

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 $^{\circ}$ 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 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 $^{\circ}$ 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 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（C₂₀H₂₆O₂）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（C₂₀H₂₆O₂） 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）。