

(2) 本品 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2～3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 2～3 滴を加えると、消える。

(3) 本品 0.01 g を水 5 mL に溶かし、pH 8.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL 及び硫酸銅(Ⅱ)・ピリジン試液 1 mL を加えて混和した後、クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

融点 271～275 °C

純度試験

(1) 酸 本品 0.5 g に水 75 mL、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.0 mL 及びメチルレッド試液 1 滴を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 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)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 3 mL に溶かし、メタノール 10 mL を加え、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 200 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(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/クロロホルム/メタノール/1-ブタノール/アンモニア水 (28) 混液 (3:3:2:2:1) 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。

(5) 硫酸呈色物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。液の色は薄めた色の比較液 A (1→5) より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.15 % 以下 (1 g)。

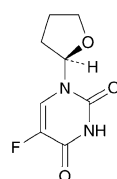
定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、水 100 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL を正確に加え、振り混ぜた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬:プロモチモールブルー試液 1 mL)。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 18.016 \text{ mg } C_7H_8FN_2O_3$$

貯法 容器 密閉容器。

テガフル

Tegafur



及び鏡像異性体

$C_8H_8FN_2O_3$: 200.17

5-Fluoro-1-[(*R,S*)-tetrahydrofuran-2-yl]pyrimidine-2,4-(1*H*,3*H*)-dione [I7902-23-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、テガフル ($C_8H_8FN_2O_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けやすく、水又はエタノール (95) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくい。

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 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(2)を呈する。

(2) 本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液 (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。

(3) 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。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品をメタノール/アセトン混液 (1:1) から再結晶し、結晶をろ取り、乾燥したのにつき同様の試験を行う。

融点 166～171 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.2 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.8 g に水 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、必要ならばろ過し、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。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.011 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g に水 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、必要ならばろ過し、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。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をるつぼにとり、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、750～850 °C で強熱して灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るとき

は、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 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 200 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 5 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/エタノール (95) 混液 (5:1) 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 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 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 0.15 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 75 mL に溶かし、 $\frac{1}{60}$ mol/L 臭素酸カリウム液 25 mL を正確に加える。次に臭化カリウム 1.0 g 及び塩酸 12 mL を速やかに加え、直ちに密栓して時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、ヨウ化カリウム 1.6 g を加え、穏やかに振り混ぜ、正確に 5 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

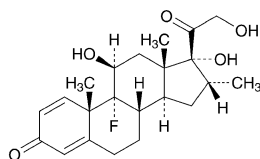
$$\frac{1}{60} \text{ mol/L 臭素酸カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 10.008 \text{ mg C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$$

貯法 容器 気密容器。

デキサメタゾン

Dexamethasone

デキサメサゾン



$\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_5$: 392.46

9-Fluoro-11 β , 17, 21-trihydroxy-16 α -methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione [50-02-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、デキサメタゾン ($\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_5$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、エタノール (95)、アセトン又は 1,4-ジオキサランにやや溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 245 °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-*n*-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 にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、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 1.0 mg をエタノール (95) 10 mL に溶かす。この液 2.0 mL に塩酸フェニルヒドラジニウム試液 10 mL を加え、振り混ぜた後、60 °C の水浴中で 20 分間加熱する。冷後、この液につき、エタノール (95) 2.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、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デキサメタゾ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。

(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デキサメタゾ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、本品及びデキサメタゾン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 $[\alpha]_D^{25}$: +72 ~ +80 ° (乾燥後, 0.1 g, 1,4-ジオキサラン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 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 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 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 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。次にジクロロメタン/メタノール混液 (45:4) を展開溶媒として約 15 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 0.5 % 以下 (0.2 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.2 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品及びデキサメタゾン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれを薄めたメタノール (1 → 2) 70 mL に溶かし、次に内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、薄めたメタノール (1 → 2) 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 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デキサメタゾンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。