

Zenix SEC-100体积排阻色谱柱对头孢米诺钠高聚物的高效分离和检测

头孢米诺钠 (Cefminox Sodium) 是一种头霉素类抗生素，其作用性质与第三代头孢菌素相近，对大肠杆菌、克雷伯杆菌、变形杆菌、流感杆菌、拟杆菌及链球菌具较强抗菌活性。本文采用赛分科技的Zenix SEC-100体积排阻色谱柱，对头孢米诺钠高聚物进行高效分离和检测。

溶液配制

供试品溶液：取本品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1 mL中含头孢米诺1 mg的溶液。

对照溶液：取头孢米诺对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1 mL中约含5 μg 的溶液。

灵敏度试验溶液：精密量取对照溶液1mL，用流动相定量稀释制成每1 mL中约含0.1 μg 的溶液。

系统适用性溶液：取供试品溶液10 mL，加0.1 mol/L 氢氧化钠溶液1 mL，室温放置1分钟，再加0.1 mol/L 盐酸溶液1 mL，摇匀。

色谱条件

Column: Zenix SEC-100, 3 μm, 100 Å, 7.8 x 300 mm

Mobile phase: 5 mM Phosphate buffer (pH 7.0) : Acetonitrile = 95: 5 (v/v)

Flow rate: 0.8 mL/min

Detector: UV 254 nm

Column temperature: Room temperature

Injection volume: 10 μL

Pressure: 82 bar

Instrument: Agilent 1260

系统适用性溶液

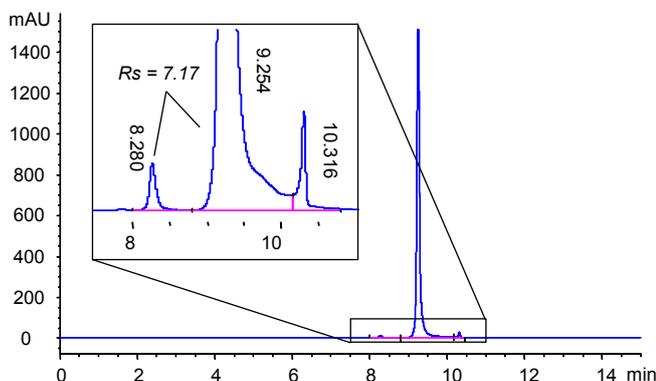


图1. 头孢米诺钠系统适用性溶液色谱图。头孢米诺钠与其前相邻降解杂质峰的分度达到7.17，实现良好分离。样品为某制药公司提供。

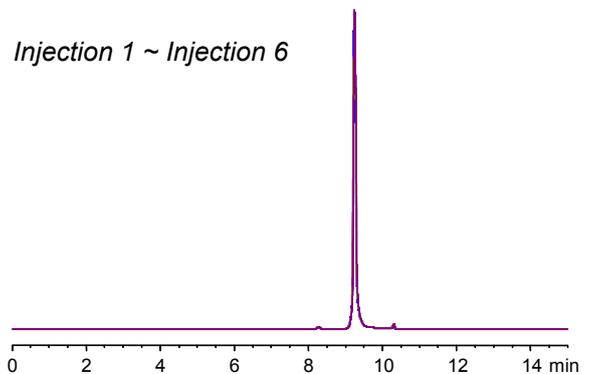
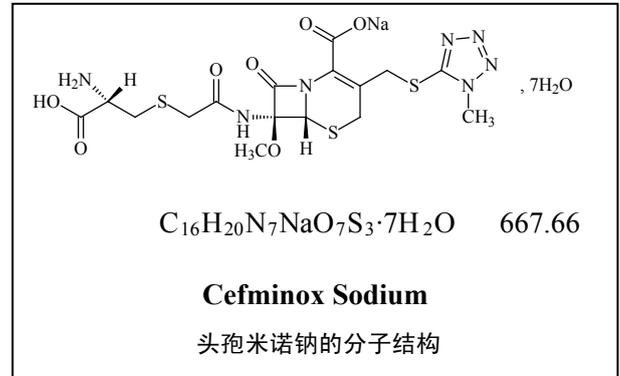


图2. 头孢米诺钠系统适用性溶液连续进样6针的色谱叠加图。如图显示，头孢米诺钠系统适用性溶液在Zenix SEC-100柱上的检测具有良好的重现性。

灵敏度试验溶液

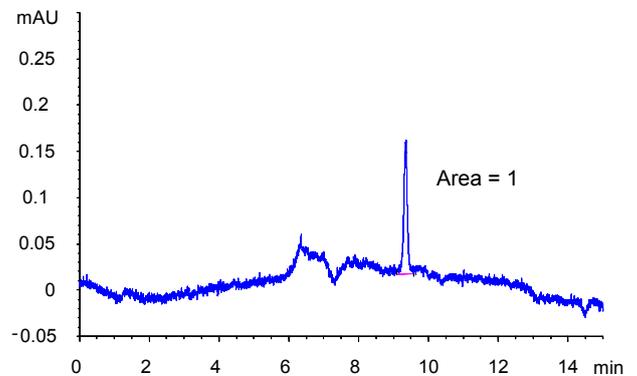


图3. 头孢米诺钠灵敏度试验溶液的色谱图。主成分峰高的信噪比远大于5。

对照溶液

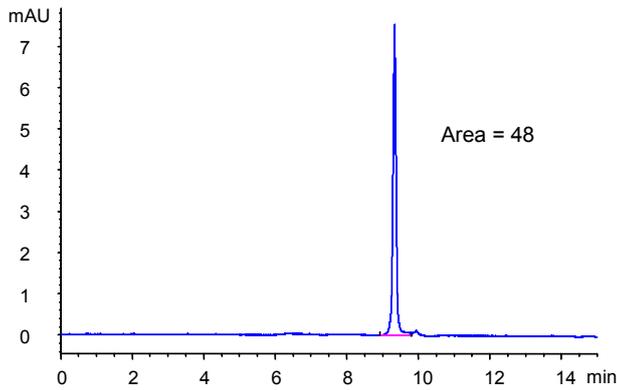


图4. 头孢米诺钠对照溶液色谱图

供试品溶液

由制药公司Z所生产的头孢米诺钠

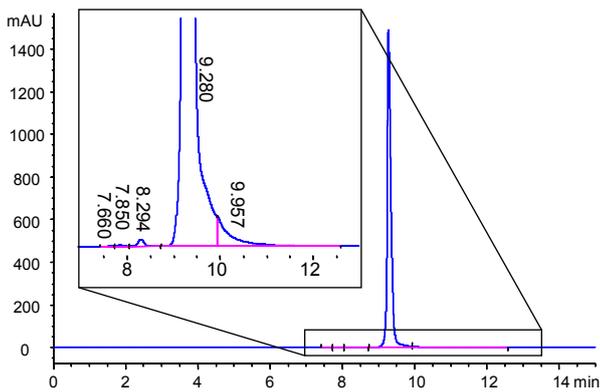


图5. 头孢米诺钠供试品溶液色谱图（样品由制药公司Z提供）

| Components | Retention Time (min) | Area | Resolution |
|------------|----------------------|-------|------------|
| Peak 1 | 7.66 | 1 | |
| Peak 2 | 7.85 | 2 | 1.12 |
| Peak 3 | 8.29 | 14 | 2.33 |
| Peak 4 | 9.28 | 10791 | 4.91 |
| Peak 5 | 9.96 | 132 | 2.69 |

由如上积分表所示，保留时间小于头孢米诺峰的各杂质峰面积的和为对照溶液主峰面积的0.35倍。

由制药公司Y所生产的头孢米诺钠

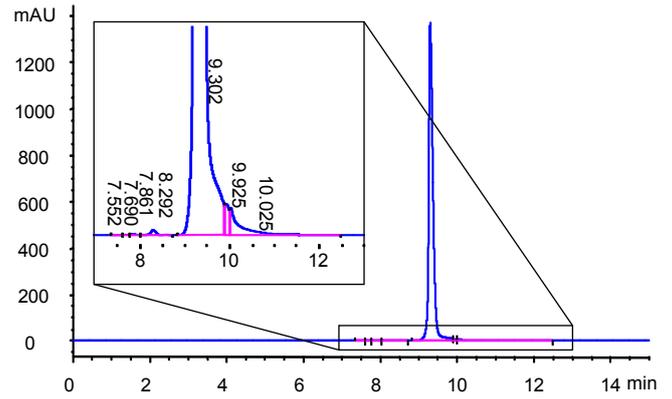


图6. 头孢米诺钠供试品溶液色谱图（样品由制药公司Y提供）

| Components | Retention Time (min) | Area | Resolution |
|------------|----------------------|-------|------------|
| Peak 1 | 7.55 | 1 | |
| Peak 2 | 7.69 | 1 | 0.75 |
| Peak 3 | 7.86 | 2 | 1.02 |
| Peak 4 | 8.29 | 13 | 2.3 |
| Peak 5 | 9.30 | 10067 | 5.17 |
| Peak 6 | 9.92 | 41 | |
| Peak 7 | 10.02 | 116 | |

由如上积分表所示，保留时间小于头孢米诺峰的各杂质峰面积的和为对照溶液主峰面积的0.35倍。

由制药公司X所生产的头孢米诺钠

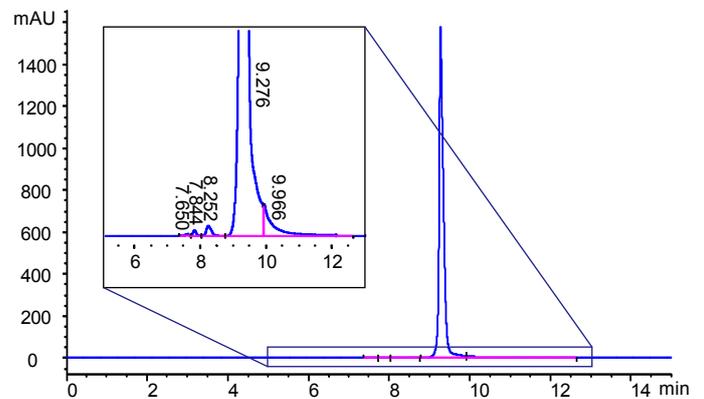


图7. 头孢米诺钠供试品溶液色谱图（样品由制药公司X提供）

| Components | Retention Time (min) | Area | Resolution |
|------------|----------------------|-------|------------|
| Peak 1 | 7.65 | 4 | |
| Peak 2 | 7.84 | 11 | 1.04 |
| Peak 3 | 8.25 | 29 | 1.77 |
| Peak 4 | 9.28 | 11552 | 4.46 |
| Peak 5 | 9.97 | 153 | 2.74 |

