酯)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（323 nm）

色谱图:


30.0
25.0
19.0
13.0
7.0
1.0
-5.0
[mV]
tebipenem pivoxil
Related
substances
20.0
23.0
26.0
29.0
32.0
35.0
38.0
40.0
[Minutes]

返回到目录

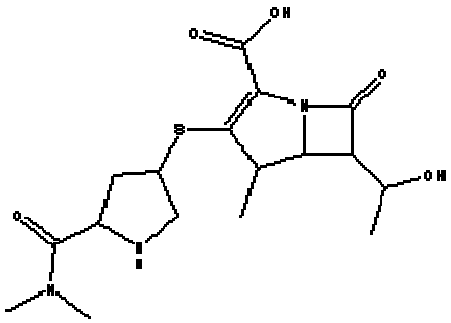
三十一、美罗培南（美洛培南）

1、基本信息

1）英 文 名：Meropenem

2）产品名称：(4R,5S,6S)-3-[[(3S,5S)-5-(二甲基氨甲酰基)-3-吡咯烷]- 硫]-6-[(1R)-1-羟乙基]-4-甲基-7-氧-1-氧双环[3,2,0]-庚-2-烯-2-羧酸三水合物

3）分子结构:



4）分子式：**$C_{17}H_{25}N_3O_5S$**

5）分子量：**383.46**

6）CAS 登录号：**96036-03-2**

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SWXL(7.8mm*30cm)

洗脱条件：5mMNa_2HPO_4-5mMNaH_2PO_4(61:39):ACN=95:5

流速：1.0 mL/min

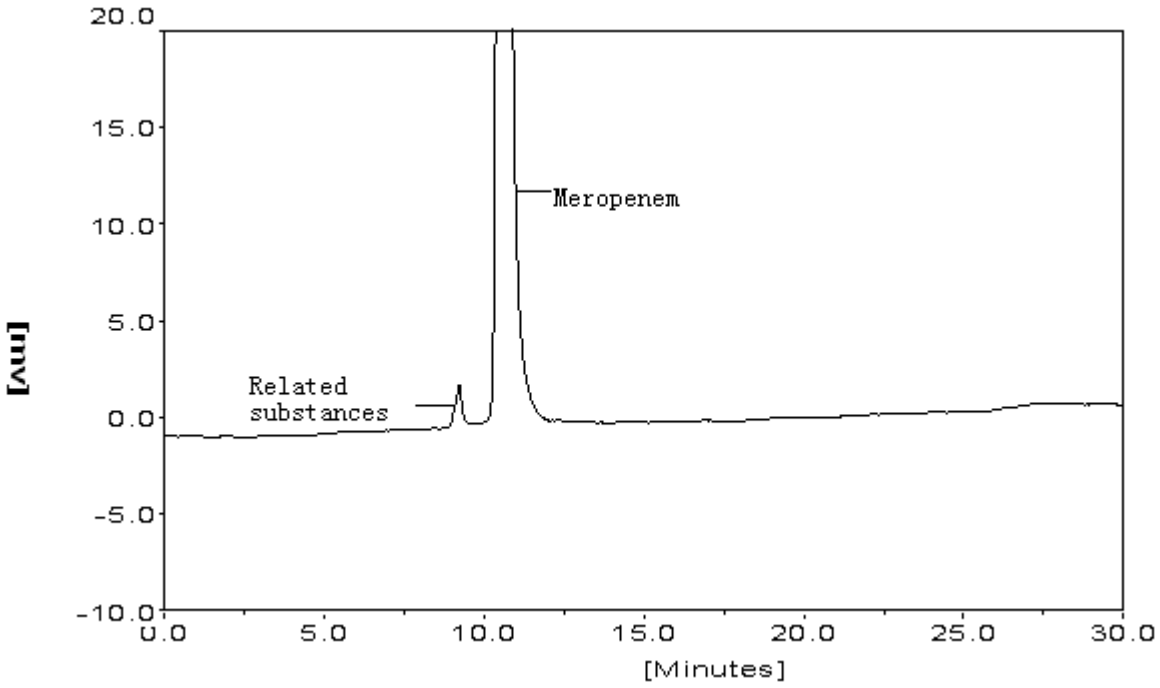
样品浓度：1 mg/mL(美罗培南)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254 nm）

色谱图:


20.0
15.0
10.0
5.0
0.0
-5.0
-10.0
[mV]
Meropenem
Related
substances
0.0
5.0
10.0
15.0
20.0
25.0
30.0
[Minutes]

