



团 体 标 准

T/ GDPA xxxx—2021

琥珀酸曲格列汀含量测定-液相色谱法

Determination of impurity content in Trelagliptin succinate 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、冯艺虹、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《一种测定琥珀酸曲格列汀原料中有关物质的方法》（CN105699547A）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。

琥珀酸曲格列汀含量测定-液相色谱法

1 范围

本标准规定了琥珀酸曲格列汀的含量测定方法。

本标准适用于琥珀酸曲格列汀的质量控制。

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 《中华人民共和国药典》 2020年版四部

CN105699547 《一种测定琥珀酸曲格列汀原料中有关物质的方法》

CN104237421A 《一种琥珀酸曲格列汀及其制剂的有关物质检测方法》

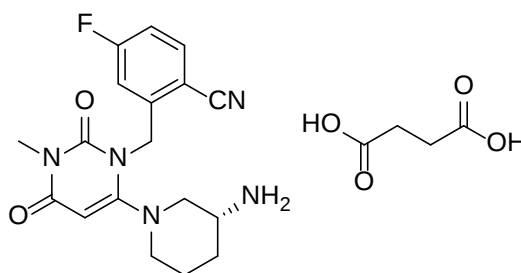
3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

琥珀酸曲格列汀 Trelagliptin succinate

化学名为 2-[6-[(3R)-氨基-哌啶-1-基]-3-甲基-2,4-二氧代-3,4-二氢-2H-嘧啶-1-基甲基]-4-氟苄腈琥珀酸盐，化学式为 $C_{22}H_{26}FN_5O_6$ ，其化学结构式如下：



3.2

供试品 test articles

系指待鉴别、待测定的供测试样品。

3.3

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

琥珀酸曲格列汀按无水、无溶剂物计算，含 $C_{22}H_{26}FN_5O_6$ 应为标示量的90.0%~110.0%。

5 检测方法

5.1 仪器与试剂

5.1.1 试剂材料

琥珀酸曲格列汀样品；琥珀酸曲格列汀对照品；三乙胺（色谱纯）；乙腈（色谱纯）；水（重蒸馏水）。

5.1.2 溶液配置

琥珀酸曲格列汀供试品溶液：取琥珀酸曲格列汀样品25mg，置50mL容量瓶中，用三乙胺调节pH值至3.0的0.1%高氯酸水溶液溶解并稀释至刻度，摇匀，配成0.5mg/mL的琥珀酸曲格列汀样品溶液。

琥珀酸曲格列汀对照品溶液：精密称取地夸磷索钠对照品约30mg，置50mL量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。

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： C_{18} 色谱柱(5 μ m, 4.6mm $\times$ 150mm)；流动相A：用三乙胺调节pH值至3.0的0.1%高氯酸水溶液-乙腈(90:10, v/v)；流动相B：用三乙胺调节pH值至3.0的0.1%高氯酸水溶液-乙腈(40:60, v/v)；检测波长：224 nm；柱温：40℃，流速：1.0mL/min；进样量10 μ L。

5.2 检查

5.2.1 性状

取琥珀酸曲格列汀样品, 应为无色的澄明液体。

5.2.2 鉴别

在[6含量测定]项下记录的琥珀酸曲格列汀供试品液相色谱图中，琥珀酸曲格列汀供试品溶液主峰保留时间应与琥珀酸曲格列汀对照品溶液主峰的保留时间一致。

6 含量测定

采用高效液相色谱法，精密量取琥珀酸曲格列汀供试品溶液与琥珀酸曲格列汀对照品溶液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C₂₂H₂₆N₅O₆应为标示量的90.0%~110.0%。

参 考 文 献

- [1]王佳平,王鹤然,杜志博,等. 一种测定琥珀酸曲格列汀原料中有关物质的方法[P]. 广东: CN105699547A, 2016-06-22.
- [2]鲍明梁,尤猛,赵新峰. 一种琥珀酸曲格列汀及其制剂的有关物质检测方法[P]. 山东: CN104237421A, 2014-12-24.
-