

シンバスタチン 5mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 3gに水 1000 mLを加えた液 900 mLを用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 10 mL以上をとり、孔径 0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にシンバスタチン標準品（別途、減圧：0.67 kPa以下、60 $^{\circ}$ C、3 時間乾燥し、乾燥減量を測定する。）約 22 mg を精密に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mLとする。この液 5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 70%以上のときは適合とする。

シンバスタチン ($C_{25}H_{38}O_5$) 表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{22.5}{C}$$

W_s : シンバスタチン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のシンバスタチン ($C_{25}H_{38}O_5$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：238 nm）

カラム：内径 3.9 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：メタノール/0.02 mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液（4：1）

流量：シンバスタチンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、シンバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上及び 2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である。

シンバスタチン標準品 $C_{25}H_{38}O_5$: 418.57

(+)-(1*S*,3*R*,7*S*,8*S*,8*aR*)-1,2,3,7,8,8*a*-hexahydro-3,7-dimethyl-8-[2-(2*R*,4*R*)-tetrahydro-4-hydroxy-6-oxo-2*H*-pyran-2-yl]ethyl]-1-naphthyl-2,2-dimethylbutanoate で次の規格に適合するもの。必要な場合は次に示す方法により精製する。

精製法 シンバスタチン 5 g をメタノール 70 mL に溶かし、ろ過する。ろ液を約 35 $^{\circ}$ C に加温し、水 30 mL を加えた後、約 15 $^{\circ}$ C に冷却して数時間放置した後、ろ過する。得られた個体を水・メタノール混液（1：1）で洗浄後、減圧下 40 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3550 cm^{-1} 、3010 cm^{-1} 、1720 cm^{-1} 、1695 cm^{-1} 、1465 cm^{-1} 及び 1390 cm^{-1} 、付近に吸収を

認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +288 ~ +295° (乾燥物に換算したもの 0.05 g, アセトニトリル 10 mL, 100 mm)

純度試験

- (1) 類縁物質 1 本品 20m g をアセトニトリル・pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸塩緩衝液 (4:1) 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、主ピークと溶媒に起因するピーク以外のピークの合計面積は、溶媒に起因するピーク以外の総ピーク面積の 1.0 % 以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：238 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50°C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル・0.025 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液 (7 : 3)

流量：シンバスタチンの保持時間が 4 ~ 6 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：9-メチルアントラセン 10mg 及びシンバスタチン 20mg をアセトニトリル・pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸塩緩衝液 (4:1) 200mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、シンバスタチン、9-メチルアントラセンの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に測り、アセトニトリル/pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸塩緩衝液 (4:1) を加えて正確に 100 mL とし、検出確認用溶液とする。検出確認用溶液 5mL を正確に測り、アセトニトリル/pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸塩緩衝液 (4:1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 μ L から得たシンバスタチンのピーク面積が、検出確認用溶液のシンバスタチンのピーク面積の 8 ~ 12 % になることを確認する。

面積測定範囲：シンバスタチンの保持時間の約 2 倍の範囲

- (2) 類縁物質 2 本品 40m g をジブチルヒドロキシトルエンのアセトニトリル溶液 (1 → 2000) 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジブチルヒドロキシトルエンのアセトニトリル溶液 (1 → 2000) を加えて正確に 200 mL とした液を標準溶液 (1) とする。標準溶液 (1) 5 mL 及び 2 mL を正確に量り、それぞれジブチルヒドロキシトルエンのアセトニトリル溶液 (1 → 2000) を加えて正確に 10 mL とした液を標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) とする。試料溶液、標準溶液 (1)、標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) 4 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジブチルヒドロキシトルエン含有シクロヘキサン・クロロホルム・2-プロパノール溶液を展開溶媒として約 7 cm 展開する。この後、直ちに薄層板を窒素気流で風乾し、メタノール・硫酸混液 (4:1) を均等に噴霧する。これを 110 °C で 10 ~ 20 分間加熱し、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、それぞれ標準溶液 (2) のスポットより濃くない。また試料溶液から得た主スポット以外のスポ

ットの総量を各標準液のスポットと比較して求めるとき、0.5 % 以下である。
乾燥減量 0.2 % 以下 (2 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60°C, 3 時間)

0.05 mol/L 酢酸塩緩衝液, pH 4.0 酢酸(100) 3.0 g に水 900 mL を加える。水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 4.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