返回到目录

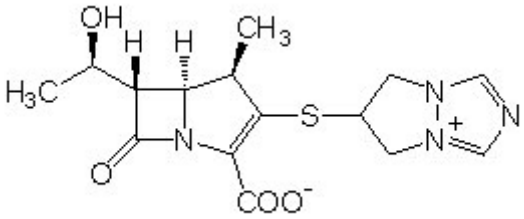
三十二、比阿培南

1、基本信息

1）英 文 名：Biapenem

2）产品名称：(-)6-[[(4R,5S,6S)-2-羧基-6-[(1R)-1-羟乙基]-4-甲基-7-氧代-1-氮杂双环[3.2.0]庚-2-烯-3-基]硫]-6,7-二氢-5*H*-吡唑[1,2-a][1,2,4]三唑-4-鎓内盐。

3）分子结构:



4）分子式：C15H18N4O4S

5）分子量：350.40

6）CAS 登录号：120410-24-4

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SWXL(7.8mm*30cm)

洗脱条件：5mMNa_2HPO_4-5mMNaH_2PO_4(61:39):ACN=90:10

流速：0.8 mL/min

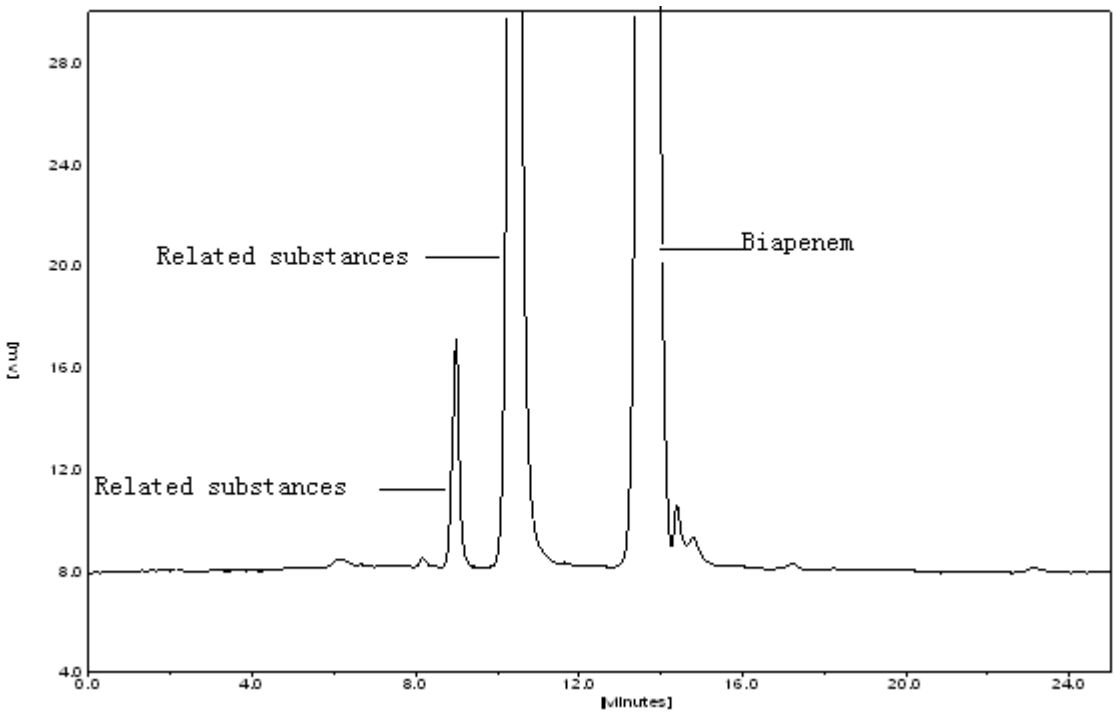
样品浓度：0.5 mg/mL(比阿培南)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（220 nm）

色谱图:


Related substances
Biapenem
Related substances
28.0
24.0
20.0
16.0
12.0
8.0
4.0
0.0
4.0
8.0
12.0
16.0
20.0
24.0
[Minutes]

返回到目录

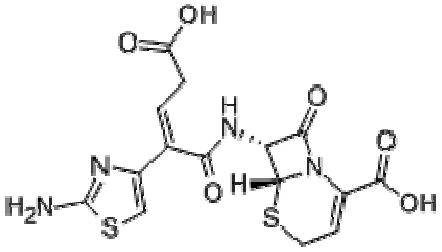
三十三、头孢布烯

1、基本信息

1）英 文 名：Ceftibuten

2）产品名称：[6R-[(6A,7B(Z)]]-7- [[2-(2-氨基-4-噻唑基)-4-羧基-1-氧-2-丁烯基]氨基]-8-氧-5-硫杂-1-氮杂二环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

3）分子结构:



4）分子式：C15H14N4O6S2

5）分子量：410.42

6）CAS 登录号：97519-39-6

7）样品性质：油溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SWXL(7.8mm*30cm)

洗脱条件：5mMNa_2HPO_4-5mMNaH_2PO_4(61:39):ACN=90:10

流速：0.6 mL/min

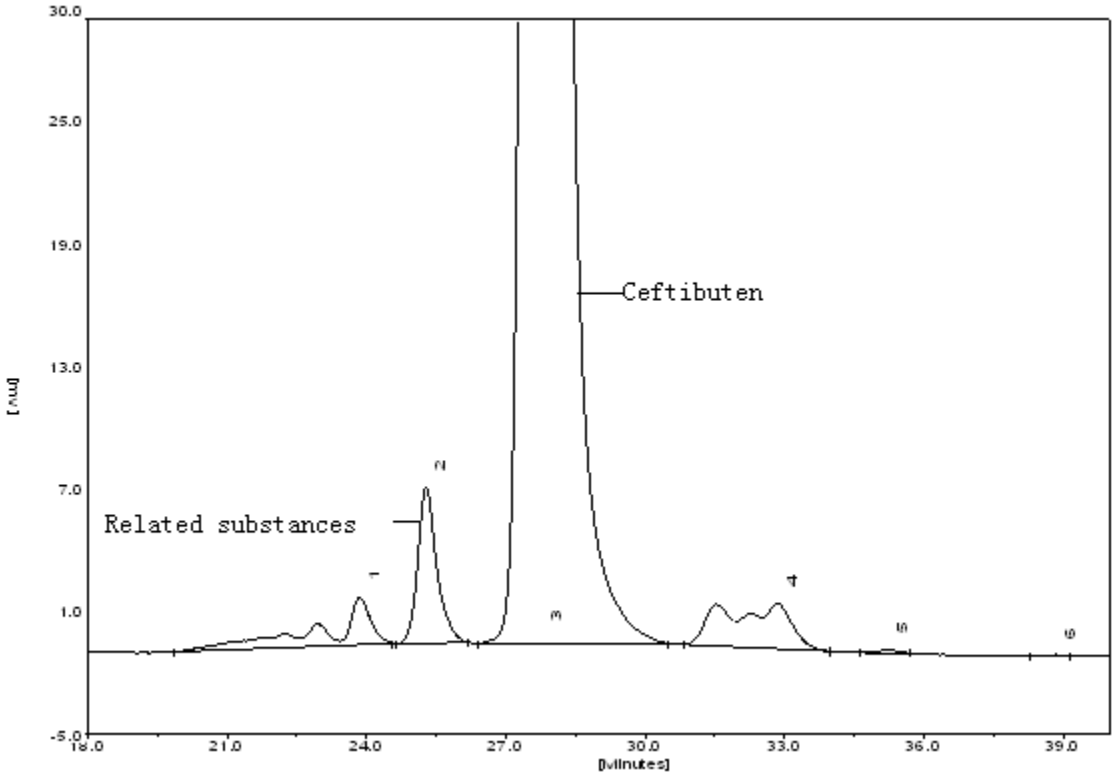
样品浓度：0.4 mg/mL(头孢布烯)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（280 nm）

色谱图:


Ceftibuten
Related substances
30.0
25.0
19.0
13.0
7.0
1.0
-5.0
18.0
21.0
24.0
27.0
30.0
33.0
36.0
39.0
[mV]
[Minutes]

返回到目录

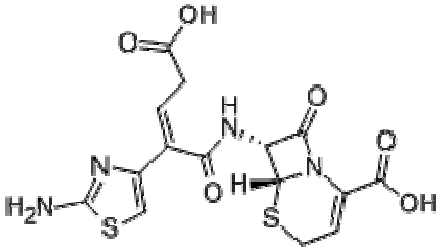
三十四、头孢西汀钠

1、基本信息

1）英 文 名：Cefoxitin sodium

2）产品名称：(6R,7S)-3-(1-氨甲酰氧)甲基-7-甲氧基-8-氧代-72-(2-噻吩基)乙酰氨基-5-硫杂-1-氨杂双环 4.2.0 辛-2-烯-2-甲酸钠盐

