

亚甲基水杨酸杆菌肽质量标准(草案)

Yajiaji Shuiyangsuan Ganjuntai

Bacitracin Methylene Disalicylate

本品为杆菌肽的亚甲基水杨酸盐。按干燥品计算，每 1mg 的效价不得少于 40 杆菌肽单位。

【性状】 本品为类白色至浅黄色粉末；无臭，味苦。

本品在水中易溶，在无水甲醇中微溶、无水乙醇中极微溶。

【鉴别】 (1) 取亚甲基水杨酸项下的供试品溶液，照紫外-可见分光光度法（附录XX 页）在260~360nm的波长范围测定，在315nm的波长处有最大吸收。

(2) 在组分与相关肽项下记录的色谱图中，供试品溶液中杆菌肽 B1、B2、B3 和 A 峰的保留时间应与杆菌肽锌标准品溶液中相应四个峰的保留时间一致。

【检查】 碱度 取本品适量，加水制成每 1ml 含本品 10mg 的溶液，依法测定(附录 XX 页)，pH 值应为 8.0~9.5。

组分与相关肽 照高效液相色谱法（附录 XX 页）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；以甲醇-水-磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾 2.24g 与磷酸氢二钾 0.75g，加水使成 100ml）-乙腈（26:12:4:2）为流动相；柱温为 30℃；检测波长为 254nm；流速为每分钟 1.0ml。取标准品溶液 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图至杆菌肽 A 峰保留时间的 3 倍，峰谷比 H_p/H_v 应 \geq 1.2（ H_p 为基线以上到杆菌肽 B1 峰顶的高度， H_v 为基线以上到杆菌肽 B1 和 B2 峰之间的曲线最低点的高度）。

测定法 取本品适量，用 4% 乙二胺四乙酸二钠溶液（用氢氧化钠试液调节 pH 值至 7.0）溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 3mg 的供试品溶液。精密量取供试品溶液 5ml 置 100ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，再精密量取 5ml 置 50ml 量瓶中，用水稀释至刻度，作为对照溶液。另取杆菌肽锌标准品适量，用 4% 乙二胺四乙酸二钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 120 杆菌肽单位的溶液，作为标准品溶液。精密量取供试品溶液、标准品溶液、对照溶液、4% 乙二胺四乙酸二钠溶液（空白溶液）各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至杆菌肽 A 峰保留时间的 3 倍（以杆菌肽 A 的保留时间 15 分~25 分钟为宜；如有必要，可保持甲醇和乙腈比例不变，调整其他组分的比例）。杆菌肽组分的出峰顺序依次为杆菌肽 C1、C2、C3、B1、B2、B3、A 和 F，相对保留时间分别为：杆菌肽 C1 约为 0.5、杆菌肽 C2 约为 0.6、杆菌肽 C3 约为 0.6、杆菌肽 B1 约为 0.7、杆菌肽 B2 约为 0.7、杆菌肽 B3 约为 0.8、杆菌肽 A 为 1、杆菌肽 F 约为 2.4。供试品溶液中峰面积小于对照溶液中杆菌肽 A 峰面积的所有峰与供试品溶液中在空白溶液出现峰保留时间处的所有峰均忽略不计。按下式分别计算，杆菌肽 A 不得少于 40.0%，杆菌肽(A+B1+B2+B3) 不得少于 70.0%，相关肽（杆菌肽 B1 之前的所有峰）不得过 20.0%，杆菌肽 F 不得过 6.0%。

$$\text{相关肽含量\%} = \frac{r_{\text{相关肽}}}{r_{\text{总面积}}} \times 100\%$$

$$\text{杆菌肽(A + B1 + B2 + B3)含量\%} = \frac{r_A + r_{B1} + r_{B2} + r_{B3}}{r_{\text{总面积}}} \times 100\%$$

