

オクトチアミン 25mg・リボフラビン 2.5mg・ピリドキシン塩酸塩  
40mg・シアノコバラミン 0.25mg 錠

**Octotiamine 25mg・Riboflavin 2.5mg・Pyridoxine Hydrochloride  
40mg and Cyanocobalamin 0.25mg Tablets**

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  に加温した pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  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、溶出試験開始 30 分後及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

#### オクトチアミン

別にオクトチアミン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 27mg を精密に量り、メタノール 3mL に溶かした後、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 200mL とする。この液 10 mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)及び標準溶液 10 $\mu\text{L}$  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、それぞれの液のオクトチアミンのピーク面積  $A_{T1}$ 、 $A_{T2}$  及び  $A_S$  を測定する。

オクトチアミン( $\text{C}_{23}\text{H}_{36}\text{N}_4\text{O}_5\text{S}_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times [(A_{T1}/A_S) \times 1/45 + (A_{T2}/A_S)] \times (1/C) \times 90$$

$W_S$  : オクトチアミン標準品の秤取量(mg)

$C$  : 1 錠中のオクトチアミン( $\text{C}_{23}\text{H}_{36}\text{N}_4\text{O}_5\text{S}_3$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 236nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に  $5\mu\text{m}$  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 :  $25^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

移動相 : 過塩素酸ナトリウム 7.0 g を量り、水 1000mL を加えて溶か

した後、薄めたリン酸(1→10)を用いて pH を 3.0 に調整する。この液 900mL にメタノール 1100mL を加える。

流量：オクトチアミンの保持時間が約 7 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、オクトチアミ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 1000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オクトチアミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

#### リボフラビン、ピリドキシリン塩酸塩

本操作は光を避けて行う。別にリボフラビン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 14mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 200mL とし、標準原液(1)とする。別にピリドキシリン塩酸塩標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 22mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 50mL とし、標準原液(2)とする。標準原液(1)4mL 及び標準原液(2)10mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)及び標準溶液 10 $\mu$ 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、それぞれの液のリボフラビンのピーク面積  $A_{Ta}$ 、 $A_{Sa}$  及びピリドキシリンのピーク面積  $A_{Tb}$ 、 $A_{Sb}$  を測定する。

リボフラビン( $C_{17}H_{20}N_4O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/Ca) \times 18$$

$W_{Sa}$ ：リボフラビン標準品の秤取量(mg)

$Ca$ ：1錠中のリボフラビン( $C_{17}H_{20}N_4O_6$ )の表示量(mg)

ピリドキシリン塩酸塩( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 180$$

$W_{Sb}$ ：ピリドキシリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

$C_b$ ：1錠中のピリドキシリン塩酸塩( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：267nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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：25℃付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.5g をとり，水 825mL を加えて溶かす．この液にアセトニトリル 175mL 及びリン酸 1mL を加える．

流量：リボフラビンの保持時間が約 5 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 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，リボフラビン，ピリドキシンの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リボフラビン及びピリドキシンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ，1.5%以下である．

#### シアノコバラミン

本操作は光を避けて行う．別にシアノコバラミン標準品(別途，酸化リン(V)を乾燥剤として，100℃で 4 時間減圧乾燥し，その乾燥減量 <2.41> を測定しておく)約 27mg を精密に量り，pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50mL とする．この液 2mL を正確に量り，pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液(1)及び標準溶液 100 $\mu$ 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，それぞれの液のシアノコバラミンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する．

シアノコバラミン( $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/10)$$

$W_S$ ：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

$C$ ：1錠中のシアノコバラミン( $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：361nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸 0.49g，リン酸二水素ナトリウム二水和物 0.60g 及び過塩素酸ナトリウム 14g を水に溶かし，1000mL とする．この液にメタノール 500mL を加える．

流量：シアノコバラミンの保持時間が約 5 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 100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、シアノコバラミ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 1000 段以上，1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シアノコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である。

