



团 体 标 准

T/ GDPA xxxx—2021

奥利司他乳膏质量标准

Quality standard of Orlistat cream

(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《一种含有亮氨酸衍生物的外用制剂》（CN109875958A）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。

奥利司他乳膏质量标准

1 范围

本标准规定了奥利司他乳膏的含量测定及质量分析方法。

本标准适用于奥利司他乳膏的质量控制。

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0631、通则0982 、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》

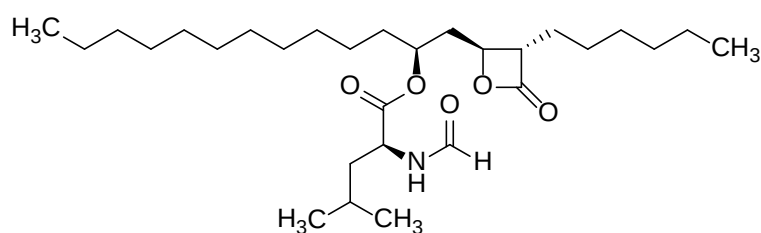
3 术语和定义

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

乳膏剂 creams

系指原料药物溶解或分散于乳状液型基质中形成的均匀半固体制剂。乳膏剂由于基质不同，可分为水包油型乳膏剂和油包水型乳膏剂

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。

3.5

杂质 related substances

指任何影响药品纯度的物质。

4 产品要求

奥利司他乳膏中，含奥利司他应为标示量的90.0%~110.0%；主要成分含量及杂质检查应符合《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

奥利司他乳膏（自制样品，批号：32920180104）；USP Orlistat RS；乙腈（色谱纯）；磷酸（色谱纯）；水（重蒸馏水）。

5.1.2 溶液配置

奥利司他乳膏供试品溶液：从至少10支奥利司他乳膏中取一定量的内容物（相当于奥利司他150mg）精密称定，置50mL容量瓶中，用乙腈-磷酸-水（860:0.05:140, $v/v/v$ ）使溶解并稀释至刻度，摇匀。精密量取5mL，置25mL容量瓶中，加乙腈-磷酸-水（860:0.05:140, $v/v/v$ ）稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

奥利司他对照品溶液：取USP Orlistat RS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 $^{\circ}$ C, 流速: 1.0mL/min; 进样量20 μ L。

5.2 检查

5.2.1 性状

取奥利司他乳膏适量置于表面皿中, 于光线明亮充足处观察, 结果应为白色乳膏。

5.2.2 鉴别

在[含量测定]项下记录的奥利司他乳膏供试品液相色谱图中, 奥利司他乳膏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。

5.2.3 pH 值

分别取3批奥利司他乳膏自制样品各2g, 加水6mL, 搅拌均匀, 按pH值测定法 (《中华人民共和国药典》2020年版四部通则0631) 进行检测, pH值范围应为4.0~6.0。

5.2.4 粒度

取奥利司他乳膏适量, 加甘油溶液覆以盖玻片, 照粒度和粒度分布测定法中第一法 (《中华人民共和国药典》2020版四部通则0982) 检查, 在160~200倍的显微镜下检视, 不得检出30 μ m 以上的粒子。

5.2.5 装量差异

按最低装量检查法 (《中华人民共和国药典》2020版四部0942) 检查, 取3批奥利司他乳膏样品各5支, 除去外盖, 分别精密称定重量, 除去内容物, 洗净干燥后再次精密称定, 最后得到样品的装量以及平均装量, 其单个装量不得少于标示装量的93%, 且平均装量不少于标示量。

6 含量测定

用高效液相色谱法, 精密量取奥利司他乳膏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%。

7 杂质检测

采用高效液相色谱法, 精密量取奥利司他乳膏供试品溶液2 μ L注入液相色谱仪。调节检测灵敏度, 使对照品溶液的峰高约为记录仪满量程的10%~20%, 记录色谱图1; 再精密量取奥利司他乳膏供试品溶液20 μ L注入液相色谱仪, 记录色谱图2, 色谱图2如显杂质峰, 单个杂质的峰面积不得大于色谱图1中主峰面积的0.2%, 各杂质峰面积的和不得大于色谱图1中主峰面积的1.0%。

参 考 文 献

[1]向飞,杜志博,彭翹. 一种含有亮氨酸衍生物的外用制剂[P]. 广东:CN109875958A,2019-06-14.
