

# 利福昔明乳房注入剂（干乳期）质量标准（草案）

Lifuximing Rufang Zhuruji (ganruqi)

Rifaximin Intramammary Infusion (Dry Cow)

本品为利福昔明的灭菌油混悬液。含利福昔明 ( $C_{43}H_{51}N_3O_{11}$ ) 应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为橙红色至暗红色的油混悬液。

**【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】 有关物质** 取摇匀后的本品约 0.5g（约相当于利福昔明 10mg），精密称定，置具塞离心管中，加石油醚（沸程 60~90℃）25ml，振摇使混匀，离心 5 分钟（4000 转/分），弃去上清液，剩余物在室温下挥发至干；加乙腈-水（4:6）溶液 25ml，置冷水浴中超声处理 5 分钟，使利福昔明溶解，滤过，作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用乙腈-水（4:6）溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件试验，取对照溶液 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱图的峰高约为满量程的 20%。精密量取供试品溶液和对照溶液各 20 $\mu$ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 3 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，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峰面积的 3 倍（3.0%）。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

**水分** 取摇匀后的本品适量，以无水甲醇-三氯甲烷（3:7）为溶剂，照水分测定法（第一法 A）测定，含水分不得过 1.0%。

**粒度** 取摇匀后的本品适量，照粒度和粒度分布测定法（第一法）测定，含 15 $\mu$ m 以下的粒子应不少于 90%，不得检出 50 $\mu$ m 以上的粒子。

**无菌** 取摇匀后的本品 10g，每 5g 供试品置一灭菌的分液漏斗中，加 0.1% 无菌蛋白胨溶液 100ml，用无菌十四烷酸异丙酯洗涤四次，第一次 600ml，后三次每次 200ml，充分振摇，静置，取两个分液漏斗中的水层分别用薄膜过滤法处理，用无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液（pH7.0）为冲洗液，每次冲洗量为 100ml，冲洗三次，依法检查，应符合规定。

**其他** 应符合乳房注入剂项下有关的各项规定。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法测定。

**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 3.16g/L 甲酸铵（稀氨水调节 pH 值至 7.2 $\pm$ 0.1）-乙腈-甲醇（37:31.5:31.5）为流动相，流速为每分钟 1.4ml；检测波长为 276nm。理论板数按利福昔明峰计算应不低于 2500，利福昔明峰与相邻杂质峰的分离度应大于 3.0。

**测定法** 取摇匀后的本品适量（约相当于利福昔明 10mg），精密称定，置具塞离心管中，加石油醚（沸程 60~90℃）25ml，振摇使混匀，离心 5 分钟（4000 转/分），弃去上清液，剩余物在室温下挥发至干，加乙腈-水（4:6）溶液 20ml，置冷水浴中超声处理 5 分钟，使利福昔明溶解，转移置 50ml 量瓶中，用乙腈-水（4:6）溶液稀释至刻度，精密量取 2ml，置 10ml 量瓶中，用乙腈-水（4:6）溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取利福昔明对照品适量，加乙腈-水（4:6）溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含利福昔明 40 $\mu$ g 的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

**【规格】** 按  $C_{43}H_{51}N_3O_{11}$  计算 5g:0.1g

---

【贮藏】遮光，密闭，在25℃以下保存。

备注：本标准替代农业部公告第 2084 号、第 2442 号发布的同品种质量标准。

行业标准