

1 フェブキシスタット錠

2 Febuxostat Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
4 フェブキシスタット(C₁₆H₁₆N₂O₃S：316.37)を含む。

5 **製法** 本品は「フェブキシスタット」をとり、錠剤の製法に
6 より製する。

7 **確認試験** 定量法で得た試料溶液及び標準溶液20 µLにつき、
8 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
9 うとき、試料溶液及び標準溶液から得た主ピークの保持時間
10 は等しい。また、それらのピークの吸収スペクトルは同一波
11 長のところに同様の強度の吸収を認める。

12 試験条件

13 カラム、カラム温度、移動相及び流量は、定量法の試験
14 条件を準用する。

15 検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：
16 317 nm, スペクトル測定範囲：210～350 nm)

17 システム適合性

18 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

19 **純度試験** 類縁物質 本品5個をとり、アセトニトリル/水混
20 液(3：2) 3V/4 mLを加え、完全に崩壊するまで30分間激し
21 く振り混ぜた後、1 mL中にフェブキシスタット
22 (C₁₆H₁₆N₂O₃S)約1 mgを含む液となるようにアセトニトリル
23 /水混液(3：2)を加えて正確にV mLとする。この液を遠心
24 分離し、上澄液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液1
25 mLを正確に量り、アセトニトリル/水混液(3：2)を加えて
26 正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
27 液40 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ
28 ィー (2.01) により試験を行う。試料溶液のシステム適合性
29 試験用溶液の類縁物質Aに対する相対保持時間約0.4の類縁
30 物質TA、フェブキシスタット以外のピークは、それぞれ標
31 準溶液のフェブキシスタットのピーク面積の1/5より大き
32 くない。また、試料溶液のフェブキシスタット以外のピーク
33 の合計面積は、標準溶液のフェブキシスタットのピーク面積
34 の1/2より大きくない。

35 試験条件

36 検出器：紫外吸光度計(測定波長：217 nm)

37 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
38 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
39 化シリカゲルを充填する。

40 カラム温度：40℃付近の一定温度

41 移動相A：薄めた酢酸(100) (1→5000)

42 移動相B：酢酸(100)の液体クロマトグラフィー用アセ
43 トニトリル溶液(1→5000)

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～40	60 → 0	40 → 100
40～60	0	100

46 流量：毎分0.7 mL

47 面積測定範囲：試料溶液注入後60分間

48 システム適合性

49 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、アセトニト
50 リル/水混液 (3：2)を加えて正確に10 mLとする。

51 この液40 µLから得たフェブキシスタットのピーク面
52 積が、標準溶液のフェブキシスタットのピーク面積の
53 14～26%になることを確認する。

54 システムの性能：システム適合性試験用フェブキシスタ
55 ット類縁物質A標準品1 mgをアセトニトリル/水混液
56 (3：2)に溶かし100 mLとする。この液1 mLを量り、
57 フェブキシスタット標準品10 mgを加え、アセトニト
58 リル/水混液(3：2)に溶かし10 mLとし、この液をシ
59 ステム適合性試験用溶液とする。この液40 µLにつき
60 上記の条件で操作するとき、フェブキシスタット、類
61 縁物質Aの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。
62 システムの再現性：標準溶液40 µLにつき、上記の条件
63 で試験を6回繰り返すとき、フェブキシスタットのピ
64 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

65 **製剤均一性** (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと
66 き、適合する。

67 本品1個をとり、アセトニトリル/水混液(3：2) 3V/4
68 mLを加えて錠剤が完全に崩壊するまで30分間激しく振り混
69 ぜた後、アセトニトリル/水混液(3：2)を加えて正確にV
70 mLとする。この液を遠心分離し、フェブキシスタット
71 (C₁₆H₁₆N₂O₃S)約4 mgに対応する容量の上澄液を正確に量り、
72 アセトニトリル/水混液(3：2)を加えて正確に50 mLとする。
73 更にこの液2.5 mLを正確に量り、アセトニトリル/水混液
74 (3：2)を加えて正確に20 mLとした液をろ過し、ろ液を試料
75 溶液とする。以下定量法を準用する。

