## 有关物质（方法C）

1.仪器：

电子天平 型号：ID257编号：ID258

高效液相色谱仪 型号：ID259编号：ID260

色谱柱：ID261（Agilent SB-Phenyl 150mm×4.6mm,5μm） 编号：ID262

2.试剂及试液

乙腈 批号：ID263来源：ID264

度他雄胺系统适用性对照品 批号：ID265来源：ID266

3.色谱条件：

流动相：乙腈∶水=80︰20 批号：ID267

检测波长：220nm

流速：1.0ml/min

柱温：35℃

进样量：10μl

稀释液：乙腈∶水=60︰40 批号：ID268

运行时间：20min

4.操作方法：

供试品溶液：取本品ID269 （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ID270（1ml），置100ml量瓶中，用稀释液稀释至刻度，摇匀；再精密量取ID271（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：称取度他雄胺系统适用性混合对照品ID272（2.5mg），置5ml量瓶中，加稀释液溶解并稀释至刻度，摇匀，即得每1ml约含度他雄胺0.5mg的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。系统适用性试验溶液中度他雄胺、α-二聚体、β-二聚体依次出峰。

批号：ID273

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 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 | α-二聚体峰与β-二聚体峰之间分离度应大于1.5 |
| 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： 各杂质的校正因子（其中杂质SR021102d的校正因子为2.85，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度他雄胺、α-二聚体、β-二聚体依次出峰，α-二聚体峰与β-二聚体峰之间分离度为：ID274（应＞1.5），图谱号：ID275。

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 | ID577 | ID578 | ID579 | ID580 |
| 2 | ID581 | ID582 | ID583 |
| 3 | ID584 | ID585 | ID586 |
| 4 | ID587 | ID588 | ID589 |
| 5 | ID590 | ID591 | ID592 |
| 6 | ID593 | ID594 | ID595 |
| AS1-5平均 = ID596 AS 1-5 RSD = ID597  AS1-6平均 = ID598 AS 1-6 RSD = ID599（ 应≤5.0%） | | | | | |

批号：ID276

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 | ID600 | ID601 | SR021102d | ID602 | ID603 | ID604 |
| α-二聚体 | ID605 | ID606 | ID607 |
| β-二聚体 | ID608 | ID609 | ID610 |
| 其他单个杂质 | ID611 | ID612 | ID613 |
| 总杂 | / | / | ID614 |

**标准规定：**供试品溶液的色谱图中如有杂质峰（度他雄胺峰之前的杂质峰忽略不计），SR021102d（相对保留时间约为1.19）按校正后的峰面积计算（乘以校正因子2.85）不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍（0.15%），α-二聚体的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的3倍（0.3%），β-二聚体的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的5倍（0.5%），其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.1%），有关物质方法A、B、C测得的各杂质的和不得大于1.5%。

总杂CID277

未知总杂ID278

|  |
| --- |
| 结论： □符合规定 □不符合规定 |

检验人/日期：ID279 复核人/日期：ID280

批号：ID281