### 溶出規格

|           | 表示量    | 規定時間 | 溶出率   |
|-----------|--------|------|-------|
| オクトチアミン   | 25mg   | 90 分 | 75%以上 |
| リボフラビン    | 2.5mg  | 30 分 | 85%以上 |
| ピリドキシン塩酸塩 | 40mg   |      |       |
| シアノコバラミン  | 0.25mg |      |       |

オクトチアミン標準品 「オクトチアミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オクトチアミン( $C_{23}H_{36}N_4O_5S_3$ )99.0%以上を含むもの。

ベンフォチアミン 138.3mg/g・ピリドキシリン塩酸塩 100mg/g・シアノコバラミン 1mg/g 散

**Benfotiamine 138.3mg/g・Pyridoxine Hydrochloride 100mg/g and Cyanocobalamin 1mg/g Powder**

溶出性〈6.10〉本品約 0.5g を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  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 5mL を正確に量り、水 5mL を正確に加え、更に移動相を加えて正確に 20mL とする。溶出試験開始 15 分後及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別に、シアノコバラミン標準品(別途酸化リン(V)を乾燥剤として  $100^\circ\text{C}$  で 4 時間減圧( $0.67\text{kPa}$  以下)乾燥し、その乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約 28mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とし、シアノコバラミン標準原液とする。また、ピリドキシリン塩酸塩標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 28mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50mL とし、ピリドキシリン塩酸塩標準原液とする。更に、ベンフォチアミン標準品を  $105^\circ\text{C}$  で 2 時間乾燥し、その約 19mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50mL とし、ベンフォチアミン標準原液とする。シアノコバラミン標準原液、ピリドキシリン塩酸塩標準原液それぞれ 5mL 及びベンフォチアミン標準原液 10mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)及び標準溶液  $100\mu\text{L}$  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、それぞれの液のピリドキシリンのピーク面積  $A_{\text{Ta}(1)}$  及び  $A_{\text{Sa}}$ 、シアノコバラミンのピーク面積  $A_{\text{Tb}(1)}$  及び  $A_{\text{Sb}}$ 、ベンフォチアミンのピーク面積  $A_{\text{Tc}(1)}$ 、 $A_{\text{Tc}(2)}$  及び  $A_{\text{Sc}}$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ピリドキシリン塩酸塩( $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{\text{Sa}}/W_{\text{T}}) \times (A_{\text{Ta}(1)}/A_{\text{Sa}}) \times (1/C_{\text{a}}) \times 180$$

シアノコバラミン( $\text{C}_{63}\text{H}_{88}\text{CoN}_{14}\text{O}_{14}\text{P}$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{\text{Sb}}/W_{\text{T}}) \times (A_{\text{Tb}(1)}/A_{\text{Sb}}) \times (1/C_{\text{b}}) \times (9/5)$$

ベンフォチアミン( $C_{19}H_{23}N_4O_6PS$ )の表示量に対する溶出率(%)  

$$= (W_{Sc}/W_T) \times [(A_{Tc(1)}/A_{Sc}) \times (1/45) + (A_{Tc(2)}/A_{Sc})] \times (1/C_c) \times 360$$

$W_{Sa}$  : ピリドキシン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

$W_{Sb}$  : 乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

$W_{Sc}$  : ベンフォチアミン標準品の秤取量(mg)

$W_T$  : 本品の秤取量(g)

$C_a$  : 1g 中のピリドキシン塩酸塩( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1g 中のシアノコバラミン( $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$ )の表示量(mg)

$C_c$  : 1g 中のベンフォチアミン( $C_{19}H_{23}N_4O_6PS$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 350 nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(171:27:2)1000mL に 1-ペントンスルホン酸ナトリウム 2.0g を溶かす.

流量 : シアノコバラミンの保持時間が約 5 分になるよう調整する.

#### システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 100 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, ピリドキシン, シアノコバラミン及びベンフォチアミンの順に溶出し, ピリドキシンとシアノコバラミン並びにシアノコバラミンとベンフォチアミンの分離度はそれぞれ 2.0 以上である.

システムの再現性 : 標準溶液 100 $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, シアノコバラミンの相対標準偏差は 2.0% 以下である.

