

カルピプラミン塩酸塩 25mg 錠

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。溶出試験開始 45 分後に溶出液 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、次のろ液を試料溶液とする。別にカルピプラミン塩酸塩水和物標準品を酸化リン (V) を乾燥剤とし、105 $^{\circ}$ 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_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{カルピプラミン塩酸塩 (C}_{28}\text{H}_{38}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{HCl}) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 90 \end{aligned}$$

W_S : カルピプラミン塩酸塩水和物標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のカルピプラミン塩酸塩 (C₂₈H₃₈N₄O · 2HCl) の表示量 (mg)

カルピプラミン塩酸塩水和物標準品 カルピプラミン塩酸塩水和物 (日局)。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 (C₂₈H₃₈N₄O · 2HCl) 99.0% 以上を含むもの。

カルピプラミン塩酸塩 50mg 錠

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。溶出試験開始45分後に溶出液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、次のろ液を試料溶液とする。別にカルピプラミン塩酸塩水和物標準品を酸化リン(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50mL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_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

カルピプラミン塩酸塩 ($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 180$$

W_S : カルピプラミン塩酸塩水和物標準品の秤取量 (mg)

C : 1錠中のカルピプラミン塩酸塩 ($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2HCl$) の表示量 (mg)

カルピプラミン塩酸塩水和物標準品 カルピプラミン塩酸塩水和物 (日局)。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 ($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2HCl$) 99.0%以上を含むもの。

リファンピシン 150mg カプセル

溶出性 (6.10) 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL 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。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、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 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にリファンピシン標準品約 17 mg (力価) に対応する量を精密に量り、メタノール 5 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL 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 334 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

リファンピシン($\text{C}_{43}\text{H}_{58}\text{N}_4\text{O}_{12}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 900$$

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($\text{C}_{43}\text{H}_{58}\text{N}_4\text{O}_{12}$)の表示量 [mg (力価)]

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 2mg 錠

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 45 分後、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、次のろ液を試料溶液とする。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 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。

本品の 45 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

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 (%)

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

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 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: 25°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 μ 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 μ 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のピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

クロルマジノン酢酸エステル標準品 クロルマジノン酢酸エステル標準品 (日局)。

クロルマジノン酢酸エステル 25mg 錠

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。溶出試験開始90分後、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25mL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デシケーター(減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、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 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。

本品の90分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

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(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (225/2)$$

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 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 : 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 μ 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 μ 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のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

クロルマジノン酢酸エステル標準品 クロルマジノン酢酸エステル標準品(日局)

ノルエチステロン 5mg 錠

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 180 分後、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、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 248 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 180 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{ノルエチステロン(C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_2\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 18 \end{aligned}$$

W_S : 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(C₂₀H₂₆O₂) の表示量 (mg)

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(C₂₀H₂₆O₂) 99.0% 以上を含むもの。

エルゴタミン酒石酸塩 1mg・無水カフェイン 50mg・イソプロピルアンチピリン 300mg 錠

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。溶出試験開始 30 分後、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 5mL を正確に量り、内標準溶液 1mL を正確に加えた後、移動相を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にエルゴタミン酒石酸塩標準品を 60 $^{\circ}$ C で 4 時間減圧乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、この液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、標準原液 A とする。また、無水カフェイン標準品を 80 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、標準原液 B とする。また、イソプロピルアンチピリン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 5 時間減圧乾燥し、その約 60mg を精密に量り、標準原液 A 2mL、標準原液 B 10mL を正確に加えた後、移動相を加えて溶かし、正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 1mL を正確に加えた後、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 10 μ L につき、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、それぞれの液の内標準溶液のピーク面積に対するエルゴタミン酒石酸塩のピーク面積の比 Q_{TE} 及び Q_{SE} 、カフェインのピーク面積の比 Q_{TC} 及び Q_{SC} 並びにイソプロピルアンチピリンのピーク面積の比 Q_{TI} 及び Q_{SI} を求める。

本品の 30 分間の溶出率はエルゴタミン酒石酸塩 70% 以上、無水カフェイン 85% 以上及びイソプロピルアンチピリン 85% 以上である。

エルゴタミン酒石酸塩 (($C_{33}H_{35}N_5O_5$) $_2 \cdot C_4H_6O_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SE} \times (Q_{TE}/Q_{SE}) \times (1/C_E) \times (9/5)$$

