

替米考星可溶性粉

Timikaoxing Kerongxingfen

Tilmicosin Soluble Powder

本品为替米考星与无水葡萄糖等配制而成。含替米考星（ $C_{46}H_{80}N_2O_{13}$ ）应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡白色粉末。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液~~主峰~~替米考星顺式异构体峰和反式异构体峰的保留时间应与对照品溶液~~主~~相应~~两~~峰的保留时间一致。

【检查】 溶解性 取本品适量（约相当于替米考星 0.1g），加水 100ml，搅拌，应全部溶解。

酸碱度 取本品 0.1g，加水 100ml，依法测定（附录 0631），pH 值应为 5.5~7.5。

有关物质 取本品适量（约相当于替米考星 0.2g），精密称定，置 50ml 量瓶中，加乙腈 10ml 使溶解，用磷酸溶液（取水 900ml，加磷酸 5.71g，用 12.5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 2.5 ± 0.1 ，加水至 1000ml）稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；取替米考星对照品适量，精密称定，加乙腈制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液，精密量取 5ml，置 25ml 量瓶中，用上述磷酸溶液稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（附录 0512）试验，用十八烷基硅烷键合硅胶（250mm×4.6mm，5μm）为填充剂，以水-磷酸二丁胺溶液（取二丁胺 16.8ml，加磷酸溶液（1→10）70ml，边加边搅拌，放冷后，用磷酸调节 pH 值至 2.5 ± 0.1 ，加水至 100 ml）（975：25）为流动相 A，以乙腈为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；检测波长为 280nm，流速为每分钟 1.1 mL，替米考星反式异构体峰（两个不完全分开的峰）、顺式异构体峰与顺-8-差向异构体峰的相对保留时间分别为 0.9、1.0 和 1.1，理论板数按替米考星顺式峰计算不低于 3000，替米考星的顺式和反式异构体峰的分离度应符合要求。精密量取对照品溶液和供试品溶液各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液色谱图中（除顺式、反式和顺-8-差向异构体外）如有杂质峰，按下式计算，单个杂质不得过 3.0%，各杂质的和不得过 10.0%。供试品溶液色谱图中小于对照品溶液顺式异构体峰面积 0.01 倍的色谱峰可忽略不计。

$$\text{杂质含量} = \frac{A \times W_s \times P}{A_s \times W \times n} \times 100\%$$

式中：A 为供试品溶液色谱图中除顺式、反式和顺-8-差向异构体外，有关物质峰面积的和/或单个有关物质峰面积；

A_s 为对照品溶液色谱图中顺式和反式异构体峰面积的和；

W_s 为对照品的重量；

W 为供试品的重量；

P 为对照品的顺式和反式异构体的含量；

n 为对照品与供试品的稀释倍数比。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	82	18
30	60	40
32	82	18
40	82	18

干燥失重 取本品，以五氧化二磷为干燥剂，在 60℃减压干燥 5 小时，减失重量不得过 10.0%（附录 0831）。

其他 应符合可溶性粉剂项下有关的各项规定（附录 0113）。

【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（250mm×4.6mm，5 μm）为填充剂；以水-乙腈-磷酸二丁胺溶液〔取二丁胺 16.8ml，加磷酸溶液（1→10）70ml，边加边搅拌，放冷后，用磷酸调节 pH 值至 2.5±0.1，加水至 1000ml〕-四氢呋喃（805：115：25：55）为流动相；检测波长为 280nm，流速为每分钟 1.0ml。理论板数按替米考星顺式异构体峰计算不低于 3000，替米考星顺式与反式异构体峰的分离度应符合要求。替米考星反式异构体峰和顺式异构体峰的相对保留时间为 0.9 和 1.0。

测定法 取本品适量（约相当于替米考星 50mg），精密称定，置 100ml 量瓶中，加磷酸溶液（~~取磷酸 5.71g，加水 900ml 使溶解，加，用 12.5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 2.5±0.1，加水至 1000ml~~）使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 10 μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取替米考星对照品适量，同法测定。按外标法以顺式和反式异构体峰面积的和计算，即得。

【规格】 （1）10% （2）37.5%

【贮藏】 遮光，密闭，在干燥处保存。