#### 溶出規格

|           | 表示量       | 規定時間 | 溶出率   |
|-----------|-----------|------|-------|
| ベンフォチアミン  | 138.3mg/g | 120分 | 80%以上 |
| ピリドキシン塩酸塩 | 100mg/g   | 15分  | 80%以上 |
| シアノコバラミン  | 1mg/g     |      | 85%以上 |

ベンフォチアミン標準品「ベンフォチアミン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, ベンフォチアミン( $C_{19}H_{23}N_4O_6PS$ )99.0 % 以上を含む.

ベンフォチアミン・ピリドキシリン塩酸塩・シアノコバラミンカプセル

## Benfotiamine · Pyridoxine Hydrochloride and Cyanocobalamin Capsules

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mLを正確にとり、30分時点には直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い1mL中にベンフォチアミン( $\text{C}_{19}\text{H}_{23}\text{N}_4\text{O}_6\text{PS}$ )約 $19\mu\text{g}$ 、ピリドキシリン塩酸塩( $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$ )約 $14\mu\text{g}$ 及びシアノコバラミン( $\text{C}_{63}\text{H}_{88}\text{CoN}_{14}\text{O}_{14}\text{P}$ )約 $0.14\mu\text{g}$ を含む液となるように移動相を加えて正確に $V'\text{mL}$ とし、溶出試験開始30分後及び60分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別に、シアノコバラミン標準品(別途酸化リン(V)を乾燥剤として $100^\circ\text{C}$ で4時間減圧( $0.67\text{kPa}$ 以下)乾燥し、その乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約 $28\text{mg}$ を精密に量り、移動相に溶かし、正確に $100\text{mL}$ とする。この液 $2\text{mL}$ を正確に量り、移動相を加えて正確に $100\text{mL}$ とし、シアノコバラミン標準原液とする。また、ピリドキシリン塩酸塩標準品をシリカゲルを乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約 $28\text{mg}$ を精密に量り、移動相に溶かし、正確に $50\text{mL}$ とし、ピリドキシリン塩酸塩標準原液とする。更に、ベンフォチアミン標準品を $105^\circ\text{C}$ で2時間乾燥し、その約 $19\text{mg}$ を精密に量り、移動相に溶かし、正確に $50\text{mL}$ とし、ベンフォチアミン標準原液とする。シアノコバラミン標準原液、ピリドキシリン塩酸塩標準原液それぞれ $5\text{mL}$ 及びベンフォチアミン標準原液 $10\text{mL}$ を正確に量り、移動相を加えて正確に $200\text{mL}$ とし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)及び標準溶液 $100\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のピリドキシリンのピーク面積 $A_{\text{Ta}(1)}$ 及び $A_{\text{Sa}}$ 、シアノコバラミンのピーク面積 $A_{\text{Tb}(1)}$ 及び $A_{\text{Sb}}$ 、ベンフォチアミンのピーク面積 $A_{\text{Tc}(1)}$ 、 $A_{\text{Tc}(2)}$ 及び $A_{\text{Sc}}$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ピリドキシリン塩酸塩( $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{\text{Sa}} \times (A_{\text{Ta}(1)} / A_{\text{Sa}}) \times (V' / V) \times (1 / C_a) \times 45$$

シアノコバラミン( $\text{C}_{63}\text{H}_{88}\text{CoN}_{14}\text{O}_{14}\text{P}$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{\text{Sb}} \times (A_{\text{Tb}(1)} / A_{\text{Sb}}) \times (V' / V) \times (1 / C_b) \times (9 / 20)$$

ベンフォチアミン( $C_{19}H_{23}N_4O_6PS$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sc} \times [(A_{Tc(1)} / A_{Sc}) \times (1/45) + (A_{Tc(2)} / A_{Sc})] \times (V'/V) \times (1/C_c) \times 90$$

$W_{Sa}$  : ピリドキシン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

$W_{Sb}$  : 乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

$W_{Sc}$  : ベンフォチアミン標準品の秤取量(mg)

$C_a$  : 1 カプセル中のピリドキシン塩酸塩( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1 カプセル中のシアノコバラミン( $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$ )の表示量(mg)

$C_c$  : 1 カプセル中のベンフォチアミン( $C_{19}H_{23}N_4O_6PS$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 350 nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(171:27:2)1000mL に 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を溶かす.

