**盐酸倍他司汀注射液相关检验方法**

【**鉴别**】（1）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 照高效液相色谱法（通则0512）**

**稀释剂液** 0.5mol/L的乙酸铵溶液（用冰醋酸调节pH值至3.5）-甲醇（96：4）

供试品溶液精密量取本品2ml，置10ml量瓶中，加稀释液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶中，用稀释液稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。

对照品溶液 另精密称取杂质A、杂质B、杂质C对照品适量，加稀释液定量稀释制成每1ml中均含杂质A、杂质B、杂质C分别为2μg的溶液，作为杂质A、杂质B、杂质C混合对照品溶液。

色谱条件 十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以0.5mol/L的乙酸铵溶液（用冰醋酸调节pH值至3.5）为流动相A，甲醇为流动相B，按下表进行线性梯度洗脱；柱温为30℃；检测波长261nm；进样体积20μl。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **时间（分钟）** | **流动相A（%）** | **流动相B（%）** |
| 0 | 94 | 6 |
| 7 | 94 | 6 |
| 9 | 80 | 20 |
| 20 | 80 | 20 |
| 22 | 94 | 6 |
| 32 | 94 | 6 |

系统适用性 杂质A、杂质B、杂质C及主峰与相邻各杂质之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液及对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，杂质A、杂质B、杂质C按外标法以峰面积计算，杂质A、杂质B不得过0.20%，杂质C不得过2%，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.2倍（0.20%），其他各杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍（0.5%）。

**重金属** 取本品50ml，蒸发至约20ml，放冷，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml与水适量使成25ml，依法检查（中国药典2020年版四部通则0821第一法），含重金属不得过千万分之三。

**细菌内毒素** 取本品，依法检查（通则1143），每1mg中含细菌内毒素的量应小于3EU。

**无菌** 取本品，采用薄膜过滤法未冲洗，以金黄色葡萄球菌为阳性，依法检查（通则1101）。

【**含量测定**】照高效液相色谱法（通则0512）测定。

**供试品溶液** 精密量取本品适量，用稀释液定量稀释制成每1ml中约含盐酸倍他司汀0.5mg（规格5ml的制成每1ml中约含盐酸倍他司汀0.6mg）的溶液。

对照品溶液 取盐酸倍他司汀对照品适量，精密称定，用稀释液溶解并定量稀释制成每1ml中约含盐酸倍他司汀0.5mg（规格5ml的制成每1ml中约含盐酸倍他司汀0.6mg）的溶液。

**色谱条件** 色谱条件见有关物质项下。

系统使用性要求 盐酸倍他司汀峰的理论塔板数不低于2000。

**测定法** 精密量取供试品溶液和对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算。