

フルラゼパムカプセル

Flurazepam Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93 ～ 107 % に対応するフルラゼパム ($C_{21}H_{23}ClFN_3O$: 387.88) を含む。

製法 本品は「フルラゼパム」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、粉末とする。表示量に従い「フルラゼパム」0.1 g に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えてかき混ぜた後、ろ過する。ろ液 40 mL をとり、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 250) 80 mL 及びヘキサソ 100 mL を加え、よく振り混ぜて抽出し、ヘキサソ層をとり、試料溶液とする。試料溶液 25 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物を硫酸 3 mL に溶かし、この液に紫外線を照射するとき、帯緑黄色の蛍光を発する。

(2) (1) の試料溶液 25 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物にクエン酸・酢酸試液 3 mL を加えて溶かし、水浴中で 4 分間加熱するとき、液は暗赤色を呈する。

(3) 定量法で得た試料溶液につき、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 315 ～ 319 nm に吸収の極大を示し、297 ～ 301 nm に吸収の極小を示す。

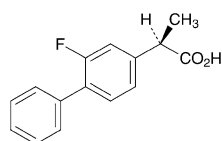
定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。フルラゼパム ($C_{21}H_{23}ClFN_3O$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、メタノール 30 mL を加え、10 分間よくかき混ぜた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 6 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用フルラゼパムを 60 °C で 2 時間減圧乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 6 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 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 317 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{フルラゼパム } (C_{21}H_{23}ClFN_3O) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{定量用フルラゼパムの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

フルルビプロフェン

Flurbiprofen



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{13}FO_2$: 244.26

(*RS*)-2-(2-Fluorobiphenyl-4-yl)propanoic acid
[5104-49-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルルビプロフェン ($C_{15}H_{13}FO_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに刺激性のにおいがある。

本品はメタノール、エタノール (95)、アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 50) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) 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。

(2) 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。

融点 114 ～ 117 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.6 g をアセトン 40 mL に溶かし、希硝酸 6 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。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にアセトン 40 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.015 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をアセトン 30 mL に溶かし、希酢酸 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。比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.020 g を水/アセトニトリル混液 (11 : 9) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (11 : 9) を加えて正確に 200 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、試料溶液のフルルビプロフェン以外のピークの各々のピーク面積は、標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積より大きくなく、それらのピークの合計面積は、標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

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，長さ約 15 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：30 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（12：7：1）

流量：フルルビプロフェンの保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：フルルビプロフェン 0.2 g 及び 2-(4-ビフェニル)プロピオン酸 1 mg を水/アセトニトリル混液（11：9）100 mL に溶かす。この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，2-(4-ビフェニル)プロピオン酸，フルルビプロフェンの順に溶出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

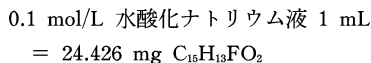
検出感度：標準溶液 20 μL から得たフルルビプロフェンのピーク高さが 5 ~ 15 mm になるように調整する。

面積測定範囲：フルルビプロフェンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.10 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，シリカゲル，4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g，白金るつぼ）。

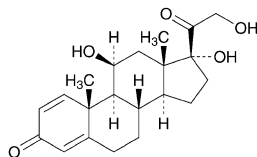
定量法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。同様の方法で空試験を行い，補正する。



貯法 容器 密閉容器。

プレドニゾロン

Prednisolone



$\text{C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_5$: 360.44

11 β , 17, 21-Trihydroxypregna-1, 4-diene-3, 20-dione

[50-24-8]

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロン（ $\text{C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_5$ ）97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，酢酸エチル又はクロロホルムに溶けにくく，水に極めて溶けにくい。

融点：約 235 °C（分解）。

確認試験

（1）本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，2 ~ 3 分後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない。この液に注意して，水 10 mL を加えるとき，液は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる。

（2）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プレドニゾ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，本品及びプレドニゾロン標準品をそれぞれ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 $[\alpha]_D^{20}$: +113 ~ +119°（乾燥後，0.2 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）。

純度試験

（1）セレン 本品 0.10 g に過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 2 mL を加え，水浴上で加熱する。褐色ガスの発生がなくなり，反応液が淡黄色澄明になった後，放冷する。冷後，この液に硝酸 4 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする。別にセレン標準液 3 mL を正確に量り，過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 6 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光度法により試験を行い，記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，それぞれ A_T 及び A_S とするとき， A_T は A_S より小さい（30 ppm 以下）。

ただし，本試験は水素化物発生装置及び加熱吸収セルを用いて行う。

ランプ：セレン中空陰極ランプ

波長：196.0 nm

原子化温度：電気加熱炉を用いる場合，約 1000 °C とする。

キャリアーガス：窒素又はアルゴン

（2）他のステロイド 本品 0.020 g にメタノール/クロロホルム混液（1：1）2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする。別にヒドロコルチゾン 0.020 g 及び酢酸プレドニゾロン 0.010 g をとり，それぞれをメタノール/クロロホルム混液（1：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）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，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 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。次にアセトン/トルエン/ジエチルアミン混液（55：45：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する（ただし，展開槽にろ紙を入れない）。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，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポットより濃くない。また，試料溶液には，主スポット，ヒドロコルチゾン及び酢酸プレドニゾロン以外のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0 % 以下（0.5 g，105 °C，3 時間）。