流量 : シアノコバラミンの保持時間が約 5 分になるよう調整する.

#### システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 100 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, ピリドキシン, シアノコバラミン及びベンフォチアミンの順に溶出し, ピリドキシンとシアノコバラミン並びにシアノコバラミンとベンフォチアミンの分離度はそれぞれ 2.0 以上である.

システムの再現性 : 標準溶液 100 $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, シアノコバラミンの相対標準偏差は 2.0%以下である.

#### 溶出規格

|           | 表示量     | 規定時間 | 溶出率   |
|-----------|---------|------|-------|
| ベンフォチアミン  | 34.58mg | 90分  | 75%以上 |
| ピリドキシン塩酸塩 | 25mg    | 30分  | 75%以上 |
| シアノコバラミン  | 0.25mg  |      | 85%以上 |
| ベンフォチアミン  | 69.15mg | 90分  | 75%以上 |
| ピリドキシン塩酸塩 | 50mg    | 30分  | 75%以上 |
| シアノコバラミン  | 0.5mg   |      | 85%以上 |

ベンフォチアミン標準品「ベンフォチアミン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, ベンフォチアミン( $C_{19}H_{23}N_4O_6PS$ )99.0 %以上を含む.



## メトキサレン錠 Methoxsalen Tablets

溶出性 (6.10) 本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→100)900mL を用い、パドル法により、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 $\mu$ 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 中にメトキサレン ( $C_{12}H_8O_4$ )約 11 $\mu$ g を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→100)を加えて正確に  $V'$ mL とし、試料溶液とする。別にメトキサレン標準品(別途 1g につき、容量滴定法、直接滴定により水分 (2.48) を測定しておく)約 22mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→100)を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 303nm 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。

メトキサレン( $C_{12}H_8O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 脱水物に換算したメトキサレン標準品の秤取量(mg)

$C$  : 1 錠中のメトキサレン( $C_{12}H_8O_4$ )表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量  | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 10mg | 90 分 | 80%以上 |

## ファロペネムナトリウム錠 Faropenem Sodium Tablets

溶出性 (6.10) 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 中にファロペネム( $C_{12}H_{15}NO_5S$ )約 55 $\mu$ g(力価)を含む液となるように水を加えて正確に  $V'$ mL とし、試料溶液とする。別にファロペネムナトリウム標準品約 18mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 306nm 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。

ファロペネム( $C_{12}H_{15}NO_5S$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 225$$

$W_S$  : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量 [mg(力価)]

$C$  : 1 錠中のファロペネム( $C_{12}H_{15}NO_5S$ )の表示量 [mg(力価)]

溶出規格

| 表示量       | 規定時間 | 溶出率   |
|-----------|------|-------|
| 150mg(力価) | 30分  | 85%以上 |
| 200mg(力価) | 30分  | 85%以上 |

## シロップ用ファロペネムナトリウム Faropenem Sodium for Syrup

溶出性〈6.10〉本品の表示量に従いファロペネム( $C_{12}H_{15}NO_5S$ )約 50mg(力価)に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 以下のメンブレンフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にファロペネムナトリウム標準品約 18mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 306nm 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。

ファロペネム( $C_{12}H_{15}NO_5S$ )の表示量に対する溶出率(%)  
$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 225$$

$W_S$  : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量 [mg(力価)]

$W_T$  : 本品の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のファロペネム( $C_{12}H_{15}NO_5S$ )の表示量 [mg(力価)]

### 溶出規格

| 表示量         | 規定時間 | 溶出率   |
|-------------|------|-------|
| 100mg(力価)/g | 15分  | 85%以上 |

## クレマスチンフマル酸塩散 Clemastine Fumarate Powder

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いクレマスチン( $C_{21}H_{26}ClNO$ )約 1mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径  $0.5\mu m$  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 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に、クレマスチンフマル酸塩標準品を  $105^{\circ}C$  で 4 時間乾燥し、その約 30mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  $50\mu L$  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、それぞれの液のクレマスチンのピーク面積  $A_T$  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。

