

ラフ柱を洗い、メタノール 3 mL で流出し、流出液を約 40 °C の水浴中で空気を送りながら蒸発乾固する。残留物に薄めたメタノール (7 → 10) 2 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に 105 °C で 3 時間乾燥したノルゲストレル標準品約 0.025 g 及びデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 4 時間乾燥したエチニルエストラジオール標準品約 2.5 mg を精密に量り、薄めたメタノール (7 → 10) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、薄めたメタノール (7 → 10) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μL につき、定量法の操作条件を準用し、液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} 並びに標準溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積 A_{Sa} 及び A_{Sb} を求める。

本品の 45 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする。

ノルゲストレル ($C_{21}H_{28}O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 1.8$$

エチニルエストラジオール ($C_{20}H_{24}O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 1.8$$

W_{sa} : ノルゲストレル標準品の量 (mg)

W_{sb} : エチニルエストラジオール標準品の量 (mg)

C_a : 1 錠中のノルゲストレル ($C_{21}H_{28}O_2$) の表示量 (mg)

C_b : 1 錠中のエチニルエストラジオール ($C_{20}H_{24}O_2$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ノルゲストレル ($C_{21}H_{28}O_2$) 約 1 mg に対応する量を精密に量り、薄めたメタノール (7 → 10) 4 mL を加え、内標準溶液 4 mL を正確に加え、20 分間振り混ぜた後、この液を遠心分離する。上澄液を孔径 0.2 μm 以下のメンブランフィルターを用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に 105 °C で 3 時間乾燥したノルゲストレル標準品約 0.05 g 及びデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 4 時間乾燥したエチニルエストラジオール標準品約 5 mg を精密に量り、薄めたメタノール (7 → 10) に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、標準溶液とする。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トグラフ法により試験を行う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める。

ノルゲストレル ($C_{21}H_{28}O_2$) の量 (mg)

$$= \text{ノルゲストレル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times \frac{1}{50}$$

エチニルエストラジオール ($C_{20}H_{24}O_2$) の量 (mg)

$$= \text{エチニルエストラジオール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times \frac{1}{50}$$

内標準溶液 ジフェニルの薄めたメタノール (7 → 10) 溶液 (1 → 50000)

操作条件

検出器: ノルゲストレル 紫外吸光光度計 (測定波長: 241 nm)

エチニルエストラジオール 蛍光光度計 (励起波長: 281 nm, 蛍光波長: 305 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm 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: アセトニトリル/水混液 (11 : 9)

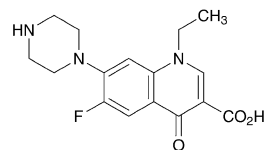
流量: ノルゲストレルの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、エチニルエストラジオール、ノルゲストレル、内標準物質の順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

ノルフロキサシン

Norfloxacin



$C_{16}H_{18}FN_3O_3$: 319.33

1-Ethyl-6-fluoro-1,4-dihydro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)quinoline-3-carboxylic acid [70458-96-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、ノルフロキサシン ($C_{16}H_{18}FN_3O_3$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (99.5) 又はアセトンに溶けにくく、メタノールに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は吸湿性である。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を水酸化ナトリウム溶液 (1 → 250) に溶かし、100 mL とする。この液 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 250) を加えて 100 mL にした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品をアセトンに溶かした後、減圧下でアセトンを蒸発し、残留物を乾燥する。乾燥した残留物につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を

認める。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 1.0 g を 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水 23 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、薄めた塩酸 (1 → 3) を赤色が消えるまで徐々に加え、希塩酸 0.5 mL を加えた後、30 分間氷冷する。次にガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、残留物を水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。

比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 7 mL、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、薄めた塩酸 (1 → 3) を赤色が消えるまで加え、希塩酸 1.5 mL、プロモフェノールブルー試液 1 ~ 2 滴及び水を加えて 50 mL とする (0.024 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (15 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をメタノール/アセトン混液 (1 : 1) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/アセトン混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノール/アセトン混液 (1 : 1) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (粒径 5 ~ 7 μ m, 蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/クロロホルム/トルエン/ジエチルアミン/水混液 (20 : 20 : 10 : 7 : 4) を展開溶媒として約 9 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm 及び 366 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以下で、各スポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 31.933 \text{ mg C}_{10}\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$$

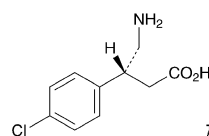
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

バクロフェン

Baclofen



及び鏡像異性体

$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$: 213.66

(*RS*)-4-Amino-3-(4-chlorophenyl)butanoic acid

[1134-47-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、バクロフェン ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、水に溶けにくく、メタノール又はエタノール (95) に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、水浴上で 3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバクロフェン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところで同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g を酢酸 (100) 50 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に酢酸 (100) 5 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.21 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1.0 mL 及び 1.5 mL を正確に量り、それぞれ移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) 及び (2) とする。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 25 μ 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。それぞれの液の各々のピーク高さを測定するとき、試料溶液のバクロフェン以外のピークの各々のピーク高さは、標準溶液 (1) のバクロフェンのピーク高さより大きくなり、それらのピーク高さの合計は、標準溶液 (2) のバクロフェンのピーク高さより大きくない。