由如上积分表所示，保留时间小于头孢米诺峰的各杂质峰面积的和为对照溶液主峰面积的0.92倍。该样品检测时已在有效期范围之外。

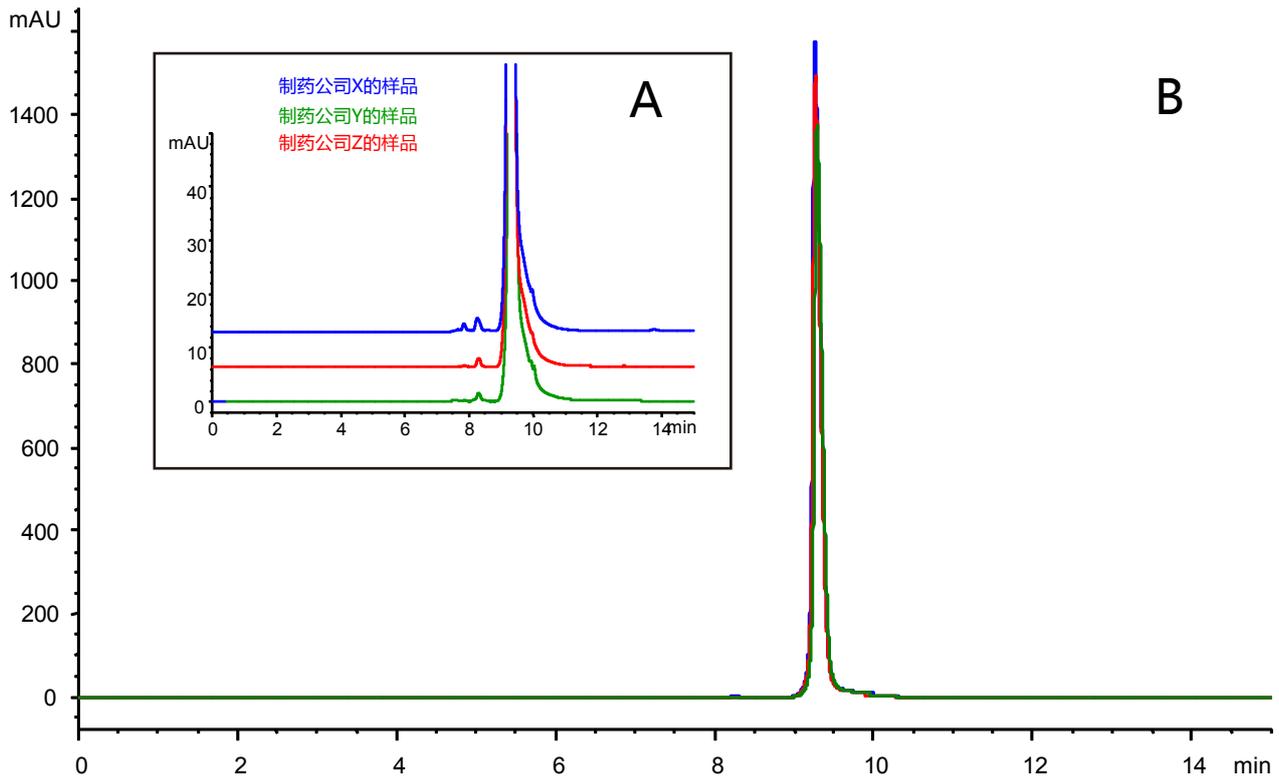


图8. 三家制药公司所生产头孢米诺钠的供试品溶液色谱对比图。A图是B图的局部放大图。从图中的保留时间来看，三家样品中所含的高分子聚合物成分具有一定的相似性。

产品信息

Zenix色谱柱固定相采用专利的表面修饰技术(专利US 7,247,387B1和US 7,303,821B1)，通过在高纯度具有良好机械稳定性的硅胶基质上，键合一层均匀的纳米厚度中性亲水薄膜而制备得到。

- 采用可控的化学修饰技术，能确保柱与柱之间有着可靠的重现性；
- 精心设计的大孔体积可保证高的分离容量以及优异的分辩率；
- 表面亲水涂层覆盖完全，使之具有优异的色谱柱稳定性，延长色谱柱寿命；
- 低盐浓度洗脱，适合LC-MS分析；
- 专利的表面修饰层，确保对样品的最大回收率；
- 广泛适用于生物分子及水溶性聚合物的分离和检测。

| Zenix SEC-100 | |
|-----------------|-------------------------|
| 材料 | 表面键合亲水薄膜的硅胶 |
| 颗粒大小 | 3 μm |
| 孔径 (A) | ~ 100 |
| 蛋白分子量范围 | 100 - 100,000 |
| 水溶性聚合物分子量范围 | 500 - 10,000 |
| pH 稳定性 | 2 - 8.5, 短时能耐pH 8.5-9.5 |
| 反压 (7.8x300 mm) | ~ 1,500 psi |
| 最大耐受压力 (psi) | ~ 4,500 |
| 盐浓度范围 | 20 mM - 2.0 M |
| 最高使用温度 (°C) | ~ 80 |
| 流动相的兼容性 | 常规水相及有机相溶剂 |

订货信息

| 产品名称 | 粒度 | 孔径 | 规格 | 订货号 |
|---------------|------|-------|------------|-------------|
| Zenix SEC-100 | 3 μm | 100 Å | 7.8x300 mm | 213100-7830 |