ジブチルヒドロキシルエン $C_{15}H_{24}O$

無色の結晶又は白色の結晶性の粉末若しくは塊で、においはないか又は、わずかに特異なにおいがある。融点 69.5 ~ 72.0 °C

ジブチルヒドロキシルエン含有シクロヘキサン・クロロホルム・イソプロパノール溶液 ジブチルヒドロキシルエン 40m g にシクロヘキサン 50 mL, クロロホルム 20 ml 及びイソプロパノール 10 mL を加えて溶かす。

9-メチルアントラセン $C_{15}H_{12}$

性状：黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点：77 ~ 79°C

純度試験：本品 10m g をアセトニトリル・pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸塩緩衝液混液 (4:1) 200 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、リポバス錠の定量法の操作条件で操作するとき、シンバスタチンに対応する位置にピークを認めない。

0.025 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 リン酸二水素ナトリウム 3.90 g を水に溶かし 1000 mL とする。

シンバスタチン 10mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 3g に水 1000 mL を加えた液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 10 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にシンバスタチン標準品（別途、減圧：0.67 kPa 以下、60 $^{\circ}$ C、3 時間乾燥し、乾燥減量を測定する。）約 22 mg を精密に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。
本品の 30 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

シンバスタチン ($C_{25}H_{38}O_5$) 表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{45}{C}$$

W_s : シンバスタチン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のシンバスタチン ($C_{25}H_{38}O_5$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：238 nm）

カラム：内径 3.9 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液 混液 (4 : 1)

流量：シンバスタチンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、シンバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上及び 2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

シンバスタチン標準品 $C_{25}H_{38}O_5$: 418.57

(+)-(1*S*,3*R*,7*S*,8*S*,8*a**R*)-1,2,3,7,8,8*a*-hexahydro-3,7-dimethyl-8-[2-(2*R*,4*R*)-tetrahydro-4-hydroxy-6-oxo-2*H*-pyran-2-yl]ethyl]-1-naphthyl-2,2-dimethylbutanoate で次の規格に適合するもの。必要な場合は次に示す方法により精製する。

精製法 シンバスタチン 5 g をメタノール 70 mL に溶かし、ろ過する。ろ液を約 35 $^{\circ}$ C に加温し、水 30 mL を加えた後、約 15 $^{\circ}$ C に冷却して数時間放置した後、ろ過する。得られた個体を水・メタノール混液 (1 : 1) で洗浄後、減圧下 40 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3550 cm^{-1} 、3010 cm^{-1} 、1720 cm^{-1} 、1695 cm^{-1} 、1465 cm^{-1} 及び 1390 cm^{-1} 、付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +288 ~ +295° (乾燥物に換算したもの 0.05 g, アセトニトリル 10 mL, 100 mm)

純度試験

- (1) 類縁物質 1 本品 30mg をアセトニトリル/pH 4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム溶液混液(3 : 2) に溶かし, 正確に 20 mL とし試料溶液とする. 試料溶液 5 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い, 各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, シンバスタチン以外の類縁物質のピークの合計面積は 1.0% 以下である.

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 238 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 33 mm のステンレス管に 3 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度 : 25°C 付近の一定温度

移動相 A : 薄めたリン酸(1 \rightarrow 1000)/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1 : 1)

移動相 B : リン酸の液体クロマトグラフ用アセトニトリル溶液(1 \rightarrow 1000)

移動相の送液 : 移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する.

注入後からの時間(分)	移動相 A(%)	移動相 B (%)
0 ~ 4.5	100	0
4.5 ~ 4.6	100 \rightarrow 95	0 \rightarrow 5
4.6 ~ 8.0	95 \rightarrow 25	5 \rightarrow 75
8.0 ~ 11.5	25	75
11.5 ~ 11.6	25 \rightarrow 100	75 \rightarrow 0
11.6 ~ 13.0	100	0

流量 : 3.0 mL/分

面積測定範囲 : シンバスタチンの保持時間の約 5 倍の範囲.

システム適合性

検出の確認 : 試料溶液 0.5 mL を正確に量り, アセトニトリル/pH 4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム溶液混液(3 : 2)を加えて正確に 100 mL とし, システム適合性試験用溶液とする. システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り, アセトニトリル/pH 4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム溶液混液(3 : 2)を加えて, 正確に 10 mL とする. この液 5 μ L から得たシンバスタチンのピーク面積が, システム適合性試験用溶液のシンバスタチンのピーク面積の 16~24% になることを確認する.

