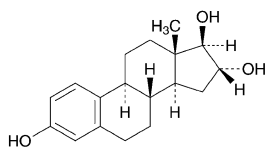


エストリオール

Estriol

C₁₈H₂₄O₃ : 288.38Estra-1, 3, 5(10)-triene-3, 16 α , 17 β -triol [50-27-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、エストリオール (C₁₈H₂₄O₃) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール (95) 又は 1,4-ジオキサンに溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をエタノール (95) 100 mL に加温して溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を水浴上で蒸発乾固し、これに *p*-フェノールスルホン酸ナトリウムのリン酸溶液 (1 → 50) 5 mL を加え、150 °C で 10 分間加熱し、冷却するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) (1) の試料溶液につき、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又はエストリオール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、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品を乾燥し、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又は乾燥したエストリオール標準品の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。

旋光度 [α]_D²⁰ : +54 ~ +62° (乾燥後, 0.04 g, 1,4-ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 281 ~ 286 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本品 0.040 g をエタノール (95) 10 mL に加温して溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) 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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル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/アセトン/酢酸 (100) 混液 (18 : 1 : 1 : 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。これに薄めた硫酸 (1 → 2) を均等に噴霧した後、105 °C で 15 分間加熱するとき、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, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びエストリオール標準品を乾燥し、その約 0.025 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 50 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、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 100 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 10 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エストリオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{エストリオール (C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{エストリオール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液 (1 → 1000)

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 280 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 : 25 °C 付近の一定温度

移動相 : 水/メタノール混液 (51 : 49)

流量 : エストリ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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エストリオール、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

エストリオール錠

Estriol Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するエストリオール (C₁₈H₂₄O₃ : 288.38) を含む。

製法 本品は「エストリオール」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「エストリオール」2 mg に対応する量を取り、エタノール (95) 20 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液につき、「エストリオール」の確認試験 (1) を準用する。

(2) (1) の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 279 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、水 5 mL を正確に加え、超音波を用いて粒子を小さく分散させた後、メタノール 15 mL を正確に加え、15 分間振り混ぜる。この液を 10 分間遠心分離し、上澄液一定量を正確に量り、1 mL 中にエストリオール (C₁₈H₂₄O₃) 約 5 μ g を含む液となるようにメタノールを加え、正確に一定量とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加え試料溶液とする。試料溶液 20 μ L につき、以下「エストリオール」の定量法を準用する。ただし、内標準溶液は安息香酸メチルのメタノール

ル溶液 (1 → 40000) とする。試料 10 個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき、その値と個々のピーク面積の比との偏差 (%) が 15 % 以内のときは適合とする。

また、偏差 (%) が 15 % を超え、25 % 以内のものが 1 個のときは、新たに試料 20 個をとって試験を行う。2 回の試験の合計 30 個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差 (%) を計算するとき、15 % を超え、25 % 以内のものが 1 個以下で、かつ 25 % を超えるものがないときは適合とする。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 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 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にエストリオール (C₁₈H₂₄O₃) 約 0.1 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にエストリオール標準品を 105 °C で 3 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 5 mL を正確に量り、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 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μL につき「エストリオール」の定量法の操作条件により試験を行い、エストリオールのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

本品の 30 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする。

エストリオール (C₁₈H₂₄O₃) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_s: エストリオール標準品の量 (mg)

C: 1 錠中のエストリオール (C₁₈H₂₄O₃) 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。エストリオール (C₁₈H₂₄O₃) 約 1 mg に対応する量を精密に量り、水 5 mL を正確に加え、超音波を用いて粒子を小さく分散させた後、メタノール 25 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液をとる。更にメタノール 25 mL を加え、同様の操作を 2 回繰り返し、上澄液を合わせ、内標準溶液 5 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。別にエストリオール標準品を 105 °C で 3 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 4 mL を正確に量り、内標準溶液 5 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。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、以下「エストリオール」の定量法を準用する。

エストリオール (C₁₈H₂₄O₃) の量 (mg)

$$= \text{エストリオール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{25}$$

内標準溶液 エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液 (1 → 5000)

貯法 容器 気密容器。

エストリオール水性懸濁注射液

Estriol Injection (Aqueous Suspension)

本品は水性の懸濁注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するエストリオール (C₁₈H₂₄O₃: 288.38) を含む。

製法 本品は「エストリオール」をとり、注射剤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

(1) 本品をよく振り混ぜ、表示量に従い「エストリオール」2 mg に対応する容量をとり、エタノール (95) を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、「エストリオール」の確認試験 (1) を準用する。

(2) (1) の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 279 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品をよく振り混ぜ、エストリオール (C₁₈H₂₄O₃) 約 5 mg に対応する容量を正確に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にエストリオール標準品を 105 °C で 3 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 4 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。以下「エストリオール」の定量法を準用する。

エストリオール (C₁₈H₂₄O₃) の量 (mg)

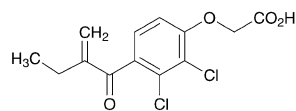
$$= \text{エストリオール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5}$$

内標準溶液 エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液 (1 → 5000)

貯法 容器 密封容器。

エタクリン酸

Etacrylic Acid



C₁₃H₁₂Cl₂O₄: 303.14

[2,3-Dichloro-4-(2-ethylacryloyl)phenoxy]acetic acid
[58-54-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、エタクリン酸 (C₁₃H₁₂Cl₂O₄) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール (95)、酢酸 (100) 又はジエチルエーテルに溶けやすく、水に極めて溶けにくい。