クレマスチン( $C_{21}H_{26}ClNO$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/2) \times 0.748$$

$W_S$  : クレマスチンフマル酸塩標準品の秤取量(mg)

$W_T$  : 本品の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のクレマスチン( $C_{21}H_{26}ClNO$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に  $5\mu m$  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 : リン酸二水素カリウム 9.0g 及び 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1100mL に溶かした液に、アセトニトリル 900mL を加えた後、リン酸で pH4.0 に調整する。

流量 : クレマスチンの保持時間が約 5 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  $50\mu L$  につき、上記の条件で操作するとき、クレマス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

れ 3000 段以上, 2.0 以下である.

システムの再現性: 標準溶液 50 $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, クレマスチン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   |
|--------|------|-------|
| 1mg/g  | 15分  | 80%以上 |
| 10mg/g | 15分  | 80%以上 |

\*クレマスチンとして

クレマスチンフマル酸塩標準品 クレマスチンフマル酸塩(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, クレマスチンフマル酸塩( $C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$ )99.0%以上を含む.

## クレマスチン fumarate 錠 Clemastine Fumarate Tablets

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 $\mu$ 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 中にクレマスチン( $C_{21}H_{26}ClNO$ )約 0.56 $\mu$ g を含む液となるように移動相を加えて正確に  $V$ mL とし、試料溶液とする。別に、クレマスチン fumarate 標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 30mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ 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、それぞれの液のクレマスチンのピーク面積  $A_T$  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。

クレマスチン( $C_{21}H_{26}ClNO$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times (9/4) \times 0.748$$

$W_S$  : クレマスチン fumarate 標準品の秤取量(mg)

$C$  : 1 錠中のクレマスチン( $C_{21}H_{26}ClNO$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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 : リン酸二水素カリウム 9.0g 及び 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1100mL に溶かした液に、アセトニトリル 900mL を加えた後、リン酸で pH4.0 に調整する。

流量 : クレマスチンの保持時間が約 5 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 50 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、クレマス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, 2.0 以下である.

システムの再現性: 標準溶液 50 $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, クレマスチン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   |
|------|------|-------|
| 1mg  | 30分  | 80%以上 |

\*クレマスチンとして

クレマスチンフマル酸塩標準品 クレマスチンフマル酸塩(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, クレマスチンフマル酸塩( $C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$ )99.0%以上を含む.

## クレマスチンフマル酸塩ドライシロップ

### Clemastine Fumarate Dry Syrup

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いクレマスチン( $C_{21}H_{26}ClNO$ )約 1mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL として、試料溶液とする。別にクレマスチンフマル酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 30mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL として、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ 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、それぞれの液のクレマスチンのピーク面積  $A_T$  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。

クレマスチン( $C_{21}H_{26}ClNO$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/2) \times 0.748$$

$W_S$  : クレマスチンフマル酸塩標準品の秤取量(mg)

$W_T$  : 本品の秤取量(g)

$C$  : 1g中のクレマスチン( $C_{21}H_{26}ClNO$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレスカラム管に 5 $\mu$ 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 : リン酸二水素カリウム 9.0g 及び 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1100mL に溶かした液に、アセトニトリル 900mL を加えた後、リン酸で pH4.0 に調整する。

流量 : クレマスチンの保持時間が約 5 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 50 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、



クレマス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、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クレマスチン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   |
|-------|------|-------|
| 1mg/g | 15 分 | 80%以上 |

\*クレマスチンとして

クレマスチンフマル酸塩標準品 クレマスチンフマル酸塩(日局). ただし乾燥したものを定量するとき、クレマスチンフマル酸塩( $C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$ )99.0%以上を含む。

