

間振り動かし、更に 2 分間加熱する。次に 2 分間水冷した後、薄めた硫酸 (7 → 20) 4.0 mL を加え、よく混和するとき、試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない。

(2) 他のステロイド 本品 0.040 g をアセトン 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 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 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/ジエチルアミン混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 15 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) 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、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.1 g)。

定量法 本品及び安息香酸エストラジオール標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 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い、内標準物質のピーク面積に対する安息香酸エストラジオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

安息香酸エストラジオール ($C_{25}H_{38}O_3$) の量 (mg)

$$= \text{安息香酸エストラジオール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 プロゲステロンのメタノール溶液 (13 → 80000)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 230 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ 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: 35 °C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

流量: 安息香酸エストラジオールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、安息香酸エストラジオールの順に溶出し、その分離度が 9 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

安息香酸エストラジオール 水性懸濁注射液

Estradiol Benzoate Injection (Aqueous Suspension)

エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射液で、定量するとき、表示量の 90

～ 110 % に対応する安息香酸エストラジオール ($C_{25}H_{38}O_3$; 376.49) を含む。

製法 本品は「安息香酸エストラジオール」をとり、注射液の製法により製する。

性状 本品は振り混ぜるとき、白濁する。

確認試験 本品の表示量に従い「安息香酸エストラジオール」1 mg に対応する容量をとり、クロロホルム 5 mL で抽出した液を試料溶液とする。別に安息香酸エストラジオール標準品 1 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし、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 50 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (99 : 1) を展開溶媒として約 15 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) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定量法 本品をよく振り混ぜ、安息香酸エストラジオール ($C_{25}H_{38}O_3$) 約 2 mg に対応する容量を正確に量り、メタノールを加えて結晶を溶かし、正確に 20 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別に安息香酸エストラジオー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 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。以下「安息香酸エストラジオール」の定量法を準用する。

安息香酸エストラジオール ($C_{25}H_{38}O_3$) の量 (mg)

$$= \text{安息香酸エストラジオール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5}$$

内標準溶液 プロゲステロンのメタノール溶液 (13 → 100000)

貯法 容器 密封容器。

安息香酸エストラジオール注射液

Estradiol Benzoate Injection

エストラジオール安息香酸エステル注射液

本品は油性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ～ 110 % に対応する安息香酸エストラジオール ($C_{25}H_{38}O_3$; 376.49) を含む。

製法 本品は「安息香酸エストラジオール」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は澄明な油液である。

確認試験 本品の表示量に従い「安息香酸エストラジオール」1 mg に対応する容量をとり、クロロホルムを加えて 5 mL とし、試料溶液とする。別に安息香酸エストラジオール標準品 1 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし、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 50 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板に

スポットする。次にジクロロメタンを展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。更にクロロホルム/メタノール混液 (99 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これらに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

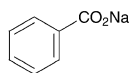
定量法 本品の安息香酸エストラジオール ($C_{25}H_{36}O_3$) 約 10 mg に対応する容量を正確に量り、分液漏斗に入れ、薄めたメタノール (9 → 10) を飽和したヘキサン 30 mL を加え、ヘキサンを飽和した薄めたメタノール (9 → 10) 15 mL ずつで 5 回抽出する。抽出液は薄めたメタノール (9 → 10) 10 mL で洗ったろ紙を用いてろ過し、ろ液にメタノールを加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に安息香酸エストラジオール標準品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 4 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれ遮光した 20 mL のメスフラスコに入れ、水浴上で空気を送りながら蒸発乾固する。残留物をメタノール 1 mL に溶かし、更にホウ酸・メタノール緩衝液 10 mL を加えて振り混ぜた後、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸する。冷後、ホウ酸・メタノール緩衝液 5 mL を加え、振り混ぜた後、氷冷する。それぞれの液に氷冷したジアゾ試液 2 mL を速やかに加え、激しく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、更に水を加えて 20 mL とし、振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 3 mL を除き、次のろ液につき、メタノール 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。層長 4 cm のセルを用い、試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 490 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{安息香酸エストラジオール (C}_{25}\text{H}_{36}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{安息香酸エストラジオール標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{2}{5} \end{aligned}$$

貯法 容器 密封容器。

安息香酸ナトリウム

Sodium Benzoate



$C_7H_5NaO_2$: 144.10

Monosodium benzoate [532-32-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、安息香酸ナトリウム ($C_7H_5NaO_2$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粒、結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、甘味及び塩味がある。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 100) は安息香酸塩の定性反応並びにナトリウム塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

純度試験

(1) **溶状** 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) **酸又はアルカリ** 本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 0.20 mL を加えるとき、液は無色である。この液に更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を追加するとき、液は赤色に変わる。

(3) **硫酸塩** 本品 0.40 g を水 40 mL に溶かし、よくかき混ぜながら希塩酸 3.5 mL を徐々に加え、5 分間放置した後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 20 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.120 % 以下)。

(4) **重金属** 本品 2.0 g を水 44 mL に溶かし、よくかき混ぜながら希塩酸 6 mL を徐々に加えた後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、アンモニア試液で中和した後、希酢酸 2 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。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(5) **ヒ素** 本品 1.0 g を水酸化カルシウム 0.40 g とよく混ぜ、強熱して得た残留物を希塩酸 10 mL に溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) **塩素化合物** 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし、希硫酸 10 mL を加えた後、ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出し、ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去する。得られた残留物 0.5 g 及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぽにとり、少量の水を加えて混ぜた後、乾燥する。次にこれを約 600 °C で強熱した後、希硝酸 20 mL に溶かし、ろ過する。残留物を水 15 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は、次の比較液より濃くない。

比較液: 炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし、ろ過する。残留物を水 15 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、硝酸銀試液 0.5 mL を加える。

(7) **フタル酸** 本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え、120 ~ 125 °C の油浴中で加熱し、水を蒸発した後、更に 90 分間加熱する。冷後、水 5 mL を加えて溶かす。この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液 (43 → 500) 10 mL を加えて振り混ぜた後、470 ~ 490 nm の光を照射するとき、発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない。

比較液: フタル酸水素カリウム 0.061 g を水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え、以下同様に操作する。

乾燥減量 1.5 % 以下 (2 g, 110 °C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1.5 g を精密に量り、300