無水カフェイン ($C_8H_{10}N_4O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SC} \times (Q_{TC}/Q_{SC}) \times (1/C_C) \times 90$$

イソプロピルアンチピリン ($C_{14}H_{18}N_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SI} \times (Q_{TI}/Q_{SI}) \times (1/C_I) \times 450$$

W_{SE} : エルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_{SC} : 無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

W_{SI} : イソプロピルアンチピリン標準品の秤取量 (mg)

C_E : 1 錠中のエルゴタミン酒石酸塩 (($C_{33}H_{35}N_5O_5$) $_2 \cdot C_4H_6O_6$) の表示量 (mg)

C_C : 1 錠中の無水カフェイン ($C_8H_{10}N_4O_2$) の表示量 (mg)

C_I : 1 錠中のイソプロピルアンチピリン ($C_{14}H_{18}N_2O$) の表示量 (mg)

内標準溶液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 10mg を移動相に溶かし、100mL とする。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 290nm)

蛍光光度計 (励起波長: 320nm, 蛍光波長: 388nm)

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
ブチ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：薄めたリン酸 (17→20) 1.36mL を量り, 水を加えて混和し, 正確に 2000mL
とする (10mmol/L リン酸水溶液)。この液 1500mL にアセトニトリル 500mL を加
える。

流量：カフェインの保持時間が約 2 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, 蛍光検出におい
てはエルゴタミン酒石酸塩, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒドの順に溶出し, エル
ゴタミン酒石酸塩, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒドの分離度は 2.0 以上である。
紫外吸光検出においてはカフェイン, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド, イソプロ
ピルアンチピリンの順に溶出し, カフェイン, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド及
びイソプロピルアンチピリンのピーク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 10 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, 内
標準物質のピーク面積に対するエルゴタミン酒石酸塩, カフェイン及びイソプロピル
アンチピリンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ 3.0% 以下である。

エルゴタミン酒石酸塩標準品 エルゴタミン酒石酸塩 (日局)。ただし, 乾燥したものを定量す
るとき, エルゴタミン酒石酸塩 ($(C_{33}H_{35}N_5O_5) \cdot 2 \cdot C_4H_6O_6$) 99.0% 以上を含むもの。

無水カフェイン標準品 無水カフェイン (日局)。ただし, 乾燥したものを定量するとき, カフ
ェイン ($C_8H_{10}N_4O_2$) 99.0% 以上を含むもの。

イソプロピルアンチピリン標準品 イソプロピルアンチピリン (日局)。ただし, 乾燥したもの
を定量するとき, イソプロピルアンチピリン ($C_{14}H_{18}N_2O$) 99.0% 以上を含むもの。

エルゴタミン酒石酸塩 0.5mg・無水カフェイン 25mg・イソプロピルアンチピリン 150mg 錠

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。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20mL 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 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、内標準溶液 1mL を正確に加えた後、移動相を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にエルゴタミン酒石酸塩標準品を 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、この液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、標準原液 A とする。また、無水カフェイン標準品を 80°C で 4 時間乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、標準原液 B とする。また、イソプロピルアンチピリン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 5 時間減圧乾燥し、その約 60mg を精密に量り、標準原液 A 2mL、標準原液 B 10mL を正確に加えた後、移動相を加えて溶かし、正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 1mL を正確に加えた後、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 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.10) により試験を行い、それぞれの液の内標準溶液のピーク面積に対するエルゴタミン酒石酸塩のピーク面積の比 Q_{TE} 及び Q_{SE} 、カフェインのピーク面積の比 Q_{TC} 及び Q_{SC} 並びにイソプロピルアンチピリンのピーク面積の比 Q_{TI} 及び Q_{SI} を求める。

本品の 30 分間の溶出率はエルゴタミン酒石酸塩 70% 以上、無水カフェイン 85% 以上及びイソプロピルアンチピリン 85% 以上である。

エルゴタミン酒石酸塩 ($(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SE} \times (Q_{TE} / Q_{SE}) \times (1 / C_E) \times (9 / 5)$$

無水カフェイン ($C_8H_{10}N_4O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SC} \times (Q_{TC} / Q_{SC}) \times (1 / C_C) \times 90$$

