

磷酸替米考星可溶性粉

Linsuan Timikaoxing Kerongxingfen

Tilmicosin Phosphate Soluble Powder

含磷酸替米考星按替米考星($C_{46}H_{80}N_2O_{13}$)计,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至类白色粉末。

【鉴别】 (1) 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两峰的保留时间一致。

(2) 本品的水溶液显磷酸盐的鉴别反应(附录 0301)。

【检查】 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。

溶解性 取本品 1.0g,加水 100mL,搅拌应全部溶解,不得有浑浊或沉淀生成。

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,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)适量,加乙腈 10ml,超声使溶解,再用磷酸溶液稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取替米考星对照品适量,精密称定,加乙腈定量稀释制成每 1ml 中含 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, 5 μ m)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(两个不完全分开的峰)、顺式异构体与顺-8-差向异构体的相对保留时间分别为 0.9、1.0 和 1.1(梯度洗脱程序可根据替米考星主峰的保留时间进行调整,使色谱图记录时间为替米考星顺式异构体峰保留时间的 2 倍),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 10 μ 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 8.5%。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。

$$\text{杂质含量} = \frac{A \times W_S \times P}{A_S \times W \times n \times c} \times 100\%$$

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；

c 为磷酸替米考星可溶性粉的标示量。

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 3.0%。

其他 应符合可溶性粉剂项下的有关的规定（附录 0113 页）。

【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，5μm）为填充剂，以水-乙腈-磷酸二丁胺溶液（取二丁胺 16.8 ml，加磷酸溶液（1→10）70 ml，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）-四氢呋喃（805:115:25:55）为流动相，检测波长为 280 nm，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应不低于 3000，替米考星的顺式异构体峰和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分别为 0.9 和 1.0。

测定法 取本品适量（约相当于替米考星 25 mg），精密称定，置 50 ml 量瓶中，加磷酸溶液（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）适量，加乙腈 10ml，超声使溶解，并用磷酸

溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取替米考星对照品 25 mg，精密称定，置 50 ml 量瓶中，加乙腈 10ml 超声使溶解，用磷酸溶液稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。精密量取供试品溶液和对照品溶液各 10 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以替米考星顺式异构体峰和反式异构体峰面积的和计算，即得。

【规格】以 $C_{46}H_{80}N_2O_{13}$ 计 10%。

【贮藏】遮光，密封保存。