

马波沙星片质量标准（草案）

Maboshaxing Pian

Marbofloxacin Tablets

本品含马波沙星（ $C_{17}H_{19}FN_4O_4$ ）应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】本品为类白色片。

【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】有关物质 取本品细粉适量（约相当于马波沙星 100mg），精密称定，置 100ml 棕色量瓶中，加 80ml 甲醇-水（23:77），超声处理 15 分钟，放冷，加甲醇-水（23:77）稀释至刻度，摇匀，过滤，取续滤液作为供试品溶液；精密量取 5ml，置 100ml 棕色量瓶中，加甲醇-水（23:77）稀释至刻度，精密量取 1ml 置 50ml 棕色量瓶中，加甲醇-水（23:77）稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照高效液相色谱法（附录 0512）测定，用十八烷基键合硅胶为填充剂（XTerra C18, 4.6*150mm, 5 μ m 或其他效能相当的色谱柱）。以甲醇-冰醋酸-磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钠 2.70g、辛烷磺酸钠 3.50g，加水 1000ml 使溶解，用磷酸调节 pH 值至 2.5）（230 : 5 : 770）为流动相；检测波长 315nm；流速为 1.2ml/min；柱温为 40℃。取马波沙星杂质峰鉴别对照品（含杂质 A、B、C、D、E）10mg，置 10ml 量瓶中，加甲醇-水（23:77）稀释至刻度，摇匀，作为系统适用性溶液，精密量取 10 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍，马波沙星峰保留时间约为 33min，杂质 B、A、C、D、E 峰相对于马波沙星峰的保留时间分别约为 0.5、0.7、0.9、1.3 和 1.5，杂质 C 峰和马波沙星峰的分度应大于 1.5，杂质 D 峰和马波沙星峰的分度应大于 4.0。再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，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，杂质 A、B 峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.1%）；杂质 C、D 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍（0.2%）；杂质 E 按校正后峰面积计算（乘以校正因子 1.5）不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍（0.2%）；按校正后峰面积计算各杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍（0.5%）。供试品溶液色谱图中小于对照溶液主峰面积 0.5 倍（0.05%）的色谱峰忽略不计。

含量均匀度 取本品 1 片（规格：5mg），置 50ml 棕色量瓶中，加含量测定项下流动相约 30ml，超声处理 15 分钟，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 25ml 棕色量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取续滤液 20 μ l，照含量测定项下的方法测定，按外标法以峰面积计算每片的含量，应符合规定（附录 0941）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录 0931 第二法），以盐酸溶液（9→1000）1000ml 为溶出介质，转速为每分钟 75 转，依法操作，经 30 分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，照含量测定方法测定；另取马波沙星对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含马波沙星 20 μ g 的溶液，同法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的 75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录 0101）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录）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**甲酸水溶液（0.5% 甲酸，0.25%三乙胺）-乙腈（84:16）为流动相**；检测波长为 295nm，柱温 **30℃**。理论板数按马波沙星峰计算不低于 3000。

测定法 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量（相当于马波沙星 20mg），置 100ml 棕色量瓶中，加流动相 70ml，超声处理 15 分钟，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过；精密量取续滤液 5ml，置 50ml 棕色量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取马波沙星对照品适量，精密称定，加流动相溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含马波沙星 20 μ g 的溶液，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】

【规格】 （1）5mg （2）20mg

【贮藏】 遮光，密封，在干燥处保存。

备注：本标准替代农业部第 2233 号公告发布的同品种质量标准。