$$\text{杆菌肽A含量\%} = \frac{r_A}{r_{\text{总面积}}} \times 100\%$$

$$\text{杆菌肽F含量\%} = \frac{r_F}{r_A + r_{B1} + r_{B2} + r_{B3}} \times 100\%$$

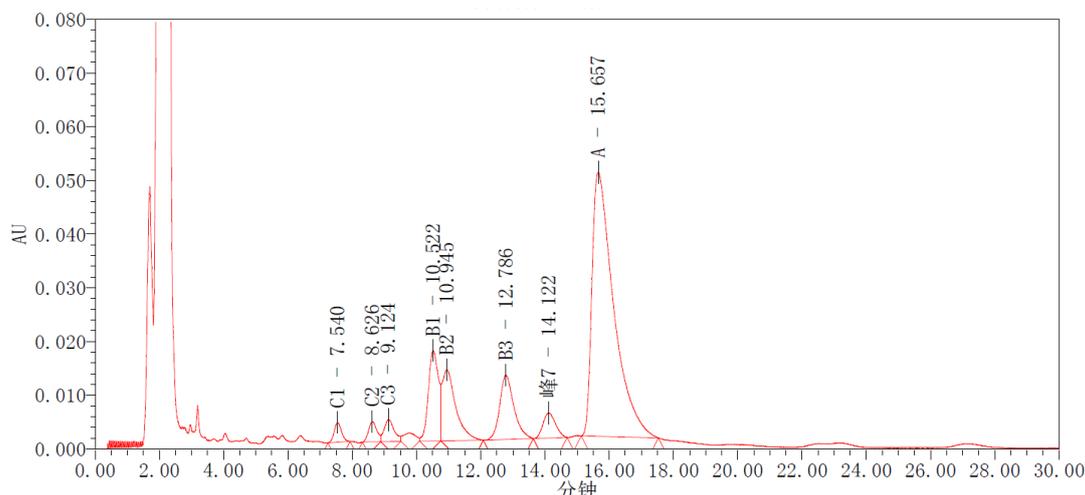
式中 $r_{\text{总面积}}$ 为供试品溶液中所有的峰面积之和（忽略峰除外）；

$r_A + r_{B1} + r_{B2} + r_{B3}$ 为供试品溶液中杆菌肽 A、B1、B2 和 B3 峰面积之和；

$r_{\text{相关肽}}$ 为供试品溶液中杆菌肽 B1 峰之前所有峰面积之和（忽略峰除外）；

r_A 为供试品溶液中杆菌肽 A 峰面积；

r_F 为供试品溶液中杆菌肽 F 峰面积。



亚甲基水杨酸杆菌肽组分与相关肽图谱

亚甲基水杨酸 取本品约35mg，精密称定，置100ml量瓶中，用酸性乙醇溶液（盐酸溶液（1→2）调节乙醇pH值至1.0）溶解稀释至刻度，精密量取10ml，置50ml量瓶中，用酸性乙醇溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。照紫外-可见分光光度法（附录XX页），在315nm的波长处测定吸光度；另取亚甲基水杨酸对照品适量，用酸性乙醇溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含1mg的溶液，精密量取1ml，置50ml量瓶中，用酸性乙醇溶液稀释至刻度，作为对照品溶液，同法测定。计算，即得。以干燥品计算，亚甲基水杨酸应为26.0%~32.0%。

残留溶剂 正丁醇 取本品约0.3g，精密称定，置10ml量瓶中，加适量二甲基亚砷使溶解，精密加入内标溶液（每1ml中含1.6mg 甲醇的二甲基亚砷溶液）1ml，用二甲基亚砷稀释至刻度，摇匀，精密量取1ml，置顶空瓶中，密封，作为供试品溶液；另精密称取正丁醇适量，加二甲基亚砷定量稀释制成每1ml中约含正丁醇2mg的溶液，精密量取1ml，置10ml量瓶中，再精密加入内标溶液1ml，用二甲基亚砷稀释至刻度，摇匀，精密量取1ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液；照残留溶剂测定法（附录XX页第一法）测定，以5%苯基-95%甲基聚硅氧烷为固定液（或极性相近）的毛细管柱，柱温为100℃；进样口温度为220℃；检测器温度为250℃；顶空瓶平衡温度为80℃，平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样，记录色谱图，出峰顺序依次为甲醇、正丁醇，理论板数按正丁醇峰计算不低于5000，色谱峰之间的分离度应符合要求。再取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图。按内标法以峰面积计算，含正丁醇不得过0.5%。

干燥失重 取本品，以五氧化二磷为干燥剂，在60℃减压干燥3小时，减失重量不得过8.0%（附录xx页）。

【含量测定】 精密称取本品适量，加灭菌水溶解并定量稀释成每1ml中约含100杆菌肽单位的溶液。取杆菌肽锌标准品适量，用0.01mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中含100杆菌肽单位的溶液，照抗生素微生物检定法（附录xx页第一法）测定。

【类别】

【贮藏】 密封，在干燥处保存。

备注：本标准替代农业部公告第 2328 号发布的同品种质量标准

行业标准

个人简历