

は、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、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)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 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 5 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/エタノール (95) 混液 (5:1) 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, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 75 mL に溶かし、 $\frac{1}{60}$ mol/L 臭素酸カリウム液 25 mL を正確に加える。次に臭化カリウム 1.0 g 及び塩酸 12 mL を速やかに加え、直ちに密栓して時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、ヨウ化カリウム 1.6 g を加え、穏やかに振り混ぜ、正確に 5 分間放置し、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 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

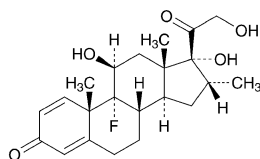
$$\frac{1}{60} \text{ mol/L 臭素酸カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 10.008 \text{ mg C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$$

貯法 容器 気密容器。

デキサメタゾン

Dexamethasone

デキサメサゾン



$\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_5$: 392.46

9-Fluoro-11 β , 17, 21-trihydroxy-16 α -methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione [50-02-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、デキサメタゾン ($\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_5$) 97.0 ~ 102.0 % 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、においはない。

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

融点: 約 245 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg をエタノール (95) 40 mL に溶かし、2、

6-ジ-*n*-ブチルクレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱するとき、液は緑色を呈する。

(2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応を呈する。

(4) 本品 1.0 mg をエタノール (95) 10 mL に溶かす。この液 2.0 mL に塩酸フェニルヒドラジニウム試液 10 mL を加え、振り混ぜた後、60 °C の水浴中で 20 分間加熱する。冷後、この液につき、エタノール (95) 2.0 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デキサメタゾン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。

(5) 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デキサメタゾン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。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びデキサメタゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +72 ~ +80 ° (乾燥後, 0.1 g, 1,4-ジオキサラン, 10 mL, 100 mm)。

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 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 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。次にジクロロメタン/メタノール混液 (45:4) 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 (0.2 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.2 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品及びデキサメタゾン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれを薄めたメタノール (1 → 2) 70 mL に溶かし、次に内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、薄めたメタノール (1 → 2) 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デキサメタゾンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

$$\begin{aligned} & \text{デキサメタゾン (C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_5) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{デキサメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 1000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μm 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/アセトニトリル混液 (2 : 1)

流量：デキサメタゾンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：パラオキシ安息香酸メチル 2 mg 及びパラオキシ安息香酸エチル 4 mg を薄めたメタノール (1 → 2) 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸メチル、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度が 5 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。

デキストラン 40

Dextran 40

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem (*Lactobacillaceae*) によるショ糖の発酵によって生産された多糖類を部分分解したもので、平均分子量は約 40000 である。

本品を乾燥したものは定量するとき、デキストラン 40 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の無晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はエタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水に徐々に溶解する。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 3000) 1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき、液は青緑色を呈し、徐々に暗青緑色に変わる。更に薄めた硫酸 (1 → 2) 1 mL 又は酢酸 (100) 1 mL を加えても液の色は変化しない。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える (0.018 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 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 1.5 g をとり、第 1 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 (1.3 ppm 以

下)。

(5) 窒素 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、窒素定量法によって試験を行うとき、窒素 (N : 14.01) の量は、0.010 % 以下である。ただし、分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし、加える水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) の量は 45 mL とする。

(6) 還元性物質 本品を乾燥し、その 3.00 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にブドウ糖を乾燥し、その 0.450 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 500 mL とし、比較液とする。試料溶液及び比較液それぞれ 5 mL ずつを正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。それぞれの液 5 mL を正確に量り、アルカリ銅試液 5 mL を正確に加え、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム溶液 (1 → 40) 1 mL 及び希硫酸 1.5 mL を加え、0.005 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 2 mL)。

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 6 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

粘度

(1) デキストラン 40 本品を乾燥し、その 0.2 ~ 0.5 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及び水につき、25 °C で粘度測定法第 1 法により試験を行うとき、極限粘度は 0.16 ~ 0.19 である。

(2) 高分子分画 本品を乾燥し、その約 6 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、フラスコに移し、25 ± 1 °C でかき混ぜながら、これに 7 ~ 10 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール (通例、80 ~ 90 mL) を徐々に加える。次に 35 °C の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後、25 ± 1 °C で 15 時間以上放置し、傾斜して上澄液を除き、下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する。残留物を乾燥し、乾燥物につき、(1) を準用して極限粘度を求めるとき、0.27 以下である。

(3) 低分子分画 本品を乾燥し、その約 6 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、フラスコに移し、25 ± 1 °C でかき混ぜながら、これに 90 ~ 93 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール (通例、115 ~ 135 mL) を徐々に加える。次に 25 °C で遠心分離し、上澄液を水浴上で蒸発乾固する。残留物を乾燥し、乾燥物につき、(1) を準用して極限粘度を求めるとき、0.09 以上である。

抗原性試験 本品 10.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とし、滅菌し、試料溶液とする。体重 250 ~ 300 g の栄養状態のよい健康なモルモット 4 匹を用い、第 1 日目及び第 3 日目、第 5 日目に試料溶液 1.0 mL ずつを腹腔内に注射する。別に対照として、同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する。第 15 日目に 2 匹、第 22 日目に残りの 2 匹に、試料溶液を注射したモルモットに対しては試料溶液 0.20 mL を静脈内に注射し、同様に馬血清を注射したモルモットに対しては馬血清 0.20 mL を静脈内に注射する。注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難、虚脱又は致死を観察するとき、試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない。