## 有关物质（方法A）

1.仪器：

电子天平 型号：ID175编号：ID176

高效液相色谱仪 型号：ID177编号：ID178

色谱柱：ID179（Agilent XDB-CN，250mm×4.6mm，5μm）编号：ID180

2.试剂及试液

正己烷 批号：ID181来源：ID182

异丙醇 批号：ID183来源：ID184

度他雄胺对照品 批号：ID185来源：ID186含量：ID187水分：ID188

SR021102g 批号：ID189来源：ID190含量：ID191水分：ID192

3.色谱条件：

流动相：正己烷-异丙醇（90:10） 批号：ID193

检测波长：240nm

流速：1.0ml/min

柱温：30℃

进样量：20μl

稀释液：流动相

运行时间：55min

4.操作方法：

供试品溶液：取本品ID194 （25mg），精密称定，置50ml量瓶中，加稀释液溶解并稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，作为供试品溶液。

对照溶液制备：精密量取供试品溶液ID195（1ml），置100ml量瓶中，用稀释液稀释至刻度，摇匀；再精密量取ID196（1ml），置10ml量瓶中，用稀释液稀释至刻度，摇匀，即得浓度为0.5ug/ml的对照溶液。

系统适用性试验溶液：取SR021102g ID197(2.5mg)，置100ml量瓶中，加稀释液溶解并稀释至刻度，摇匀作为SR021102g储备液；另取度他雄胺对照品ID198(12.5mg )至25ml容量瓶中，精密量取ID199（2ml）SR021102g储备液置于该容量瓶中，加稀释液使溶解并稀释至刻度，制成每1ml分别含度他雄胺、SR021102g各约0.5mg、2μg的混合溶液，作为系统适用性试验溶液。

5.样品测定：按下表取空白（稀释液）、系统适用性试验溶液、对照溶液和供试品溶液注入高效液相色谱仪，ID200

记录色谱图。系统适用性溶液中SR021102g和度他雄胺依次出峰。

批号：ID201

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 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 | 系统适用性试验溶液 | 1 | SR021102g峰和度他雄胺峰之间的分离度应大于1.5 |
| 3 | 对照溶液 | 5 | 5针对照溶液的峰面积的RSD≤5.0% |
| 4 | 供试品溶液 | 1 | N/A |
| 5 | 对照溶液 | 1 | 6针对照溶液的峰面积RSD≤5.0% |

6. 计算公式：



A供杂：供试液中杂质的峰面积；

A对：对照溶液的峰面积；

f：各杂质的校正因子（其中杂质SM021102B、SR021102c、SR021102g的校正因子分别为0.70、0.74、1.38，其它杂质的校正因子按1.00计算）

7. 结果：

系统适用性试验溶液中SR021102g和度他雄胺依次出峰，SR021102g峰和度他雄胺峰之间的分离度 为：ID202（应＞1.5），图谱号：ID203。

批号：ID204

对照品峰面积表如下：

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 名称 | 稀释倍数 | 色谱图号 | 保留时间 | AS |
| 1 | 度他雄胺 | ID479 | ID480 | ID481 | ID482 |
| 2 | ID483 | ID484 | ID485 |
| 3 | ID486 | ID487 | ID488 |
| 4 | ID489 | ID490 | ID491 |
| 5 | ID492 | ID493 | ID494 |
| 6 | ID495 | ID496 | ID497 |
| AS1-5平均 = ID498 AS 1-5 RSD = ID499  AS1-6平均 =ID500 AS 1-6 RSD = ID501 （ 应≤5.0%） | | | | | |

供试品杂质计算结果如下表：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 色谱图号 | 稀释倍数 | 杂质名称 | 保留  时间 | 峰面积 | 杂质% |
| 样品 | ID502 | ID503 | SM021102B | ID504 | ID505 | ID506 |
| SR021102c | ID507 | ID508 | ID509 |
| SR021102g | ID510 | ID511 | ID512 |
| 其他单个杂质 | ID513 | ID514 | ID515 |

**标准规定：**供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，SM021102B（相对保留时间约为0.21）按校正后的峰面积（乘以校正因子0.70）计算不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍（0.15%），SR021102c（相对保留时间约为0.68）按校正后的峰面积（乘以校正因子0.74）计算不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍（0.15%），SR021102g（相对保留时间约为0.90）按校正后的峰面积（乘以校正因子1.38）计算不得大于对照溶液主峰面积的4倍（0.4%），其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.1%）。

|  |
| --- |
| 结论： □符合规定 □不符合规定 |

检验人/日期：ID205 复核人/日期：ID206

批号：ID207