イソプロピルアンチピリン ($C_{14}H_{18}N_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SI} \times (Q_{TI} / Q_{SI}) \times (1 / C_I) \times 450$$

W_{SE} : エルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_{SC} : 無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

W_{SI} : イソプロピルアンチピリン標準品の秤取量 (mg)

C_E : 1 錠中のエルゴタミン酒石酸塩 ($(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$) の表示量 (mg)

C_C : 1 錠中の無水カフェイン ($C_8H_{10}N_4O_2$) の表示量 (mg)

C_I : 1 錠中のイソプロピルアンチピリン ($C_{14}H_{18}N_2O$) の表示量 (mg)

内標準溶液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 10mg を移動相に溶かし、100mL とする。

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 290nm)

蛍光光度計 (励起波長 : 320nm, 蛍光波長 : 388nm)

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
ブチ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：薄めたリン酸 (17 \rightarrow 20) 1.36mL を量り, 水を加えて混和し, 正確に 2000mL
とする (10mmol/L リン酸水溶液)。この液 1500mL にアセトニトリル 500mL を加
える。

流量：カフェインの保持時間が約 2 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, 蛍光検出におい
てはエルゴタミン酒石酸塩, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒドの順に溶出し, エル
ゴタミン酒石酸塩, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒドの分離度は 2.0 以上である。
紫外吸光検出においてはカフェイン, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド, イソプロ
ピルアンチピリンの順に溶出し, カフェイン, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド及
びイソプロピルアンチピリンのピークの見分け度はそれぞれ 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, 内
標準物質のピーク面積に対するエルゴタミン酒石酸塩, カフェイン及びイソプロピル
アンチピリンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ 3.0% 以下である。

エルゴタミン酒石酸塩標準品 エルゴタミン酒石酸塩 (日局)。ただし, 乾燥したものを定量す
るとき, エルゴタミン酒石酸塩 ($(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$) 99.0% 以上を含むもの。

無水カフェイン標準品 無水カフェイン (日局)。ただし, 乾燥したものを定量するとき, カフ
ェイン ($C_8H_{10}N_4O_2$) 99.0% 以上を含むもの。

イソプロピルアンチピリン標準品 イソプロピルアンチピリン (日局)。ただし, 乾燥したもの
を定量するとき, イソプロピルアンチピリン ($C_{14}H_{18}N_2O$) 99.0% 以上を含むもの。

ノルエチステロン 1mg・メストラノール 0.05mg 錠

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。溶出試験開始 90 分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別にノルエチステロン標準品をデシケーター (減圧、シリカゲル) で 4 時間乾燥し、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°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 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。

本品の 90 分間の溶出率がノルエチステロン 75% 以上及びメストラノール 80% 以上のときは適合とする。

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 (%)

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

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 4mm, 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 : 25°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 μ 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 μ 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。

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（ $C_{20}H_{26}O_2$ ）99.0%以上を含むもの。

メストラノール標準品 メストラノール標準品（日局）。

ノルエチステロン 2mg・メストラノール 0.1mg 錠

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。溶出試験開始180分後、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5mL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10mLとし、試料溶液とする。別にノルエチステロン標準品をデシケーター（減圧、シリカゲル）で4時間乾燥し、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 $^{\circ}$ 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 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。

本品の180分間の溶出率がノルエチステロン75%以上及びメストラノール80%以上のときは適合とする。

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 (%)

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

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

$$= W_{Sb} \times (A_{Tb} / A_{Sb}) \times (1 / C_b) \times (9 / 25)$$

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 4mm, 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 : 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 μ 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 μ 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.

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 ($C_{20}H_{26}O_2$) 99.0%以上を含むもの.

メストラノール標準品 メストラノール標準品 (日局).

ノルエチステロン 5mg・メストラノール 0.05mg 錠

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45分後、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、試験液を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 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。

本品の45分間の溶出率がノルエチステロン70%以上及びメストラノール70%以上のときは適合とする。

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 4.6 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。

メストラノールの保持時間が約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 100 μ 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3000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 μ 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。

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（ $C_{20}H_{26}O_2$ ）99.0%以上を含むもの。

メストラノール標準品 メストラノール標準品（日局）。