システムの性能 : ロバスタチン 3mg を試料溶液 2 mL に溶かす. この液 5 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ロバスタチン, シンバスタチンの順に溶出し, その分離度は 3 以上である.

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

- (2) 類縁物質2 本品 40mg をジブチルヒドロキシトルエンのアセトニトリル溶液(1 \rightarrow 2000) 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジブチルヒドロキシトルエンのアセトニトリル溶液(1 \rightarrow 2000)を加えて正確に 200 mL とした液を標準溶液(1)とする。標準溶液(1) 5 mL 及び 2 mL を正確に量り、それぞれジブチルヒドロキシトルエンのアセトニトリル溶液(1 \rightarrow 2000)を加えて正確に 10 mL とした液を標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする。試料溶液、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3) 4 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジブチルヒドロキシトルエン含有シクロヘキサン・クロロホルム・2-プロパノール溶液を展開溶媒として約 7 cm 展開する。この後、直ちに薄層板を窒素気流で風乾し、メタノール・硫酸混液(4:1)を均等に噴霧する。これを 110 $^{\circ}$ C で 10 ~ 20 分間加熱し、紫外線(主波長 365 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、それぞれ標準溶液(2)のスポットより濃くない。また試料溶液から得た主スポット以外のスポットの総量を各標準液のスポットと比較して求めるとき、0.5%以下である。

乾燥減量 0.2%以下 (2g, 減圧 \cdot 0.67 kPa 以下, 60 $^{\circ}$ C, 3時間)

0.01 mol/L リン酸二水素カリウム溶液, pH 4.0 リン酸二水素カリウム 1.4 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH を 4.0 に調整する。

ロバスタチン C₂₄H₃₆O₅

白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリルまたはメタノールにやや溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +325 ~ +340 $^{\circ}$ (乾燥物に換算したもの 50mg, アセトニトリル 10 mL, 100 mm)

ジブチルヒドロキシトルエン C₁₅H₂₄O

無色の結晶又は白色の結晶性の粉末若しくは塊で、においはないか又は、わずかに特異なにおいがある。融点 69.5 ~ 72.0 $^{\circ}$ C

ジブチルヒドロキシトルエン含有シクロヘキサン・クロロホルム・2-プロパノール溶液 ジブチルヒドロキシトルエン 40mg にシクロヘキサン 50 mL, クロロホルム 20 ml 及び2-プロパノール 10 mL を加えて溶かす。

シンバスタチン 20mg 錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液にポリソルベート 80 3gに水 1000 mLを加えた液 900 mLを用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 10 mL以上をとり、孔径 0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にシンバスタチン標準品（別途、減圧：0.67 kPa以下、60 $^{\circ}$ C、3時間乾燥し、乾燥減量を測定する。）約 22 mg を精密に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mLとする。この液 5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 70%以上のときは適合とする。

シンバスタチン ($C_{25}H_{38}O_5$) 表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{90}{C}$$

W_s : シンバスタチン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のシンバスタチン ($C_{25}H_{38}O_5$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：238 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：メタノール/0.02 mol/Lリン酸二水素カリウム試液 混液（4：1）

流量：シンバスタチンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、シンバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上及び 2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である。

シンバスタチン標準品 $C_{25}H_{38}O_5$: 418.57

(+)-(1*S*,3*R*,7*S*,8*S*,8*a**R*)-1,2,3,7,8,8*a*-hexahydro-3,7-dimethyl-8-[2-(2*R*,4*R*)-tetrahydro-4-hydroxy-6-oxo-2*H*-pyran-2-yl]ethyl]-1-naphthyl-2,2-dimethylbutanoate で次の規格に適合するもの。必要な場合は次に示す方法により精製する。

精製法 シンバスタチン 5 g をメタノール 70 mL に溶かし、ろ過する。ろ液を約 35 $^{\circ}$ C に加温し、水 30 mL を加えた後、約 15 $^{\circ}$ C に冷却して数時間放置した後、ろ過する。得られた個体を水・メタノール混液（1：1）で洗浄後、減圧下 40 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3550 cm^{-1} , 3010 cm^{-1} , 1720 cm^{-1} , 1695 cm^{-1} , 1465 cm^{-1} 及び 1390 cm^{-1} , 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +288 ~ +295° (乾燥物に換算したもの 0.05 g, アセトニトリル 10 mL, 100 mm)

純度試験

- (1) 類縁物質 1 本品 30mg をアセトニトリル/pH 4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム溶液混液(3 : 2) に溶かし, 正確に 20 mL とし試料溶液とする. 試料溶液 5 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い, 各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, シンバスタチン以外の類縁物質のピークの合計面積は 1.0% 以下である.