## カルピプラミン塩酸塩錠 Carpipramine Hydrochloride Tablets

溶出性 <6.10> 本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パドル法により、毎分75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 $\mu$ 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<sub>m</sub>Lを正確に量り、表示量に従い1mL中にカルピプラミン塩酸塩(C<sub>28</sub>H<sub>38</sub>N<sub>4</sub>O·2HCl)約27 $\mu$ gを含む液になるように溶出試験第2液を加えて正確にV'<sub>m</sub>Lとする。別にカルピプラミン塩酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤とし、105°Cで恒量になるまで減圧乾燥し、その約28mgを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、溶出試験第2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、溶出試験第2液を対照とし、紫外可視吸光度測定法<2.24>により試験を行い、波長250nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

カルピプラミン塩酸塩(C<sub>28</sub>H<sub>38</sub>N<sub>4</sub>O·2HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$$

W<sub>s</sub> : カルピプラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のカルピプラミン塩酸塩(C<sub>28</sub>H<sub>38</sub>N<sub>4</sub>O·2HCl)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量     | 規定時間 | 溶出率   |
|---------|------|-------|
| 24.16mg | 45分  | 70%以上 |
| 48.32mg | 60分  | 80%以上 |

カルピプラミン塩酸塩標準品 「カルピプラミン塩酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、カルピプラミン塩酸塩(C<sub>28</sub>H<sub>38</sub>N<sub>4</sub>O·2HCl)99.0%以上を含む。

## リファンピシンカプセル Rifampicin Capsules

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分 75 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 $\mu$ 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 中にリファンピシン ( $C_{43}H_{58}N_4O_{12}$ ) 約 17 $\mu$ g(力価)を含む液となるように水を加えて正確に  $V'$ mL とし、試料溶液とする。別にリファンピシン標準品約 17mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール 5mL に溶かし、水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により試験を行い、波長 334nm 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。

リファンピシン( $C_{43}H_{58}N_4O_{12}$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$$

$W_s$  : リファンピシン標準品の秤取量 [mg(力価)]

$C$  : 1 カプセル中のリファンピシン( $C_{43}H_{58}N_4O_{12}$ )の表示量 [mg(力価)]

### 溶出規格

| 表示量        | 規定時間 | 溶出率   |
|------------|------|-------|
| 150 mg(力価) | 45 分 | 80%以上 |

リファンピシン標準品 リファンピシン(日局).

## クロルマジノン酢酸エステル錠 Chlormadinone Acetate Tablets

溶出性〈6.10〉本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→250) 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 中にクロルマジノン酢酸エステル ( $C_{23}H_{29}ClO_4$ ) 約 2.2 $\mu$ g を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→250) を加えて正確に  $V$  mL とし、試料溶液とする。別にクロルマジノン酢酸エステル標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 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 2mL を正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→250) を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、それぞれの液のクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積  $A_T$  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。

クロルマジノン酢酸エステル ( $C_{23}H_{29}ClO_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / V) \times (1 / C) \times 9$$

$W_S$  : クロルマジノン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

$C$  : 1 錠中のクロルマジノン酢酸エステル( $C_{23}H_{29}ClO_4$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 285nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル / 水混液 (11 : 9)

流量 : クロルマジノン酢酸エステルの保持時間が約 10 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、クロルマジノン酢酸エステ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 4000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クロルマジノン酢酸エステル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   |
|------|------|-------|
| 2mg  | 45 分 | 85%以上 |
| 25mg | 90 分 | 75%以上 |

## ノルエチステロン錠 Norethisterone Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により、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 $\mu$ 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中にノルエチステロン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)約5.6 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にノルエチステロン標準品をシリカゲルを乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約28mg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2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長248nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ノルエチステロン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 18$$

W<sub>S</sub> : ノルエチステロン標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のノルエチステロン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量 | 規定時間 | 溶出率   |
|-----|------|-------|
| 5mg | 3時間  | 70%以上 |

ノルエチステロン標準品 ノルエチステロン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ノルエチステロン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)99.0%以上を含むもの。

