

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、それぞれを酢酸エチルに溶かした後、酢酸エチルを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +81 ~ +89° (乾燥後, 0.2 g, クロロホルム, 20 mL, 100 mm).

純度試験 他のステロイド 本品 0.010 g をクロロホルム 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 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 (97:3) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、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 1.0 % 以下 (0.5 g, 105°C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g, 白金のつぼ)。

定量法 本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリル 50 mL に溶かし、次に内標準溶液 8 mL ずつを正確に加えた後、水を加えて 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 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面積に対するフルオシノニドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{フルオシノニド (C}_{26}\text{H}_{32}\text{F}_2\text{O}_7) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{フルオシノニド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液 (1 → 100)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 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: 40°C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル混液 (1:1)

流量: フルオシノニドの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

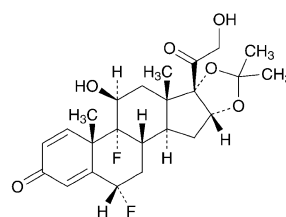
システムの性能: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルオシノニド、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 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面積に対するフルオシノニドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

フルオシノロンアセトニド

Fluocinolone Acetonide



C₂₄H₃₀F₂O₆: 452.49

6 α , 9-Difluoro-11 β , 21-dihydroxy-16 α , 17-

isopropylidenedioxypregna-1, 4-diene-3, 20-dione [67-73-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルオシノロンアセトニド (C₂₄H₃₀F₂O₆) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、おおいはない。

本品は酢酸 (100) 又はアセトンに溶けやすく、エタノール (95) 又はエタノール (99.5) にやや溶けやすく、メタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく、アセトニトリルに溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 266 ~ 274°C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし、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フルオ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、本品及びフルオシノロンアセトニド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 $[\alpha]_D^{20}$: +98 ~ +108° (乾燥後, 0.1 g, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

純度試験 他のステロイド 本品 0.015 g を移動相 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフルオシノロンアセトニド以外のピークの合計面積は、標準溶液のフルオシノロンアセトニドのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 °C 付近の一定温度

移動相：水飽和クロロホルム/メタノール/酢酸（100）混液（200：3：2）

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約 12 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルオシノロンアセトニドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 μ L から得たフルオシノロンアセトニドのピーク面積が，標準溶液のフルオシノロンアセトニドのピーク面積の 4 ~ 6 % になることを確認する。

システムの性能：本品及びトリウムシノロンアセトニド 0.015 g ずつを移動相 25 mL に溶かす。この液 5 mL に移動相を加えて 20 mL とする。この液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，トリウムシノロンアセトニド，フルオシノロンアセトニドの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フルオシノロンアセトニドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下（0.2 g，減圧，105 °C，3 時間）。

強熱残分 0.1 % 以下（0.2 g，白金のつぼ）。

定量法 本品及びフルオ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 40 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 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 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面積に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{フルオシノロンアセトニド (C}_{20}\text{H}_{10}\text{Na}_2\text{O}_6) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{フルオシノロンアセトニド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液（1 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 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：40 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約 20 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：パラオキシ安息香酸イソプロピル及び

パラオキシ安息香酸プロピル 5 mg ずつをアセトニトリル 50 mL に溶かし，更に水を加えて 100 mL とする。この液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 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面積に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

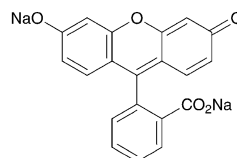
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

フルオレセインナトリウム

Fluorescein Sodium



C₂₀H₁₀Na₂O₆ : 376.27

Disodium 2-(6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)-benzoate [518-47-8]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，フルオレセインナトリウム（C₂₀H₁₀Na₂O₆）98.5 % 以上を含む。

性状 本品はだいたい色の粉末で，におい及び味はない。

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 → 100）は緑色の強い蛍光を発生し，この蛍光は多量の水を加えても消えないが，塩酸を加えて酸性にすると消え，次に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，蛍光は再び現れる。

（2）本品の水溶液（1 → 2000）1 滴をろ紙片に滴下するとき，黄色のはん点を生じる。このろ紙片を湿ったまま臭素蒸気中に 1 分間放置し，次にアンモニアガスに接触するとき，はん点は赤色を呈する。

（3）本品 0.5 g を強熱して炭化し，冷後，残留物に水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液は，ナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

（1）溶状 本品 1 g を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である。

（2）塩化物 本品 0.15 g を水 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 30 mL とし，ろ過する。ろ液 20 mL に希硝酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.355 % 以下）。