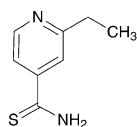


エチオナミド

Ethionamide

C₈H₁₀N₂S : 166.24

2-Ethylpyridine-4-carbothioamide [536-33-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、エチオナミド (C₈H₁₀N₂S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおい及び味がある。

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

本品は希塩酸又は希硫酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.1 g を混和し、その約 0.01 g を試験管にとり、小火炎を用いて数秒間加熱して融解する。冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 3 mL を加えるとき、液は赤色〜だいたい色を呈する。

(2) 本品 0.8 g を 100 mL のビーカーに入れ、水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、時々振り混ぜながら加熱して溶かすとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。更に、この液を 3 ~ 5 mL となるまで穏やかに煮沸し、冷後、酢酸 (100) 20 mL を徐々に加え、水浴上で加熱するとき、発生するガスは潤した酢酸鉛 (II) 紙を黒変する。更に、水浴上で送風しながら液量が 3 ~ 5 mL となるまで濃縮し、冷後、水 10 mL を加え、よくかき混ぜ、吸引ろ取し、速やかに水から再結晶し、デシケーター (減圧、シリカゲル) で 6 時間乾燥するとき、その融点は 233 ~ 237 °C (分解) である。

融点 161 ~ 165 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をエタノール (95) 30 mL に溶かすとき、液は黄色澄明である。

(2) 酸 本品 3.0 g にメタノール 30 mL を加え、加温して溶かし、更に水 90 mL を加え、氷水中で 1 時間放置し、ろ過する。ろ液 80 mL にクレゾールレッド試液 0.8 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(3) 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)。

(4) 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)。

(5) 類縁物質 本操作は、直射日光を避けて行う。本品 0.50 g をメタノール 20 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/メタノール混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 10 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 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 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 (指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液のだいたい赤色が暗だいたい褐色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.624 mg C₈H₁₀N₂S

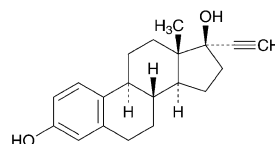
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

エチニルエストラジオール

Ethinylestradiol

C₂₀H₂₄O₂ : 296.40

17α-Ethinylestra-1,3,5(10)-triene-3,17β-diol [57-63-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、エチニルエストラジオール (C₂₀H₂₄O₂) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色〜微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはない。

本品はピリジン又はテトラヒドロフランに溶けやすく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 2 mg を硫酸/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 1 mL に溶かすとき、液は帯紫赤色を呈し、黄緑色の蛍光を発する。この液に注意して水 2 mL を加えるとき、液は赤紫色に変わる。

(2) 本品 0.02 g を共栓試験管にとり、水酸化カリウム溶液 (1 → 20) 10 mL に溶かし、塩化ベンゾイル 0.1 g を加えて振り混ぜ、生じた沈殿をろ取し、メタノールから再結晶し、デシケーター (減圧、酸化リン (V)) で乾燥するとき、その融点は 200 ~ 202 °C である。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-26 \sim -31^\circ$ (乾燥後, 0.1 g, ピリジン, 25 mL, 200 mm).

融点 $180 \sim 186^\circ\text{C}$ 又は $142 \sim 146^\circ\text{C}$.

純度試験 エストロン 本品 5 mg をエタノール (95) 0.5 mL に溶かし, 1,3-ジニトロベンゼン 0.05 g を加え, これに新たに製した希水酸化カリウム・エタノール試液 0.5 mL を加え, 暗所に 1 時間放置した後, 更にエタノール (95) 10 mL を加えるとき, 液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 本品を用いないで同様に操作して製する。

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 0.1 % 以下 (0.5 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, テトラヒドロフラン 40 mL に溶かし, 硝酸銀溶液 (1 → 20) 10 mL を加え, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法).