3）分子结构：



4）分子式：**$C_{16}H_{16}N_3NaO_7S_2$**

5）分子量：**449.43**

6）CAS 登录号：**33564-30-6**

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SWXL(7.8mm*30cm)

洗脱条件：5mMNa_2HPO_4-5mMNaH_2PO_4(61:39)

流速：0.5 mL/min

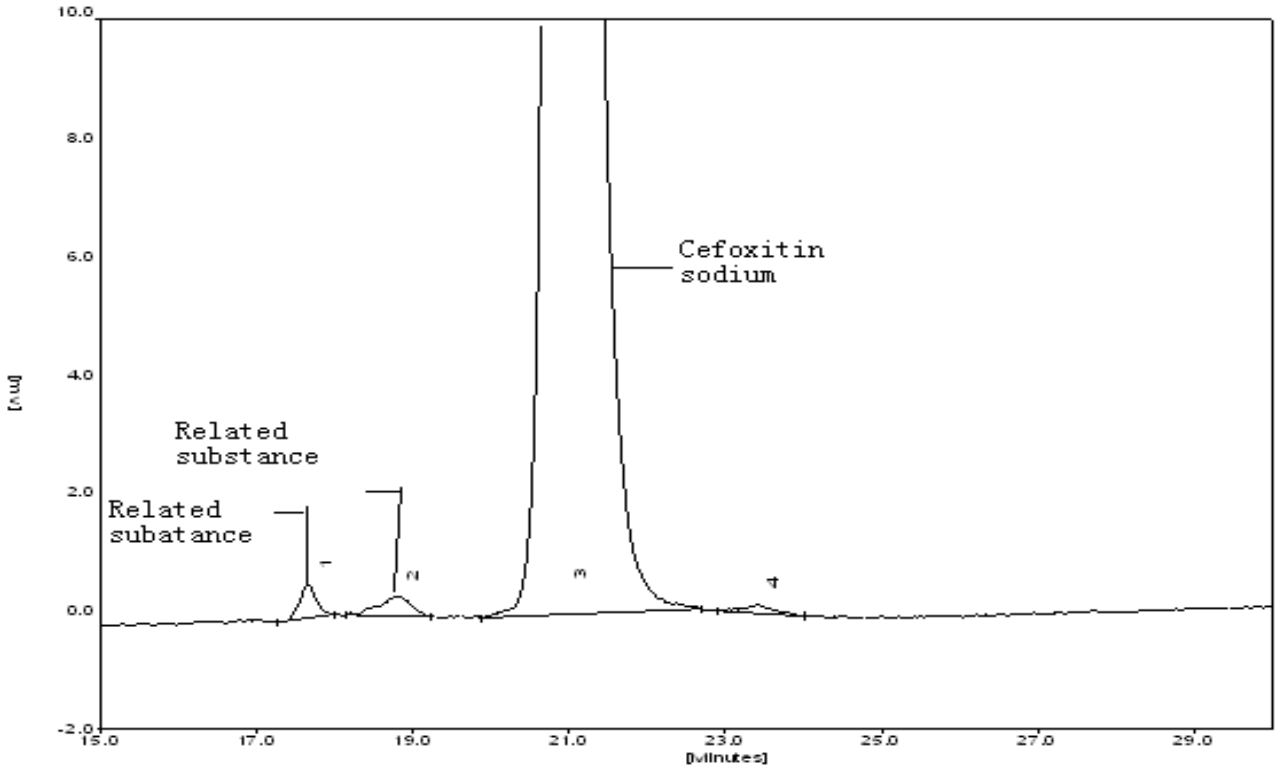
样品浓度：0.1 mg/mL(头孢西汀钠)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254nm）

色谱图：


Cefoxitin
sodium
Related
substance
Related
subatance
[mV]
[Minutes]

