

ダナゾール錠 Danazol Tablets

溶出試験 試験液として、100mg 錠にはラウリル硫酸ナトリウムの pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(3→1000)を、200mg 錠にはラウリル硫酸ナトリウムの pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→200)を用いる。本品 1 個をとり、試験液 900mL 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、100mg 錠の場合には毎分 75 回転で、200mg 錠の場合には毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 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 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にダナゾール(C₂₂H₂₇NO₂)約 11 μ g を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にダナゾール標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、エタノール(99.5)50mL に溶かした後、水を加えて正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 287nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ダナゾール(C₂₂H₂₇NO₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : ダナゾール標準品の量(mg)

C : 1 錠中のダナゾール(C₂₂H₂₇NO₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	45 分	70%以上
200mg	45 分	70%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH6.8 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH6.8 に調整する。

ダナゾールカプセル

Danazol Capsules

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 1gに水を加えて 50mLとした液 900mLを用い、パドル法(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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL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 10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い 1mL中にダナゾール(C₂₂H₂₇NO₂)約 11 μ gを含む液となるようにポリソルベート 80 1gに水を加えて 50mLとした液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にダナゾール標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60 $^{\circ}$ Cで 4 時間減圧乾燥し、その約 22mgを精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に 100mLとする。この液 5mLを正確に量り、ポリソルベート 80 1gに水を加えて 50mLとした液を加えて正確に 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のダナゾールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ダナゾール(C₂₂H₂₇NO₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$$

W_S : ダナゾール標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のダナゾール(C₂₂H₂₇NO₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 287nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル/0.05 mol/L リン酸二水素アンモニウム試液/テトラヒドロフラン(12 : 9 : 1)

流量 : ダナゾールの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ダナゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、3.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき、ダナゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	90分	80%以上

ダナゾール標準品 「ダナゾール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ダナゾール($C_{22}H_{27}NO_2$) 99.0%以上を含むもの。