## 有关物质（方法B）

1.仪器：

电子天平 型号：ID208编号：ID209

高效液相色谱仪 型号：ID210编号：ID211

pH计 型号：ID212编号：ID213

色谱柱：ID214（Agilent XDB-C18 250 mm×4.6mm，5μm） 编号：ID215

2.试剂及试液

乙腈 批号：ID216来源：ID217

甲醇 批号：ID218来源：ID219

磷酸二氢钾 批号：ID220来源：ID221

磷酸 批号：ID222来源：ID223

度他雄胺对照品 批号：ID224来源：ID225含量：ID226水分：ID227

杂质SR021102a 批号：ID228来源：ID229含量：ID230水分：ID231

杂质SR021102e 批号：ID232来源：ID233含量：ID234水分：ID235

3.色谱条件：

流动相A：0.01mol/L的磷酸二氢钾缓冲溶液（用磷酸调节pH值至3.0） 批号：ID236

流动相B：乙腈（不过滤）

检测波长：220nm

流速：1.0ml/min

柱温：30℃

进样量：20μl

稀释液：甲醇-水（80∶20） 批号：ID237

按下表进行梯度洗脱：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0 | 60 | 40 |
| 5 | 60 | 40 |
| 30 | 30 | 70 |
| 50 | 30 | 70 |
| 55 | 60 | 40 |
| 60 | 60 | 40 |

批号：ID238

4.操作方法：

供试品溶液：取本品ID239 （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ID240（1ml），置100ml量瓶中，用稀释液稀释至刻度，摇匀；再精密量取ID241（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：分别称取SR021102aID242（2.5mg）、SR021102eID243（2.5mg），置同一100ml量瓶中，加稀释液溶解稀释至刻度，摇匀，作为储备液1；称取度他雄胺对照品ID244（12.5mg），置25ml量瓶中，精密量取储备液1 ID245（1.0ml）置于同一25ml量瓶中，加稀释液使溶解并稀释至刻度，制成每1ml中约含度他雄胺对照品、SR021102a、SR021102e分别为0.5mg、1μg、1μg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，记录色谱图。系统适用性溶液中SR021102a、度他雄胺、SR021102e依次出峰。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 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 | 各峰之间的分离度均应不小于1.0 |
| 3 | 对照溶液 | 5 | 5针对照溶液的峰面积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： 已知杂质的校正因子（其中杂质SR021102l、SR021102k的校正因子分别为0.71、0.58，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SR021102a、度他雄胺、SR021102e依次出峰，SR021102a峰与度他雄胺峰的分离度为：ID246（应≥1），度他雄胺峰与SR021102e峰的分离度为：ID247（应≥1），图谱号：ID248。

批号：ID249

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 | ID516 | ID517 | ID518 | ID519 |
| 2 | ID520 | ID521 | ID522 |
| 3 | ID523 | ID524 | ID525 |
| 4 | ID526 | ID527 | ID528 |
| 5 | ID529 | ID530 | ID531 |
| 6 | ID532 | ID533 | ID534 |
| AS1-5平均 = ID535 AS 1-5 RSD = ID536  AS1-6平均 = ID537 AS 1-6 RSD = ID538 （ 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 | 名称 | 保留  时间 | 峰面积 | 杂质% |
| 样品 | ID539 | ID540 | SM021102A | ID541 | ID542 | ID543 |
| SR021102f | ID544 | ID545 | ID546 |
| SR021102a | ID547 | ID548 | ID549 |
| SR021102e、SR021102n | ID550 | ID551 | ID552 |
| SR021102e | ID553 | ID554 | ID555 |
| SR021102n | ID556 | ID557 | ID558 |
| SR021102b | ID559 | ID560 | ID561 |
| SR021102o | ID562 | ID563 | ID564 |
| SR021102j | ID565 | ID566 | ID567 |
| SR021102l | ID568 | ID569 | ID570 |
| SR021102k | ID571 | ID572 | ID573 |
| 其他单个杂质 | ID574 | ID575 | ID576 |

批号：ID250

**标准规定：**供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，SM021102A、SR021102f、SR021102a（相对保留时间分别约为0.18、0.72、0.98）的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍（0.2%），SR021102e、SR021102n（相对保留时间均约为1.03）的峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍（0.15%），SR021102b、SR021102o、SR021102j（相对保留时间分别约为0.57、1.14、1.30）不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍（0.15%），SR021102l（相对保留时间约为0.20）按校正后的峰面积计算（乘以校正因子0.71）不得大于对照溶液主峰面积的2倍（0.2%），SR021102k（相对保留时间约为0.79）按校正后的峰面积计算（乘以校正因子0.58）不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍（0.15%），其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.1%）。

总杂BID251

ID252 未知总杂ID253

|  |
| --- |
| 结论： □符合规定 □不符合规定 |

检验人/日期：ID254 复核人/日期：ID255

批号：ID256