

盐酸林可霉素乳房注入剂（泌乳期）质量标准（草案）

Yansuan Linkemeisu Rufang Zhuruji (Mirusi)

Lincomycin Hydrochloride Intramamary Infusion (Lactating Cow)

本品含盐酸林可霉素按林可霉素 ($C_{18}H_{34}N_2O_6S$) 计算, 应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色油状混悬液。

【鉴别】 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。

【检查】 挤压 取本品 5 支, 内容物应能顺利压出, 不得阻塞。

有关物质 取本品约 2.0g (相当于林可霉素 100mg), 精密称定, 置具塞离心管中, 加石油醚 (沸程 $90^{\circ}C \sim 120^{\circ}C$) 10ml, 振摇 1 分钟, 离心 5 分钟 (3500~4000 转/分钟), 弃去上清液, 挥干, 沉淀加水 12ml 使溶解, 转移至 25ml 量瓶中, 用流动相洗涤离心管, 洗液并入量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 加水 48ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液。精密量取供试品溶液和对照溶液各 10 μ l, 分别注入液相色谱仪, 照含量测定项下的色谱条件, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 除林可霉素 B 峰外, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积 (1.0%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍 (2.0%), 供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰可忽略不计。

林可霉素 B 照含量测定项下的方法测定, 林可霉素 B 的峰面积不得过林可霉素与林可霉素 B 峰面积之和的 5.0%。

无菌 取本品, 挤出内容物, 混匀, 取 35g, 置灭菌的分液漏斗中, 加无菌肉豆蔻酸异丙酯 200ml, 充分振摇, 再加 0.1% 无菌蛋白胨溶液 200ml, 振摇, 静置, 取水层用薄膜过滤法处理, 用无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液 (pH7.0) 为冲洗液, 每次冲洗 100ml/膜, 共冲洗 6 次。依法检查 (附录 1101), 应符合规定。

其他 除粒度外, 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 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以 0.05mol/L 硼砂溶液 (用 85% 磷酸溶液调节 pH 值至 5.0) - 甲醇-乙腈 (67:33:2) 为流动相, 流速为每分钟

0.5ml；检测波长为 214nm。理论板数按林可霉素峰计算应不低于 1500，林可霉素与林可霉素 B 峰（与林可霉素相对保留时间为 0.4~0.7）的分离度应大于 2.6。**林可霉素与相邻杂质峰的分离度应符合要求。**

测定法 取本品约 0.5g（约相当于林可霉素 25mg），精密称定，置具塞离心管中，加石油醚（沸程 90℃~120℃）10ml，振摇 1 分钟，离心 5 分钟（3500~4000 转/分钟），弃去上清液，挥干，沉淀加水 12ml 使溶解，转移至 25ml 量瓶中，用流动相洗涤离心管，洗液并入量瓶中，加流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取林可霉素对照品约 25mg，精密称定，置 25ml 量瓶中，加水 12ml 使溶解，加流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。精密量取上述两种溶液各 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，即得。

【作用与用途】

【用法与用量】

【不良反映】

【注意事项】

【休药期】

【规格】按 $C_{18}H_{34}N_2O_6S$ 计 7.0g: 350mg

【贮藏】遮光，密封，在干燥处保存。