76 フェブキシスタット(C₁₆H₁₆N₂O₃S)の量(mg)
77
$$= M_s \times A_T / A_S \times C / 10$$

78 M_s ：フェブキシスタット標準品の秤取量(mg)

79 C ：1錠中のフェブキシスタット(C₁₆H₁₆N₂O₃S)の表示量
80 (mg)

81 **溶出性** (6.10) 試験液に10 mg錠及び20 mg錠にはpH 5.5のリ
82 ン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を、40 mg錠には
83 pH 6.0の0.05 mol/Lリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝
84 液をそれぞれ900 mL用い、パドル法により、毎分50回転で
85 試験を行うとき、10 mg錠及び40 mg錠の30分間の溶出率は
86 80%以上であり、20 mg錠の60分間の溶出率は75%以上で
87 ある。

88 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
89 20 mL以上をとり、孔径0.45 µm以下のメンブランフィルタ
90 ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液V
91 mLを正確に量り、表示量に従い1 mL中にフェブキシスタ
92 ット(C₁₆H₁₆N₂O₃S)約11 µgを含む液となるように、崩壊試験第
93 2液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にフェ
94 ブキシスタット標準品約11 mgを精密に量り、崩壊試験第2
95 液に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量
96 り、崩壊試験第2液を加えて正確に100 mLとし、標準溶液と
97 する。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法
98 (2.24) により試験を行い、波長317 nmにおける吸光度A_T及
99 びA_Sを測定する。

100 フェブキシスタット(C₁₆H₁₆N₂O₃S)の表示量に対する溶出率
101 (%)

$$102 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

103 M_S : フェブキシスタット標準品の秤取量(mg)

104 C : 1錠中のフェブキシスタット(C₁₆H₁₆N₂O₃S)の表示量
105 (mg)

106 **定量法** 本品10個をとり、アセトニトリル/水混液(3 : 2) 3V
107 /4 mLを加え、完全に崩壊するまで30分間激しく振り混ぜ
108 た後、アセトニトリル/水混液(3 : 2)を加えて正確にV mL
109 とする。この液を遠心分離し、フェブキシスタット
110 (C₁₆H₁₆N₂O₃S)約4 mgに対応する容量の上澄液を正確に量り、
111 アセトニトリル/水混液(3 : 2)を加えて正確に50 mLとする。
112 更にこの液2.5 mLを正確に量り、アセトニトリル/水混液
113 (3 : 2)を加えて正確に20 mLとした液をろ過し、ろ液を試料
114 溶液とする。別にフェブキシスタット標準品約10 mgを精密
115 に量り、アセトニトリル/水混液(3 : 2)に溶かし、正確に
116 200 mLとする。この液5 mLを正確に量り、アセトニトリル
117 /水混液(3 : 2)を加えて正確に25 mLとし、標準溶液とする。
118 試料溶液及び標準溶液20 µLにつき、次の条件で液体クロマ
119 トグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のフ
120 ェブキシスタットのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

121 本品1個中のフェブキシスタット(C₁₆H₁₆N₂O₃S)の量(mg)

$$122 = M_S \times A_T / A_S \times C / 10$$

123 M_S : フェブキシスタット標準品の秤取量(mg)

124 C : 1錠中のフェブキシスタット(C₁₆H₁₆N₂O₃S)の表示量
125 (mg)

126 **試験条件**

127 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 317 nm)

128 カラム : 内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
129 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
130 化シリカゲルを充填する。

131 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

132 移動相 : 酢酸(100)の液体クロマトグラフィー用アセト
133 ニトリル溶液(1→500)/薄めた酢酸(100) (1→500)混
134 液(3 : 2)

135 流量 : フェブキシスタットの保持時間が約6分になるよ
136 うに調整する。

137 **システム適合性**

138 システムの性能 : 標準溶液20 µLにつき、上記の条件で
139 操作するとき、フェブキシスタットのピークの理論段
140 数及びシンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、
141 0.9 ~ 1.4である。

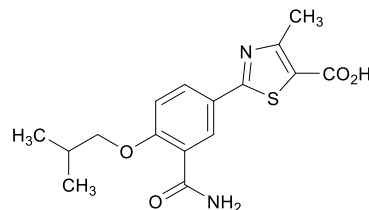
142 システムの再現性 : 標準溶液20 µLにつき、上記の条件
143 で試験を6回繰り返すとき、フェブキシスタットのピ
144 ーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

145 **貯法** 容器 気密容器。

146 **その他**

147 類縁物質TA :

148 2-[3-Carbamoyl-4-(2-methylpropoxy)phenyl]-4-methyl-1,3-
149 thiazole-5-carboxylic acid



150

151

152

153

154

155

156

9. 01 標準品(1)の項に次を追加する。

フェブキシスタット標準品

システム適合性試験用フェブキシスタット類縁物質A標準品