## 含量

1. 仪器：

电子天平 型号：ID365 编号：ID366

高效液相色谱仪 型号：ID367 编号：ID368

色谱柱：ID369（Agilent SB-phenyl，4.6×250mm，5µm） 编号：ID370

1. 试剂及试液

乙腈 批号：ID371 来源：ID372

甲醇 批号：ID373 来源：ID374

度他雄胺对照品 批号：ID375来源：ID376含量：ID377水分：ID378

1. 色谱条件：

流动相：乙腈∶甲醇∶水=40∶30∶30 批号：ID379

检测波长：240nm

柱温：30℃

流速：1.2ml/min

进样量：10μl

稀释液：乙腈∶水=60∶40 批号：ID380

运行时间：20min

1. 溶液配制：

供试品溶液制备：分别取本品1#ID381、2#ID382（25mg），精密称定，置25ml量瓶中，加约5ml甲醇使溶解，再加稀释液稀释至刻度，摇匀，精密移取ID383（5 ml），置50ml量瓶中，加稀释液稀释至刻度，摇匀，即得浓度为0.1mg/ml的供试品溶液。

对照品溶液制备：取度他雄胺对照品1#ID384、2#ID385（25mg），精密称定，置25ml量瓶中，加约5ml甲醇使溶解，再加稀释液稀释至刻度，摇匀，精密移取ID386（5 ml），置50ml量瓶中，加稀释液稀释至刻度，摇匀，即得浓度为0.1mg/ml的对照品溶液。

1. 样品测定：取空白（稀释液）、对照品溶液、供试品溶液分别进样，记录色谱图。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 样品 | 进样针数 | 合格标准 |
| 1 | 空白（稀释液） | 1 | 空白应对样品无干扰。否则应重新进空白，至多进3针空白。 |
| 2 | 对照品溶液1 | 5 | 五针对照品溶液1峰面积RSD≤2.0%，每隔4～6小时补进一针对照品1，以第一针对照品溶液计，度他雄胺峰理论塔板数不低于5000 |

批号：ID387

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 3 | 对照品溶液2 | 2 | 两针对照品溶液2回收率应98.0%~102.0% |
| 4 | 供试品1 | 1 | 两份样品含量的相对偏差不得过2.0%。 |
| 5 | 供试品2 | 1 |
| 6 | 对照品溶液1 | 1 | 六针对照品溶液1峰面积RSD≤2.0% |

1. 计算公式：

含量（%）=

式中：A供杂：供试液中主峰的峰面积； A对：对照品溶液的峰面积；

C供杂：供试品溶液的浓度，mg/ml； C对：对照品溶液的浓度，mg/ml；

Q对照品%：对照品百分含量。

1. 结果：

以对照品溶液1的第一针溶液计，度他雄胺峰理论塔板数ID388（应不低于5000），图谱号：ID389

对照品结果如下：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 对照称量mg | | | 对照品浓度mg/ml | 色谱图号 | | AS | |
| 1-1 | ID907 | | | ID908 | ID909 | | ID910 | |
| 1-2 | ID911 | | ID912 | |
| 1-3 | ID913 | | ID914 | |
| 1-4 | ID915 | | ID916 | |
| 1-5 | ID917 | | ID918 | |
| 1-6 | ID919 | | ID920 | |
| AS1-5平均 = ID921 AS 1-5 RSD = ID922  AS1-6平均 =ID923 AS 1-6 RSD = ID924 （ 应≤2.0%） | | | | | | | | |
| 序号 | | 对照称量mg | 对照品浓度mg/ml | | AS | 色谱图号 | | Q回收率 |
| 2-1 | | ID925 | ID926 | | ID927 | ID928 | | ID929 |
| 2-2 | | ID930 | ID931 | | ID932 |

批号：ID390

供试品杂质计算结果如下表：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 色谱图号 | 浓度mg/ml | 峰面积 | 含量% | 含量相对偏差  （ 应≤2.0%） | 平均含量% |
| 1-1 | ID933 | ID934 | ID935 | ID936 | ID937 | =ID938 |
| 1-2 | ID939 | ID940 | ID941 |
| 序号 | 色谱图 | 浓度mg/ml | 峰面积 | 含量% |
| 2-1 | ID942 | ID943 | ID944 | ID945 |
| 2-2 | ID946 | ID947 | ID948 |

**标准规定：**按干燥品计算，含C27H30F6N2O2应为98.0%~102.0%。

|  |
| --- |
| 结论： □符合规定 □不符合规定 |

检验人/日期：ID391 复核人/日期：ID392

结论：经检验所检项目ID393

ID394

注：本次试验异常情况。

有□ 无□