

ル溶液 ( $1 \rightarrow 40000$ ) 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  $\mu\text{m}$  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 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_3$ ) 約 0.1  $\mu\text{g}$  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  $105^\circ\text{C}$  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  $\mu\text{L}$  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 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_3$ ) 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 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_3$ ) 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 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_3$ ) 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  $105^\circ\text{C}$  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  $\mu\text{L}$  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 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_3$ ) 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 ( $1 \rightarrow 5000$ )

貯法 容器 密封容器。

## 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 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_3$  : 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 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_3$ ) 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  $105^\circ\text{C}$  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 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_3$ ) の量 (mg)

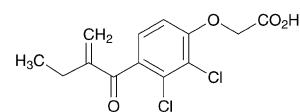
$$= \text{エストリオール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_t}{Q_s} \times \frac{1}{5}$$

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 ( $1 \rightarrow 5000$ )

貯法 容器 密封容器。

## エタクリン酸

Etacrynic Acid



$\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{Cl}_2\text{O}_4$  : 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

( $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{Cl}_2\text{O}_4$ ) 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、味はわざかに苦い。

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く。

## 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、クロモトロープ酸試液 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考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、液は無色透明である。
- (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。

$$0.05 \text{ mol/L 臭素液 } 1 \text{ mL} = 15.157 \text{ mg } C_{13}H_{12}Cl_2O_4$$

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( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ : 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 に対応する量をとり、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。

エタクリン酸( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ )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( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ )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( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ )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。

$$0.05 \text{ mol/L 臭素液 } 1 \text{ mL} = 15.157 \text{ mg } C_{13}H_{12}Cl_2O_4$$

貯法容器 密閉容器。