



团 体 标 准

T/ GDPA xxxx—2021

奥利司他胶囊含量测定-液相色谱法

Assay of Orlistat Capsules by Liquid Chromatography

(征求意见稿)

2021-xx-xx 发布

2021-xx-xx 实施

广东省药学会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本标准负责起草单位：中山万远新药研发有限公司、中山万汉制药有限公司、中山大学第六附属医院、南方医科大学珠江医院、佛山中医院、中山大学孙逸仙纪念医院、广东省科学技术情报研究所。

本标准主要起草人：杜志博、杨衍秋、李玲、苏海娟、向飞、黎小妍、崔春晖、叶丽丽、任素琼、崔秀英、陈雪。

本标准可能涉及到《一种测定奥利司他胶囊中降解杂质的方法》（CN105738506A）发明内容相关专利使用。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

奥利司他胶囊含量测定-液相色谱法

1 范围

本标准规定了奥利司他与低聚木糖、低聚果糖、白藜芦醇形成的复方胶囊制剂的质量控制标准。

本标准适用于奥利司他与低聚木糖、低聚果糖、白藜芦醇的复方胶囊制剂的质量控制。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改版本）适用于本文件。

通则0512、通则0942 《中华人民共和国药典》 2020年版四部

JX20130270 《奥利司他胶囊》

CN105738506A 《一种测定奥利司他胶囊中降解杂质的方法》

CN108785272B 《奥利司他软胶囊》

GB/T 35545-2017 《低聚木糖》

QB 2581-2003 《低聚果糖》

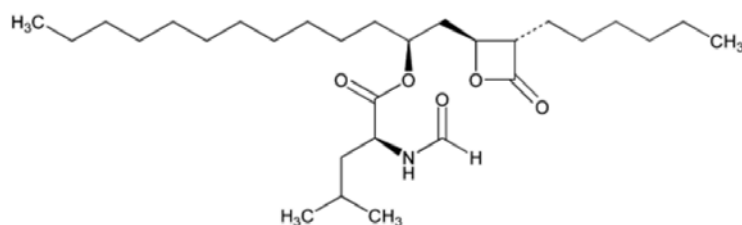
3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

奥利司他 Docusate sodium

化学名为 N-甲酰-L-亮氨酸(s)-1[(2s, 3s)3-己基-4 氧基-2-环氧丙基甲基]十二酯，其化学结构式如下：



3.2

硬胶囊(通称为胶囊) hard capsule

系指原料药物或与适宜辅料充填于空心胶囊或密封于软质囊材中制成的固体制剂。

3.3

供试品 test articles

系指待鉴别、待测定的供测试样品。

3.4

对照品 chemical reference standards

指采用理化方法进行鉴别、检查或含量测定时所用的标准物质，其特性量值一般按纯度(%)计。

4 产品要求

奥利司他胶囊按无水、无溶剂物计算，含奥利司他应为标示量的90.0%~110.0%；主要成分含量及有关物质检查应符合《中华人民共和国药典》2020年版四部（指导原则9102）相关要求。

5 检测方法**5.1 仪器与试剂****5.1.1 试剂材料**

奥利司他胶囊样品；奥利司他对照品；磷酸（色谱纯）；乙腈（色谱纯）；水（重蒸馏水）。

5.1.2 溶液配置

奥利司他胶囊供试品溶液：从至少20个胶囊中取一定量的奥利司他转移至合适的容量瓶中。加入乙腈-磷酸-水（860:0.05:140, $v/v/v$ ）至容量瓶最终体积的70%，并超声处理1分钟。机械摇动所得溶液15分钟，然后用流动相稀释至刻度。0.45 μ m或更细孔径的过滤器过滤，取续滤液作为供试品溶液。

奥利司他对照品溶液：取奥利司他对照品适量，精密称定，置量瓶中，加乙腈-磷酸-水（860:0.05:140, $v/v/v$ ）溶解并定量稀释制成浓度为0.6 mg/mL的杂质对照品溶液。

5.1.3 仪器设备

高效液相色谱仪（waters ACQUITY Arc, S/N H18VPD440A）；电子分析天平（NewClassic MF, MS205DU, S/N B847814336）。

5.1.4 设备条件

高效液相色谱仪（ACQUITY UPLC PDA 检测器）；色谱柱：C₁₈色谱柱（5 μ m, 4.6mm $\times$ 150mm）；流动相：乙腈-磷酸-水（860:0.05:140, $v/v/v$ ）；检测波长：195 nm；柱温：40℃，流速：1.0mL/min；进样量20 μ L。

5.2 检查

5.2.1 鉴别

在[6含量测定]项下记录的奥利司他胶囊供试品液相色谱图中，奥利司他胶囊供试品溶液主峰保留时间应与奥利司他对照品溶液主峰的保留时间一致。

5.2.2 装量差异检查

取奥利司他胶囊20粒，分别精密称定重量，倾出内容物(不得损失囊壳)，硬胶囊囊壳用小刷或其他适宜的用具拭净，再分别精密称定囊壳重量，求出每粒内容物的装量与平均装量，每粒装量与平均装量相比较（有标示装量的胶囊剂，每粒装量应与标示装量比较），超出装量差异限度的不得多于2粒，并不得有1粒超出限度1倍。

装量差异限度	
平均装量或标示装量	装量差异限度
30 g 以下	±10%
0.30 g 及 0.30 g 以上	±7.5%

另：凡规定检查含量均匀度的胶囊剂，一般不再进行装量差异的检查。

6 含量测定

采用高效液相色谱法，精密量取奥利司他胶囊供试品溶液与奥利司他对照品溶液20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，含奥利司他应为标示量的90.0%~110.0%。

参 考 文 献

- [1]薛志勇,张昊,江峰,等. 一种制备高纯度多库酯钠的方法[P]. 北京:CN104829503A, 2015-08-12.
 - [2]肖爱平,周志刚,肖利辉. 高纯度多库酯钠的制备方法[P]. 湖南:CN102702040A, 2012-10-03.
 - [3]李新岗.用 HPLC 法分析软明胶胶囊中的多库酯钠[J].国外医学.药学分册,1993(1):61-62.
 - [4]娄良,郭然,吴黎雄,等.一种新的多库酯钠含量以及有关物质的检测方法[P]. 广东:CN105891352B, 2019-02-12.
-