

## ナブメトン 400mg 錠

**溶出試験** 本品 1 個をとり，試験液にポリソルベート 80 3g に水を加えて 100mL とした液 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，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 4mL を正確に量り，エタノール (99.5) 8mL を正確に加えた後，試験液を加えて正確に 20mL とし，試料溶液とする．別にナブメトン標準品を 60 で 3 時間減圧乾燥し，その約 0.04g を精密に量り，エタノール (99.5) に溶かし，正確に 200mL とする．この液 20mL を正確に量り，ポリソルベート 80 3g に水を加えて 100mL とした液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，エタノール (99.5) 20mL にポリソルベート 80 3g に水を加えて 100mL とした液を加えて 50mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 331nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の 60 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする．

ナブメトン ( $C_{15}H_{16}O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : ナブメトン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のナブメトン ( $C_{15}H_{16}O_2$ ) の表示量 (mg)

**ナブメトン標準品**  $C_{15}H_{16}O_2$  : 228.29 4 - (6 - メトキシ - 2 - ナフチル) - 2 - ブタノンで、次に示す方法により精製し，下記の規格に適合するもの．

**精製法** ナブメトンにイソプロパノールを加えてよく混ぜ合わせ，約 70 に加熱して溶かした後，ろ過する．ろ液はかき混ぜながら約 25 に冷却した後，更に 0~5 とする．1 時間かき混ぜた後，ろ過する．ろ紙上の結晶を冷イソプロパノールで洗い，減圧下，約 35 で 16 時間乾燥する．

**性状** 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

### 確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1 50) 1mL にバニリンのメタノール溶液 (1 100) 1mL 及び水酸化カリウムのメタノール溶液 (2 5) を遠心分離 (3000rpm, 10 分間) して得た上澄液 2mL を加え，振り混ぜた後，60 の水浴中で 30 分間加温するとき，液は黄色を呈する．
- (2) 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき，波数  $1705\text{cm}^{-1}$ ,  $1609\text{cm}^{-1}$ ,  $1228\text{cm}^{-1}$ ,  $1028\text{cm}^{-1}$  及び  $816\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める．

**融点** 80~84

**純度試験 類縁物質** 本品 0.10 g をとり，メタノールを加えて溶かし，100mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10  $\mu$ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液のナブメトン及び類縁物質のピーク面積を自動積分法によって測定

し、ナブメトンのピーク面積  $A_N$  及び個々の類縁物質のピーク面積  $A_i$  を求める。  
次式により類縁物質の量を求めるとき、総量は 0.2% 以下である。

$$\text{個々の類縁物質の量 (\%)} = \frac{A_i}{A_N} \times f \times 100$$

f : 感度補正係数 次の感度補正係数を用いる。

化合物名	f	相対保持時間
ナブメトン	1.00	1.00
ベンジル 2 - ( 6 - メトキシ - 2 - ナフチルメチレン ) - 3 - オキソブチラート ( 類縁物質 )	0.38	3.17
3 - ( 6 - メトキシ - 2 - ナフチル ) - 5 - メチルシクロヘキサノン ( 類縁物質 )	1.02	2.29
5 - ( 6 - メトキシ - 2 - ナフチル ) - 3 - メチル - 2 - シクロヘキセン - 1 - オン ( 類縁物質 )	0.42	1.27
4 - ( 6 - メトキシ - 2 - ナフチル ) - 2 - ブタノール ( 類縁物質 )	1.07	0.70
4 - ( 6 - エトキシ - 2 - ナフチル ) - 2 - ブタノン ( 類縁物質 )	1.02	1.56
4 - ( 6 - ヒドロキシ - 2 - ナフチル ) - 2 - ブタノン ( 類縁物質 )	1.07	0.33

その他の未知物質については  $f = 1.00$  とする。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254nm）

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：室温

移動相：水 / アセトニトリル / 酢酸 ( 100 ) 混液 ( 550 : 450 : 1 )

流量：ナブメトンの保持時間が約 11 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナブメトンの保持時間の約 4 倍の範囲。

#### システム適合性

検出の確認：試料溶液 1.0mL を量り，メタノールを加えて 100mL とし，感度標準溶液とする。感度標準溶液 10  $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，ナブメトンのピーク高さが記録紙のフルスケールの約 10% となるように調整する。また，感度標準溶液 1.0mL を量り，メタノールを加えて 20mL とする。この液 10  $\mu$ L を注入するとき，ナブメトンのピーク面積をカウントするように設定する。

システムの性能：「パラオキシ安息香酸プロピル」0.01g にメタノール 100mL を加えて溶かした液 1mL に試料溶液 1mL 及びメタノール 18mL を加える。この液 10  $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，ナブメトンの順に溶出し，その分離度が 14 以上のものを用いる。

乾燥減量 0.10%以下 (1g, 減圧, 60 , 3 時間).

強熱残分 0.10%以下 (1g).

含量 99.0%以上. 定量法 本品約 0.17g を精密に量り, メタノールを加えて正確に 100mL とし, この液 2mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100mL とする. この液につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 261nm 付近の吸収極大の波長における吸光度  $A$  を測定する.

$$\text{ナブメトン (C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_2\text{) の量 (mg) = } \frac{A}{224} \times 50000$$

224 : ナブメトンの波長 261nm における比吸光度 ( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ )