

確認試験

- (1) 本品 0.2 g を酢酸 (100) 10 mL に溶かし、この液 5 mL をとり、臭素試液 0.1 mL を加えるとき、試液の色は消える。また、残りの 5 mL に過マンガン酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき、試液の色は直ちにうすいだいだい色に変わる。
- (2) 本品 0.01 g に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、水浴中で 3 分間加熱する。冷後、クロモトローブ酸試液 1 mL を加えて水浴中で 10 分間加熱するとき、液は濃紫色を呈する。
- (3) 本品のメタノール溶液 (1 → 20000) 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。
- (4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 121 ~ 125 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 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)。
- (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。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 50) 10 mL を加えた後、過酸化水素 (30) 1.5 mL を加え、点火して燃焼させる (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.20 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 200 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 μL 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/酢酸エチル/酢酸 (100) 混液 (6 : 5 : 2) 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 0.25 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °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 0.1 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、酢酸 (100) 20 mL に溶かし、0.05 mol/L 臭素液 20 mL を正確に加える。これに塩酸 3 mL を加えて直ちに密栓し、振り混ぜた後、60 分間暗所に放置する。次に水 50 mL 及びヨウ化カリウム試液 15 mL を注意して加え、直ちに密栓してよく振り混ぜた後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 15.157 mg C₁₃H₁₂Cl₂O₄

貯法 容器 密閉容器。

エタクリン酸錠

Etacrynic Acid Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するエタクリン酸 (C₁₃H₁₂Cl₂O₄ : 303.14) を含む。

製法 本品は「エタクリン酸」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「エタクリン酸」0.3 g に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加え、ジクロロメタン 50 mL で抽出する。ジクロロメタン抽出液をろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、「エタクリン酸」の確認試験 (1), (2) 及び (4) を準用する。
- (2) (1) の残留物につき、メタノールを加えて溶かし、「エタクリン酸」のメタノール溶液 (1 → 20000) を調製する。この液につき、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 268 ~ 272 nm に吸収の極大を示す。

溶出試験 本品 1 個を取り、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 45 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、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用エタクリン酸を 60 °C で 2 時間減圧乾燥し、その約 0.055 g を精密に量り、メタノール 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 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 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 277 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする。

$$\text{エタクリン酸 (C}_{13}\text{H}_{12}\text{Cl}_2\text{O}_4\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ = W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s: 定量用エタクリン酸の量 (mg)C: 1 錠中のエタクリン酸 (C₁₃H₁₂Cl₂O₄) 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。エタクリン酸 (C₁₃H₁₂Cl₂O₄) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加え、ジクロロメタン 30 mL ずつで 3 回抽出する。ジクロロメタン抽出液は脱脂綿を用いてヨウ素瓶にろ過する。次にジクロロメタン少量で脱脂綿を洗い、洗液は先の抽出液と合わせる。この液を水浴上で空気を送りながら蒸発乾固し、残留物に酢酸 (100) 20 mL を加え、以下「エタクリン酸」の定量法を準用する。

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 15.157 mg C₁₃H₁₂Cl₂O₄

貯法 容器 密閉容器。