## ノルエチステロン・メストラノール錠 Norethisterone and Mestranol Tablets

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1000mLとした液900mLを用い、パドル法により、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 $\mu$ 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中にノルエチステロン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)約1.1 $\mu$ g及びメストラノール(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)約56ng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1000mLとした液を加えて正確にV mLとし、試料溶液とする。別にノルエチステロン標準品をシリカゲルを乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約22mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に200mLとし、標準原液(1)とする。また、メストラノール標準品を105℃で3時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)2mLずつを正確に量り、ポリソルベート80 1gに水を加えて1000mLとした液を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 $\mu$ 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、それぞれの液のノルエチステロンのピーク面積A<sub>Ta</sub>及びA<sub>Sa</sub>並びにメストラノールのピーク面積A<sub>Tb</sub>及びA<sub>Sb</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ノルエチステロン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (V/V) \times (1/C_a) \times 9/2$$

メストラノール(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (V/V) \times (1/C_b) \times 9/50$$

W<sub>Sa</sub> : ノルエチステロン標準品の秤取量(mg)

W<sub>Sb</sub> : メストラノール標準品の秤取量(mg)

C<sub>a</sub> : 1錠中のノルエチステロン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)の表示量(mg)

C<sub>b</sub> : 1錠中のメストラノール(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : ノルエチステロン 紫外吸光光度計 (測定波長 : 244nm)

メストラノール 蛍光光度計 (測定波長 : 励起波長 281nm, 蛍光波長

302nm)

カラム：内径 4mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液 (3：2)

流量：ノルエチステロンの保持時間が約 3 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 100 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，ノルエチステロ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 2000 段以上，2.0 以下であり，メストラノ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 3000 段以上，1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ノルエチステロン及びメストラノールのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0% 以下及び 3.0% 以下である。

#### 溶出規格

|          | 表示量    | 規定時間 | 溶出率   |
|----------|--------|------|-------|
| ノルエチステロン | 1mg    | 90 分 | 75%以上 |
| メストラノール  | 0.05mg |      | 80%以上 |
| ノルエチステロン | 2mg    | 3 時間 | 70%以上 |
| メストラノール  | 0.1mg  |      | 80%以上 |

ノルエチステロン標準品 ノルエチステロン (日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，ノルエチステロン (C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>) 99.0%以上を含むもの。



ノルエチステロン 5mg・メストラノール 0.05mg 錠  
Norethisterone 5mg and Mestranol 0.05mg Tablets

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1000mLとした液900mLを用い、パドル法により、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 $\mu$ 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、次のろ液を試料溶液とする。別にノルエチステロン標準品をシリカゲルを乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約28mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLとし、標準原液(1)とする。また、メストラノール標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)2mLずつを正確に量り、ポリソルベート80 1gに水を加えて1000mLとした液を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 $\mu$ 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、それぞれの液のノルエチステロンのピーク面積 $A_{Ta}$ 及び $A_{Sa}$ 並びにメストラノールのピーク面積 $A_{Tb}$ 及び $A_{Sb}$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ノルエチステロン( $C_{20}H_{26}O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 18$$

メストラノール( $C_{21}H_{26}O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 9/50$$

$W_{Sa}$  : ノルエチステロン標準品の秤取量(mg)

$W_{Sb}$  : メストラノール標準品の秤取量(mg)

$C_a$  : 1錠中のノルエチステロン( $C_{20}H_{26}O_2$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1錠中のメストラノール( $C_{21}H_{26}O_2$ )の表示量(mg)

試験条件

検出器 : ノルエチステロン 紫外吸光光度計 (測定波長 : 244nm)

メストラノール 蛍光光度計 (測定波長 : 励起波長 281nm, 蛍光波長 302nm)

カラム : 内径 4.6mm , 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液 (3：2)

流量：ノルエチステロンの保持時間が約 3 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 100μLにつき、上記の条件で操作するとき、ノルエチステロン及びメストラノ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 3000 段以上、2.0 以下及び 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100μLにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ノルエチステロン及びメストラノールのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0%以下及び 3.0%以下である。

#### 溶出規格

|          | 表示量    | 規定時間 | 溶出率   |
|----------|--------|------|-------|
| ノルエチステロン | 5mg    | 45 分 | 70%以上 |
| メストラノール  | 0.05mg | 45 分 | 70%以上 |

ノルエチステロン標準品ノルエチステロン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ノルエチステロン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>) 99.0%以上を含むもの。