

替米考星注射液

Timikaoxing Zhusheye

Tilmicosin Injection

本品为替米考星与丙二醇等制成的灭菌溶液。含替米考星（ $C_{46}H_{80}N_2O_{13}$ ）应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色至棕红色澄明液体。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液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相应两峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 5.5~6.5（附录 0631）。

有关物质 精密量取本品适量（约相当于替米考星 0.3g），置 50ml 量瓶中，加乙腈 10ml，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；另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）测定。用十八烷基硅烷键合硅胶（250mm×4.6mm， $5\mu\text{m}$ ）为填充剂；以水-磷酸二丁胺缓冲液（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 100ml）（95:250）为流动相 A，以乙腈为流动相 B；按照下表进行线性梯度洗脱；检测波长为 280nm；流速为每分钟 1.1ml。进样体积 $10\mu\text{l}$ 。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异构体峰计算不低于 3000，替米考星的顺式异构体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 $10\mu\text{l}$ ，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。

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

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；

P_s 为对照品的顺式和反式异构体的含量；

P 为供试品规格；

V 为量取供试品的体积；

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

细菌内毒素 取本品，依法检查（附录 1143），每 1mg 替米考星中含内毒素的量应小于 0.5EU。

无菌 取本品，每瓶取 2ml，混匀，加入含 1% 无菌 ~~吐温聚山梨酯 20~~ 的磷酸盐缓冲液（pH7.0）200ml，摇匀，用含 1% 无菌 ~~吐温聚山梨酯 20~~ 的磷酸盐缓冲液（pH7.0）为冲洗液，经薄膜过滤法处理，依法检查（附录 1101），应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定（附录 0102）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录 0512）测定。

精密量取本品适量（约相当于替米考星 0.6g），置 100ml 量瓶中，用磷酸溶液 ~~（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）~~ 稀释至刻度，摇匀；精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用 ~~上述~~ 磷酸溶液稀释至刻度，摇匀。照替米考星项下的方法测定。按外标法以替米考星顺式和反式异构体峰面积的和计算，即得。

【规格】 10ml : 3g

【贮藏】 遮光，密闭保存。