返回到目录

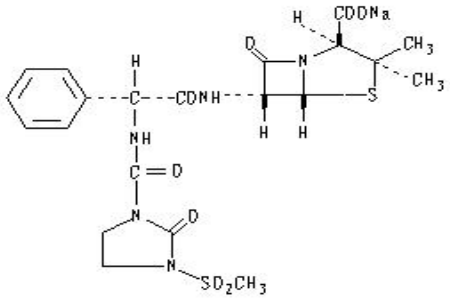
三十五 美洛西林钠

1、基本信息

1）英 文 名：Mezlocilin Sodium

2）产品名称：2S,5R,6R)-3,3-二甲基-6-[(R)-2[3-(甲磺酰)-2-氧代-1-咪唑烷甲酰氨基]-2-苯乙酰氨基]-7-氧代-4-硫杂-1-氮杂双环[3.2.0]-庚烷-2-甲酸钠盐

3）分子结构:



4）分子式： $C_{21}H_{24}N_5NaO_8S_2$

5）分子量：561.56

6）CAS 登录号：51481-65-3

7）样品性质：水溶性

2、实验情况

【色谱条件】

色谱柱：TSKgel G2000SWXL(7.8mm*30cm)

洗脱条件：50mMNa_2HPO_4-50mMNaH_2PO_4(95:5)

流速：0.5 mL/min

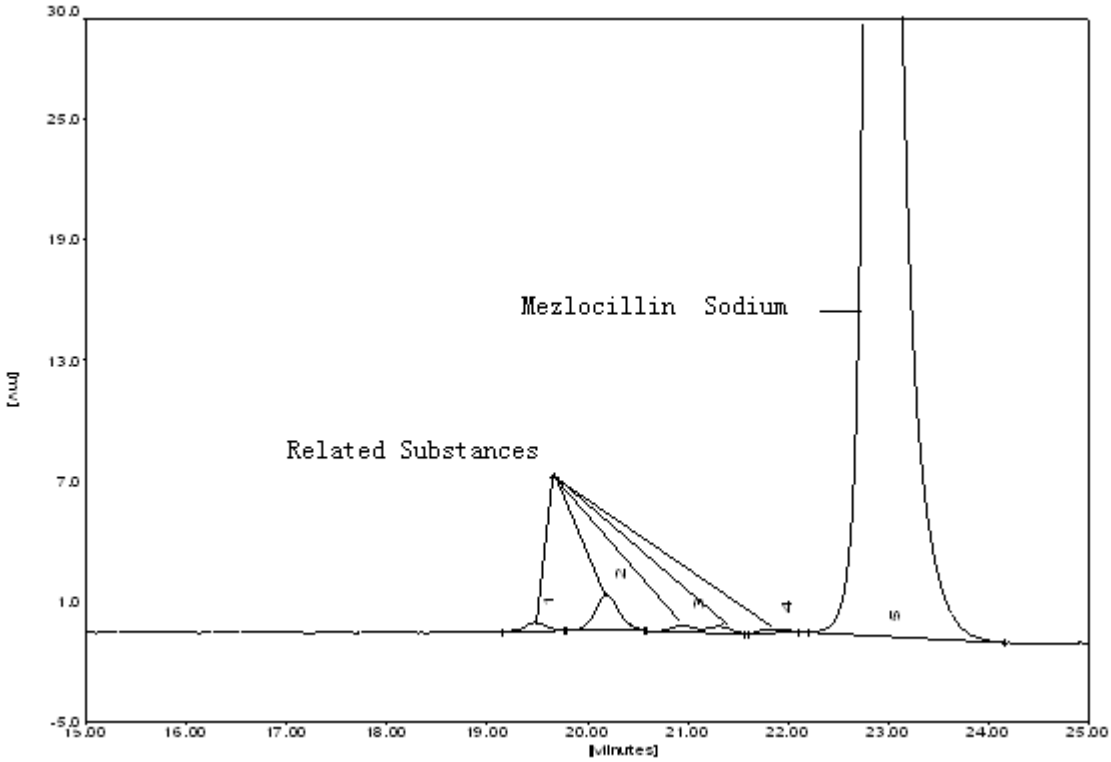
样品浓度：1.5 mg/mL(美洛西林钠)

进样量：20μL

柱温：25 ℃

检测条件：UV（254nm）

色谱图:


Mezlocillin Sodium
Related Substances
30.0
25.0
19.0
13.0
7.0
1.0
-5.0
[mV]
15.00
16.00
17.00
18.00
19.00
20.00
21.00
22.00
23.00
24.00
25.00
[Minutes]

返回到目录

附件一头孢硫脒国家标准

国家食品药品监督管理局

标　准　　YBH04222010

注射用头孢硫脒

Zhusheyong Toubaoliumi

Cefathiamidine for Injection

本品为头孢硫脒的无菌粉末。按无水物计算，含头孢硫脒（$C_{19}H_{25}N_5O_6S_2$）不得少于 97.0%；按平均装量计算，含头孢硫脒($C_{19}H_{24}N_5O_6S_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末；几乎无臭，有引湿性。