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 238 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 33 mm のステンレス管に 3 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度 : 25°C 付近の一定温度

移動相 A : 薄めたリン酸(1 \rightarrow 1000)/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1 : 1)

移動相 B : リン酸の液体クロマトグラフ用アセトニトリル溶液(1 \rightarrow 1000)

移動相の送液 : 移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する.

注入後からの時間(分)	移動相 A(%)	移動相 B (%)
0 ~ 4.5	100	0
4.5 ~ 4.6	100 \rightarrow 95	0 \rightarrow 5
4.6 ~ 8.0	95 \rightarrow 25	5 \rightarrow 75
8.0 ~ 11.5	25	75
11.5 ~ 11.6	25 \rightarrow 100	75 \rightarrow 0
11.6 ~ 13.0	100	0

流量 : 3.0 mL/分

面積測定範囲 : シンバスタチンの保持時間の約 5 倍の範囲.

システム適合性

検出の確認 : 試料溶液 0.5 mL を正確に量り, アセトニトリル/pH 4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム溶液混液(3 : 2)を加えて正確に 100 mL とし, システム適合性試験用溶液とする. システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り, アセトニトリル/pH 4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム溶液混液(3 : 2)を加えて, 正確に 10 mL とする. この液 5 μ L から得たシンバスタチンのピーク面積が, システム適合性試験用溶液のシンバスタチンのピーク面積の 16~24% になることを確認する.

システムの性能 : ロバスタチン 3mg を試料溶液 2 mL に溶かす. この液 5 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ロバスタチン, シンバスタチンの順に溶出し, その分離度は 3 以上である.

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

- (2) 類縁物質2 本品 40mg をジブチルヒドロキシトルエンのアセトニトリル溶液(1 \rightarrow 2000) 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジブチルヒドロキシトルエンのアセトニトリル溶液(1 \rightarrow 2000)を加えて正確に 200 mL とした液を標準溶液(1)とする。標準溶液(1) 5 mL 及び 2 mL を正確に量り、それぞれジブチルヒドロキシトルエンのアセトニトリル溶液(1 \rightarrow 2000)を加えて正確に 10 mL とした液を標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする。試料溶液、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3) 4 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジブチルヒドロキシトルエン含有シクロヘキサン・クロロホルム・2-プロパノール溶液を展開溶媒として約 7 cm 展開する。この後、直ちに薄層板を窒素気流で風乾し、メタノール・硫酸混液(4:1)を均等に噴霧する。これを 110 $^{\circ}$ C で 10 ~ 20 分間加熱し、紫外線(主波長 365 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、それぞれ標準溶液(2)のスポットより濃くない。また試料溶液から得た主スポット以外のスポットの総量を各標準液のスポットと比較して求めるとき、0.5%以下である。

乾燥減量 0.2%以下(2g, 減圧 \cdot 0.67 kPa 以下, 60 $^{\circ}$ C, 3時間)

0.01 mol/L リン酸二水素カリウム溶液, pH 4.0 リン酸二水素カリウム 1.4 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH を 4.0 に調整する。

ロバスタチン C₂₄H₃₆O₅

白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリルまたはメタノールにやや溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +325 ~ +340 $^{\circ}$ (乾燥物に換算したもの 50mg, アセトニトリル 10 mL, 100 mm)

ジブチルヒドロキシトルエン C₁₅H₂₄O

無色の結晶又は白色の結晶性の粉末若しくは塊で、においはないか又は、わずかに特異なにおいがある。融点 69.5 ~ 72.0 $^{\circ}$ C

ジブチルヒドロキシトルエン含有シクロヘキサン・クロロホルム・2-プロパノール溶液 ジブチルヒドロキシトルエン 40mg にシクロヘキサン 50 mL, クロロホルム 20 ml 及び2-プロパノール 10 mL を加えて溶かす。