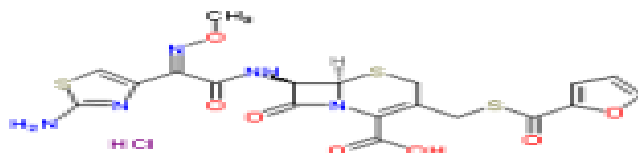


盐酸头孢噻呋质量标准（草案）

Yansuan Toubaosai fu
Ceftiofur Hydrochloride



$C_{19}H_{17}N_5O_7S_3 \cdot HCl$ 560.02

本品为{6R-〔6 α ,7 β (Z)〕}-7-〔〔(2-氨基-4-噻唑基)(甲氧亚氨基)乙酰基)氨基]-3-〔〔(2-呋喃羰基)硫代)甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸盐盐酸盐。按无水物计算，含头孢噻呋($C_{19}H_{17}N_5O_7S_3$)不得少于 85.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在二甲基乙酰胺和甲醇中易溶，在乙醇中略溶，在四氢呋喃中极微溶解，在水中不溶。

比旋度 取本品，精密称定，加二甲基乙酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，依法测定(附录 0621)，比旋度为-114°至-124°。

【鉴别】 (1) 本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录 0402)。

(2) 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。

(3) 本品的甲醇溶液显氯化物的鉴别反应(附录 0301)。

【检查】

酸度 取本品 0.1g，加水 20ml，充分振摇，滤过，取续滤液依法测定(附录 0631)，pH 值应为 2.0~4.0。

有关物质 取本品适量，精密称定，加乙腈-水(1:1)稀释制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液，作为供试品溶液。取头孢噻呋系统适用性对照品适量，加乙腈-水(1:1)稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液，作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法(附录 0512)试验。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Luna® C18(2) 150 mm×4.6mm, 3 μ m 或效能相当色谱柱)；以水-乙腈-三氟乙酸(950:50:1)为流动相 A，水-乙腈-三氟乙酸(200:800:1)为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；检测波长为 254nm。取系统适用性对照品 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图。系统适用性溶液中头孢噻呋峰与 δ -3-顺式肟的分离度不得小于 1.5。精密量取供试品溶液 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，其出峰顺序依次为头孢噻呋肟乙酯、7-氨基头孢烷酸(7-ACA)、2-呋喃甲酸、N-去乙酰头孢噻呋(7-ACF)、头孢噻肟、头孢噻呋 δ -3 异构体、头孢噻呋 E-异构体、双氢噻吩硫酯、头孢噻呋氨基二聚物、N-三苯甲基头孢噻呋肟；其相对保留时间分别为 0.03、0.10、0.33、0.70、0.71、0.98、1.08、1.2、1.3 和 1.5；相对响应因子分别为 1.60、

0.77、2.50、0.61、1.0、1.0、1.0、1.0、1.0 和 0.48；按下式以峰面积计算，杂质限度分别不得过 0.5%、0.5%、0.5%、0.5%、0.5%、0.5%、3.6%、0.5%、0.8%和 0.5%。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	100	0
5	100	0
35	60	40
50	0	100
55	0	100
60	100	0
75	100	0

$$\text{杂质(\%)} = \frac{A_1}{\text{RRF} \times (A_{\text{CEF}} + \text{SUM})} \times 100\%$$

式中 A_1 为供试品溶液色谱图中各杂质峰的面积；
 A_{CEF} 为供试品溶液色谱图中头孢噻吩的峰面积；
SUM 为供试品溶液色谱图中所有杂质峰的峰面积与各自相对响应因子的商的总和；
RRF 为各杂质峰的相对响应因子。

水分 取本品，照水分测定法（附录 0832 第一法）测定，含水分不得过 5.0%。

炽灼残渣 不得过 0.5%（附录 0841）。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录 0821 第二法），含重金属不得过百万分之二十。

细菌内毒素 取本品 50mg，加 2.6% 无内毒素的碳酸钠溶液 1.0ml 使溶解，加细菌内毒素检查用水 1.0ml，制成浓度为每 1ml 含 25mg 的溶液，再用细菌内毒素检查用水稀释至所需浓度（必要时，可调节被测溶液或其稀释液的 pH），依法检查（附录 1143），每 1mg 盐酸头孢噻吩中含内毒素的量应小于 1.0EU。（供无菌制剂用）

无菌 取供试品约 0.5g，加 10ml 2.6% 无菌碳酸钠溶液使溶解，再转移至 500ml 0.9% 无菌氯化钠溶液中，经薄膜过滤法处理，用 pH7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液作为冲洗液，每膜每次冲洗 100ml，冲洗 5 次，依法检查（附录 1101），应符合规定。（供无菌制剂用）

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以醋酸铵溶液〔取醋酸铵 3.95g，加 10% 四丁基氢氧化铵溶液 67ml，加水至 700ml，用冰醋酸调节 pH 值至 6.7 ± 0.1 〕-甲醇-四氢呋喃（70:20:11）为流动相，检测波长为 254nm。

测定法 取本品约 0.1g，精密称定，置 100ml 容量瓶中，加二甲基甲酰胺适量，超声使溶解，用 0.05mol/L 醋酸铵溶液稀释至刻度，摇匀；精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用 0.05mol/L 醋酸铵溶液溶解并稀释至刻度，作为供试品溶液。精密量取 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取头孢噻吩对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，记得。

【作用与用途】

【贮藏】 遮光，密封保存。

备注:本标准替代农业部公告第 865 号和第 1140 号发布的同品种质量标准。

行业标准