

は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.018 % 以下)。

(3) アンモニウム 本品 0.05 g をとり、共栓三角フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液 10 滴を加えてよく湿潤させ、栓をする。これを 37 °C で 15 分間放置するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(4) 重金属 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし、希塩酸 1.5 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加え 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 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 (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 4 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 20 mL 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 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 20 μL 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/エタノール (95) /酢酸 (100) 混液 (85 : 13 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 60 分間放置するとき、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, 減圧, シリカゲル, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

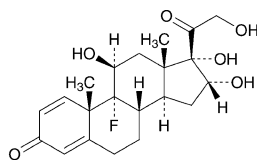
定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 20 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 20.526 \text{ mg } C_{21}H_{27}FO_6$$

貯法 容器 気密容器。

トリアムシノロン

Triamcinolone



$C_{21}H_{27}FO_6$: 394.43

9-Fluoro-11β, 16α, 17, 21-tetrahydroxypregna-1, 4-diene-3, 20-dione [124-94-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、トリアムシノロン ($C_{21}H_{27}FO_6$) 97.0 ~ 103.0 % 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 *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノール、エタノール (95) 又はアセトンに溶けにくく、水、

2-プロパノール又はエーテルにほとんど溶けない。

融点 : 約 264 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg をエタノール (95) 6 mL に溶かし、2,6-ジ-*t*-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 30 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.01 g に水 5 mL 及びフェーリング試液 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トリアムシノロ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、本品及びトリアムシノロン標準品のそれぞれ 0.1 g ずつに 2-プロパノール/水混液 (2 : 1) 7 mL を加え、加温して溶かす。これを氷冷し、析出する結晶をろ取し、水 10 mL で 2 回洗った後、乾燥したのものにつき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +65 ~ +71 ° (乾燥後, 0.1 g, *N,N*-ジメチルホルムアミド, 10 mL, 100 mm)。

純度試験 重金属 本品 0.5 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 1.5 mL を加える (30 ppm 以下)。

乾燥減量 2.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.3 % 以下 (0.5 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品及びトリアムシノロン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれを *L*-アスコルビン酸のメタノール溶液 (1 → 1000) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 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、*L*-アスコルビン酸のメタノール溶液 (1 → 1000) を加えて 20 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 μL 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高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{トリアムシノロン } (C_{21}H_{27}FO_6) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{トリアムシノロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチル 0.015 g を *L*-アスコルビン酸のメタノール溶液 (1 → 1000) に溶かし、100 mL とする。

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 254 nm)

カラム : 内径約 4 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 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 : 室温

移動相 : 水/アセトニトリル混液 (3 : 1)

流量：トリアムシノロンの保持時間が約 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、トリアムシノロン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

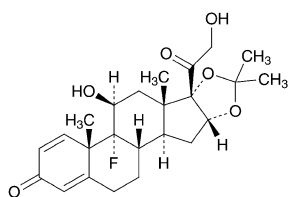
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

トリアムシノロンアセトニド

Triamcinolone Acetonide



$C_{24}H_{31}FO_6$: 434.50

9-Fluoro-11 β , 21-dihydroxy-16 α , 17-

isopropylidenedioxypregna-1, 4-diene-3, 20-dione [76-25-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、トリアムシノロンアセトニド ($C_{24}H_{31}FO_6$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノール (99.5)、アセトン又は 1,4-ジオキサソランにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール (95) 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。

融点：約 290 °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-*t*-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 に水 5 mL 及びフェーリング試液 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) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 \rightarrow 100000) 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トリアムシノロンアセトニド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トリアムシノロンアセトニド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長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、本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品のそれぞれ 0.1 g ずつにエタノール (95)

20 mL を加えて溶かした後、エタノールを蒸発し、乾燥したものにつき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +100 ~ +107° (乾燥後, 0.1 g, 1, 4-ジオキサソラン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 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 1.5 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本品 0.040 g をアセトン 4 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 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 20 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/メタノール混液 (93 : 7) 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 2.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品を乾燥し、その約 0.02 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 10 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 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 20 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高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{トリアムシノロンアセトニド (C}_{24}\text{H}_{31}\text{FO}_6\text{) の量 (mg)} \\ = \text{トリアムシノロンアセトニド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 プレドニゾロンのメタノール溶液 (1 \rightarrow 5000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：240 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に 10 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/アセトニトリル混液 (3 : 1)

流量：トリアムシノロンアセトニドの保持時間が約 13 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、トリアムシノロンアセトニドの順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。