

テプレノン 50mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液にラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液 (1 : 20) 900 mL を用い，溶出試験法第 2 法 (ただし，シンカーを用いる) により，毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする。別にテプレノン標準品約 0.028 g を精密に量り，エタノール (99.5) に溶かし，正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，ラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液 (1 : 20) 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 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，テプレノンのモノシス体及びオールトランス体のピーク面積の和 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする。

テプレノン ($\text{C}_{23}\text{H}_{38}\text{O}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : テプレノン標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のテプレノン ($\text{C}_{23}\text{H}_{38}\text{O}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm 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：40 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル / 水混液 (87 : 13)

流量：テプレノンのオールトランス体の保持時間が約 8 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 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，テプレノンのモノシス体，オールトランス体の順に溶出し，その分離度は 1.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，テプレノンのモノシス体及びオールトランス体のピーク面積の和の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

テプレノン標準品 $\text{C}_{23}\text{H}_{38}\text{O}$: 330.55 (9E,13E)-6,10,14,18-テトラメチル-5,9,13,17-ノナデカテトラエン-2-オンの (5E:5Z) 幾何異性体混合物で，下記

の規格に適合するもの。

性状 本品は無色～微黄色澄明の油状の液である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により試験を行うとき、波数 1718cm^{-1} 、 1442cm^{-1} 、 1358cm^{-1} 及び 1158cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質

- (1) 本品 0.020 g をとり、ヘキサン 4 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $4\ \mu\text{L}$ につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの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、試料溶液の溶媒ピーク、テプレノンのモノシス体及びオールトランス体以外のピーク面積の和は、標準溶液のテプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和より大きくない。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 4mm、長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 2-ニトロテレフタレート $149\sim 177\ \mu\text{m}$ のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5 % の割合で被覆したものの又はこれと同等以上のものを充てんする。

カラム温度：210 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素またはヘリウム

流量：テプレノンのオールトランス体の保持時間が約 19 分になるように調整する。

ピーク面積測定範囲：溶媒ピークの後ろからテプレノンのオールトランス体の保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする。この液 $4\ \mu\text{L}$ から得たテプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和が、標準溶液のテプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の 15 ~ 25 % になることを確認する。

システムの性能：試料溶液 1 mL にヘキサン 1 mL を加えた液 $1\ \mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、テプレノンのモノシス体、オールトランス体の順に流出し、その分離度は 1.1 以上である。

システムの再現性：標準溶液 $4\ \mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

- (2) 本品 0.010 g をとり、酢酸エチル 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 20 mL とする。こ

の液 1 mL を正確に量り，酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/イソプロピルエーテル混液（7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにリンモリブデン酸 n 水和物の酢酸(100)溶液（1：20）を噴霧した後，90 $^{\circ}$ で 20 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，2 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

含量 99.0 %以上． 定量法 本品約 0.7 g を精密に量り，ヒドロキシルアミン試液 25 mL を正確に加えて溶かし，還流冷却器をつけて 30 分間煮沸した後，直ちに氷冷する．冷後，過量のヒドロキシルアミンを 0.5mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：プロモフェノールブルー試液 10 滴）．ただし、滴定の終点は液の紫色が黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L 塩酸 1mL = 165.28 mg $C_{23}H_{38}O$

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 6.8 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000 mL に，クエン酸一水和物 5.25 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加え，pH 6.8 に調整する．

ポリエチレングリコール 2-ニトロテレフタレート，ガスクロマトグラフ用
ガスクロマトグラフ用に製造したもの．