

ラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応(2)を呈する。

(3) 本品のエタノール(95)溶液(1→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フルオキシメステロ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と。

(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キシメステ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、本品及びフルオキシメステロン標準品をそれぞれエタノール(99.5)に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +104 \sim +112^\circ$ (乾燥後、0.1 g、エタノール(95)、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0.03 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。次にトルエン/エタノール(95)/酢酸エチル混液(3:1:1)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 1.0%以下(1 g, 105 °C, 3時間)。

強熱残分 0.2%以下(0.5 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品及びフルオキシメステロン標準品を乾燥し、その約0.025 gずつを精密に量り、それぞれを内標準溶液に溶かし、正確に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フルオキシメステロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{フルオキシメステロン} (\text{C}_{20}\text{H}_{28}\text{FO}_3) \text{の量 (mg)} \\ = \text{フルオキシメステロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 メチルプレドニゾロンのクロロホルム/メタノール混液(19:1)溶液(1→5000)

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30 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：25 °C付近の一定温度

移動相：塩化n-ブチル/水飽和塩化n-ブチル/テトラ

ヒドロフラン/メタノール/酢酸(100)混液(95:95:14:7:6)

流量：フルオキシメステロンの保持時間が約9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、上記の条件下操作するとき、フルオキシメステロン、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10 μ Lにつき、上記の条件下試験を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キシメステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である。

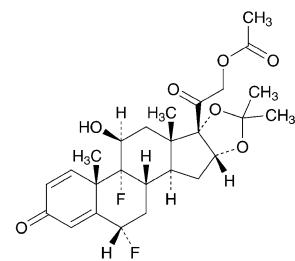
貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密閉容器。

フルオシノニド

Fluocinonide



$C_{26}H_{32}F_2O_7 : 494.52$

6 α ,9-Difluoro-11 β ,21-dihydroxy-16 α ,17-isopropylidenedioxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-acetate
[356-12-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルオシノニド($C_{26}H_{32}F_2O_7$)97.0~103.0%を含む。

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はクロロホルムにやや溶けにくく、アセトニトリル、メタノール、エタノール(95)又は酢酸エチルに溶けにくく、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。

確認試験

(1) 本品0.01 gに水4 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。

(2) 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。

(3) 本品のメタノール溶液(1→10000)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フルオシノ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。

(4) 本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し、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測定し、両者のスペクトルを比較するとき、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 $[\alpha]_D^{20} : +81 \sim +89^\circ$ (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 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/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, 白金るつぼ)。

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 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。

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

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 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：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

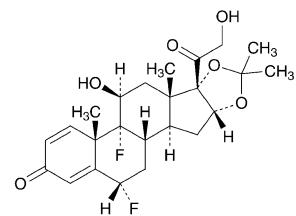
システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件下操作するとき、フルオシノニド、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件下試験を 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



$\text{C}_{24}\text{H}_{30}\text{F}_2\text{O}_6 : 452.49$

$6\alpha, 9$ -Difluoro- 11β , 21-dihydroxy- 16α , 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 ($\text{C}_{24}\text{H}_{30}\text{F}_2\text{O}_6$) 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、においはない。

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考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、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 $[\alpha]_D^{20} : +98 \sim +108^\circ$ (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 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。