【鉴别】(1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品与头孢硫脒对照品适量，分别加水溶解并制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液，作为供试品溶液与对照品溶液，取对照品溶液和供试品溶液等量混合，作为混合溶液。照薄层色谱法（中国药典 2005 年版二部附录 VB）试验，吸取上述三种溶液各 1μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以新鲜制备的甲醇－异丙醇－磷酸盐缓冲液（pH5.8）（7：2：1）展开后为展开剂，展开，晾干，于 100℃加热 30 分钟，置碘蒸气中显色检视。供试品溶液所显主斑点的颜色与位置应与对照品溶液主斑点的颜色与位置相同，混合溶液应显单一斑点。

(3)本品的红外吸收光谱应与对照的图谱(中国药典光谱集 924 图)一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】

结晶性 取本品少许，依法检查(中国药典 2005 年版二部附录IX D)，应符合规定。

酸度 取本品，加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液，依法测定(中国药典 2005 年版二部附录VI H)，pH 值应为 4.0~6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶，分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液(中国药典 2005 年版二部附录IX B)比较，均不得更浓；如显色，与黄色或黄绿色 7 号标准比色液(中国药典 2005 年版二部附录IX A 第一法)比较，均不得更深。

水分 取本品，照水分测定法(中国药典 2005 年版二部附录VII M 第一法 A)测定，含水分不得过 2.0%。

有关物质 取装量差异项下内容物，混合均匀，精密称取适量，加流动相制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液作为供试品溶液，精密量取适量，加流动相稀释成每 1ml 含 5μg 的溶液作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 10μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%，

国家食品药品监督管理局	发布	江苏省药品检验所	审核
国家食品药品监督管理局药品审评中心	审计	苏州中化药品工业有限公司	提出

再精密量取上述供试品溶液和对照溶液 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间 4 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)，各杂质峰的面积和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%)（供试品溶液中任何小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰可忽略不计）。

头孢硫脒聚合物 照分子排阻色谱法（中国药典 2005 年版二部附录Ⅴ H）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以 TSK—GEL 2500PWx1(7.8mm×30cm，粒径 7μm)为分析柱；以 0.05mol/L 磷酸盐缓冲液 pH7.0（取 0.68g 磷酸二氢钾，加 0.1mol/L 氢氧化钠 29.1ml，加水稀释至 100ml，即得）－乙腈（90：10）为流动相，流速为 0.8ml/min，检测波长为 254nm。取供试品溶液 10ml，加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml，室温放置 10 分钟，再加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml，摇匀，取 20μl 注入液相色谱仪，头孢硫脒峰与其前面的降解杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含头孢硫脒 2.5mg 的溶液，作为供试品溶液（临用新配）；精密量取头孢硫脒对照品适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 25μg 的溶液，作为对照品溶液。取对照品溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%～25%，精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；按外标法以峰面积计算保留时间小于头孢硫脒的杂质总量，以头孢硫脒计，不得过 0.8%。

细菌内毒素 取本品，依法检查(中国药典 2005 年版二部附录XI E)，每 1mg 头孢硫脒中含内毒素的量应小于 0.075EU。

无菌 取本品，加无菌水适量溶解后，全部转移至不少于 500ml 的 0.9%无菌氯化钠溶液中，用薄膜过滤法处理后，依法检查(中国药典 2005 年版二部附录XI H)，应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定（中国药典 2005 年版二部附录Ⅰ B）。

【含量测定】照高效液相色谱法（中国药典 2005 年版附录 VD）测定。

色谱条件与系统适应性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲液(取无水磷酸氢二钠 2.76g，枸橼酸 1.29g，加水溶解并稀释成 1000ml)-乙腈(80:20)；检测波长为 254nm，理论板数按头孢硫脒峰计算不低于 3000。

测定法 取装量差异项下内容物，混合均匀，精密称取适量，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢硫脒 0.1mg 的溶液，精密量取 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取头孢硫脒对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{16}H_{18}N_6O_5S_2$ 的含量。

【类别】β-内酰胺类抗生素，头孢菌素类。

【规格】 （1）0.5g （2）1.0g （3）2.0g

【贮藏】 密闭，在冷暗干燥处保存。

【有效期】 24 个月。