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 29.640 mg $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

エチニルエストラジオール錠

Ethinylestradiol Tablets

本品は定量するとき, 表示量の 90 ~ 110 % に対応するエチニルエストラジオール ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2$: 296.40) を含む。

製法 本品は「エチニルエストラジオール」をとり, 錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 定量法で得た試料溶液 5 mL を蒸発乾固し, 残留物を硫酸/エタノール (95) 混液 (2 : 1) 2 mL に溶かすとき, 液の色は淡赤色を呈し, 黄色の蛍光を発する。この液に注意して水 4 mL を加えるとき, 液の色は赤紫色に変わる。

(2) 定量法で得た試料溶液 10 mL をとり, これを蒸発乾固し, 残留物に酢酸 (31) 0.2 mL 及びリン酸 2 mL を加え, 水浴上で 5 分間加熱するとき, 液の色は紅色で, 黄緑色の蛍光を発する。

含量均一性試験 本品 1 個を分液漏斗にとり, 崩壊試験法の試験液第 2 液 10 mL を加え, 崩壊するまで振り混ぜた後, 希硫酸 10 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え, 5 分間激しく振り混ぜ, クロロホルム層を無水硫酸ナトリウム 5 g をおいたろ紙を通して三角フラスコ中へろ過する。水層は更にクロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し, 同様に操作して先のろ液に合わせる。これを水浴上で窒素を送風しながら穏やかに蒸発し, 残留物にメタノール 100 mL を正確に加えて溶かし, 必要ならば遠心分離する。上澄液 x mL を正確に量り, 1 mL 中にエチニルエストラジオール ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2$) 約 0.04 μg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とし, 試料溶液とする。別にエチニル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, 1 mL 中にエチニルエストラジオール ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2$) 約 0.04 μg を含む液となるように調製し, 標準溶液とする。共

栓試験管 T, S 及び B に硫酸・メタノール試液 4 mL ずつを正確に量り, 水冷した後, 試料溶液, 標準溶液及びメタノールをそれぞれ正確に 1 mL ずつ加えて直ちに振り混ぜ, 30°C の水浴中に 40 分間放置した後, 20°C の水浴中に 5 分間放置する。これらの液につき, 蛍光光度法により試験を行い, 励起の波長 460 nm, 蛍光の波長 493 nm における蛍光の強さ F_T , F_S 及び F_B を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{エチニルエストラジオール } (\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{エチニルエストラジオール標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{V}{2500} \times \frac{1}{x} \end{aligned}$$

定量法

(i) クロマトグラフ管 内径 25 mm, 長さ 300 mm の管を用い, 下部にはガラスウールを入れ, この上に無水硫酸ナトリウム 5 g を入れる。

(ii) クロマトグラフ柱 クロマトグラフ用ケイソウ土 5 g をとり, 200 mL のビーカーに入れ, これに 1 mol/L 塩酸試液 4 mL を加えてよくしみ込ませ, 均一になるまでよく混ぜる。これをクロマトグラフ管に少しずつ入れ, 60 ~ 80 mm の層になるように圧さく棒で適度にかたく詰める。

(iii) 標準溶液 エチニル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, クロロホルムに溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。

(iv) 試料 本品 20 個以上をとり, その質量を精密に量り, 粉末とする。エチニルエストラジオール ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2$) 約 0.5 mg に対応する量を精密に量り, 50 mL のビーカーに入れ, これに水 2 mL を加え, よく振り混ぜた後, 更にクロロホルム 3 mL を加えてよく振り混ぜる。これにクロマトグラフ用ケイソウ土 4 g を加え, 内容物が器壁に付かなくなるまでよく混ぜて試料とする。

(v) 操作法 試料は漏斗を用いてクロマトグラフ柱に加え, 適度にかたく詰める。ビーカーに付着した試料はクロマトグラフ用ケイソウ土 0.5 g を加えてよく混ぜた後, クロマトグラフ管に入れる。更に, ビーカー及び圧さく棒に付着した試料はガラスウールでぬぐいとり, クロマトグラフ管に入れる。これを圧さく棒で押し下げ, クロマトグラフ柱の上部から軽く押さえる。クロマトグラフ柱の高さは 110 ~ 130 mm にする。次にクロロホルム 70 mL を量り, クロマトグラフ管の内壁を洗った後, 残りをクロマトグラフ管に入れる。流出速度は 1 分間 0.8 mL 以下とし, 流出液を集める。流出が終わったらクロマトグラフ管の下部を少量のクロロホルムで洗い込み, 更にクロロホルムを加えて正確に 100 mL とし, 試料溶液とする。試料溶液及び標準溶液 6 mL ずつを正確に量り, それぞれを分液漏斗に入れ, これにイソオクタン 20 mL を加える。更に硫酸/メタノール混液 (7 : 3) 10 mL を正確に加え, 5 分間激しく振り混ぜた後, 暗所に 15 分間放置し, 遠心分離する。ここで得た呈色液につき, クロロホルム 6 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。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 540 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。