

# 硫酸头孢喹肟乳房注入剂（干乳期）质量标准草案

Liusuan Toubaokuiwo Rufang Zhuruji (Ganruqi)

Cefquinome Sulfate Intramammary Infusion (Dry Cow)

本品为硫酸头孢喹肟的灭菌油混悬液。含头孢喹肟（ $C_{23}H_{24}N_6O_5S_2$ ）应为标示量的90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为类白色至淡黄色的油混悬液。

**【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) 取摇匀后的本品2ml，加水5ml与稀盐酸1ml，混匀，超声10分钟，离心5分钟（每分钟4500转），水层显硫酸盐的鉴别反应（附录0301）。

**【检查】 有关物质** 临用现配。取摇匀后的本品适量（约相当于头孢喹肟25mg），置离心管中，加入用头孢喹肟对照品饱和的正己烷25ml，振摇使分散，离心10分钟（每分钟4500转），弃去上清液，沉淀物同法操作一次，取沉淀物置室温下挥干，加流动相适量，冷水浴超声10分钟使溶解，移至25ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下色谱条件，精密量取对照溶液和供试品溶液各20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分保留时间的2倍。另取5,6,7,8-四氢喹啉对照品适量，用流动相溶解并稀释制成每1ml中约含5 $\mu$ g的溶液，精密量取20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液中如有与5,6,7,8-四氢喹啉对照溶液主峰保留时间一致的色谱峰，其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的3倍（3.0%），其他单一杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（1.0%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的4倍（4.0%）。

**水分** 取本品，用无水甲醇-三氯甲烷（3:7）为溶剂，照水分测定法（附录0832 第一法A）测定，含水分不得过0.8%。

**无菌** 取本品，挤出内容物，混匀，取混匀的样品10ml，置无菌分液漏斗中，加无菌十四烷酸异丙酯300ml，摇匀，再加0.1%无菌蛋白胍溶液200ml，充分振摇，静置，取水层，照薄膜过滤法处理，用pH7.0无菌氯化钠-蛋白胍缓冲液为冲洗液，冲洗7次（每张滤膜前4次每次冲洗50ml，后3次每次冲洗100ml），每管培养基中加入不少于300万单位的青霉素酶溶液，依法检查（附录1101），应符合规定。

**粒度** 取本品，摇匀后照粒度和粒度分布测定法（附录0982 第一法）测定，含15 $\mu$ m

以下的颗粒不得少于 90%，含 20 $\mu\text{m}$  以下的颗粒不得少于 95%，50 $\mu\text{m}$  及以上的颗粒不得检出。

**挤压试验** 取本品 5 支，内容物应能顺利挤出，不得阻塞。

**其他** 应符合乳房注入剂项下有关的各项规定（附录 0116）。

**【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** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.025mol/L 高氯酸钠溶液-磷酸-乙腈(1000:12:115)(用三乙胺调节 pH 值至 3.6)为流动相；检测波长为 270nm；取头孢噻肟对照品约 25mg，加流动相 100ml 使溶解，另取头孢喹肟对照品约 25mg，置 25ml 量瓶中，精密加入上述头孢噻肟对照品溶液 1ml，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为系统适用性试验溶液。取 20 $\mu\text{l}$  注入液相色谱仪，记录色谱图；头孢喹肟与头孢噻肟的分离度应大于 1.0。

**测定法** 取摇匀后的本品适量（约相当于头孢喹肟 25mg），精密称定，置离心管中，加入用头孢喹肟对照品饱和的正己烷 25ml，振摇使分散，离心 10 分钟（每分钟 4500 转），弃去上清液，沉淀物同法操作一次，取沉淀物置室温下挥干，加流动相适量，冷水浴超声 10 分钟使硫酸头孢喹肟溶解，移至 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀；精密量取 5ml，置 25ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 20 $\mu\text{l}$ ，注入液相色谱仪，记录色谱图。另取头孢喹肟对照品约 25mg，精密称定，置 250ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

**【作用与用途】**

**【用法与用量】**

**【注意事项】**

**【弃奶期】**

**【规格】** 按  $\text{C}_{23}\text{H}_{24}\text{N}_6\text{O}_5\text{S}_2$  计算 3g : 0.15g

**【贮藏】** 密闭，在凉暗处保存。

**备注:**本标准替代农业部第 2211 公告、第 2226 公告、第 2328 公告和第 2341 号公告发布的同品种质量标准。