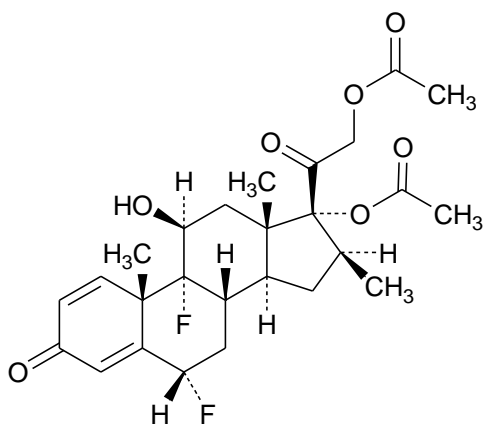


## 1 ジフロラゾン酢酸エステル

2 Diflorasone Diacetate

3 酢酸ジフロラゾン

4  $C_{26}H_{32}F_2O_7$  : 494.525 6 $\alpha$ ,9-Difluoro-11 $\beta$ ,17,21-trihydroxy-16 $\beta$ -methylpregna-1,4-diene-

6 3,20-dione 17,21-diacetate

7 [33564-31-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ジフロラゾン酢酸エステル( $C_{26}H_{32}F_2O_7$ ) 97.0~102.0 %を含む。9 **性状** 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はアセトニトリルにやや溶けやすく、エタノール

11 (99.5)に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

12 融点 約222 °C(分解)。

13 **確認試験**

14 (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の

15 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

16 本品の参照スペクトル又は乾燥したジフロラゾン酢酸エステル

17 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

18 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

19 (2) 本品10 mgをとり、薄めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム

20 液(1→40) 20 mLを吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法

21 (1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応 (1.09)を呈す

22 る。

23 **旋光度** (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +88~+93° (乾燥後, 0.1 g, アセト

24 ニトリル, 10 mL, 100 mm)。

25 **純度試験**

26 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0 gをとり、第2法により操作

27 し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.0 mLを加える(10

28 ppm以下)。

29 (2) 類縁物質 本品20 mgをアセトニトリル20 mLに溶

30 かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、アセト

31 ニトリルを加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試

32 料溶液及び標準溶液10  $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液

33 体クロマトグラフィー (2.01)により試験を行う。それぞれの

34 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、

35 試料溶液のジフロラゾン酢酸エステルに対する相対保持時

36 間約0.5, 約0.7, 約0.9及び約1.1のピーク面積は、それぞれ

37 標準溶液のジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積の1/4,

38 1/4, 1/2及び3/4より大きくなく、試料溶液のジフロラ

39 ン酢酸エステル及び上記以外のピークの合計面積は、標

40 準溶液のジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積の1/5よ

41 り大きくない。また、試料溶液のジフロラゾン酢酸エス

42 テル以外のピークの合計面積は、標準溶液のジフロラゾン

43 酢酸エステルのピーク面積の1.5倍より大きくない。

44 **試験条件**

45 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法

46 の試験条件を準用する。

47 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からジフロラゾン酢酸

48 エステルの保持時間の約1.4倍の範囲

49 **システム適合性**

50 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

51 検出の確認: 標準溶液2 mLを正確に量り, アセトニト

52 リルを加えて正確に20 mLとする。この液10  $\mu$ Lか

53 ら得たジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積が,

54 標準溶液のジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積

55 の7~13 %になることを確認する。

56 システムの再現性: 標準溶液10  $\mu$ Lにつき, 上記の条件

57 で試験を6回繰り返すとき, ジフロラゾン酢酸エス

58 テルのピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。

59 (3) 残留溶媒 別に規定する。

60 **乾燥減量** (2.41) 1.0 %以下(0.2 g, 減圧, 酸化リン(V),

61 60 °C, 4時間)。

62 **強熱残分** (2.44) 0.2 %以下(0.5 g, 白金のつぼ)。63 **定量法** 本品及びジフロラゾン酢酸エステル標準品を乾燥し,

64 その約20 mgずつを精密に量り, それぞれに内標準溶液4

65 mLずつを正確に加えた後, アセトニトリルを加えて20 mL

66 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

67 10  $\mu$ Lにつき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)に

68 より試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するジフロ

69 ラゾン酢酸エステルのピーク面積の比  $Q_T$ 及び  $Q_S$ を求める。70  $Q_T$ 及び  $Q_S$ を求める。71 **ジフロラゾン酢酸エステル( $C_{26}H_{32}F_2O_7$ )の量(mg)**72 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$
73  $M_S$ : ジフロラゾン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

74 内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル

75 溶液(1→1000)

76 **試験条件**

77 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)

78 カラム: 内径6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5  $\mu$ m

79 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

80 リカゲルを充填する。

81 カラム温度: 25 °C付近の一定温度

82 移動相: リン酸二水素カリウム6.8 gを水1000 mLに

83 溶かし, 薄めたリン酸(1→200)を加えてpH 4.0に

84 調整する。この液550 mLにアセトニトリル400 mL

85 及びテトラヒドロフラン100 mLを加える。

86 流量: ジフロラゾン酢酸エステルの保持時間が約15分

87 になるように調整する。

88 **システム適合性**89 システムの性能: 標準溶液10  $\mu$ Lにつき, 上記の条件で

90 操作するとき, 内標準物質, ジフロラゾン酢酸エス

91

92 テルの順に溶出し、その分離度は9以上である。  
93 システムの再現性：標準溶液10  $\mu\text{L}$ につき、上記の条件  
94 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
95 に対するジフロラゾン酢酸エステル<sup>(1)</sup>のピーク面積の比  
96 の相対標準偏差は1.0 %以下である。

97 貯法 容器 気密容器。

98 -----

99 **9. 01 標準品(1)の項に次を追加する。**

100 ジフロラゾン酢酸エステル標準品