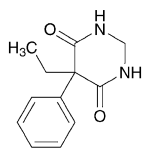


プリミドン

Primidone

C₁₂H₁₄N₂O₂ : 218.255-Ethylidihydro-5-phenylpyrimidine-4,6(1*H*,5*H*)-dione
[J25-33-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、プリミドン (C₁₂H₁₄N₂O₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末または粒で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、ピリジンにやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、水に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.5 g を薄めた硫酸 (1 → 2) 5 mL と加熱するとき、ホルムアルデヒド臭を発する。
- (2) 本品 0.2 g に無水炭酸ナトリウム 0.2 g を混ぜ、加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

融点 279 ~ 284 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.10 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 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 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (3) 2-エチル-2-フェニルマロンジアミド 本品 0.10 g をピリジン 2 mL に溶かし、内標準溶液 2 mL を正確に加え、更にピストリメチルシリルアセトアミド 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、100 °C で 5 分間加熱する。冷後、ピリジンを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別に 2-エチル-2-フェニルマロンジアミド 0.050 g をピリジンに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、以下本品と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件でガス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 2-エチル-2-フェニルマロンジアミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、 Q_T は Q_S より大きくない。

内標準溶液 ステアリルアルコールのピリジン溶液 (1 → 2000)

操作条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m のガラス管に、ガスクロマトグラフ用 50 % フェニルメチルシリコーンポリマーを 125 ~ 150 μm のガスクロマトグラ

フケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度 : 195 °C 付近の一定温度

キャリアーガス : 窒素

流量 : ステアリルアルコールの保持時間が 8 ~ 9 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、2-エチル-2-フェニルマロンジアミド、内標準物質の順に流出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びプリミドン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれに 20 mL のエタノール (95) を加え、加温して溶かす。冷後、エタノール (95) を加えて正確に 25 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につき、エタノール (95) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 257 nm 付近の吸収極大波長における吸光度 A_1 並びに波長 254 nm 及び 261 nm 付近の吸収極小波長における吸光度 A_2 及び A_3 を測定する。

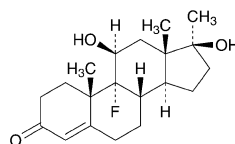
$$\begin{aligned} & \text{プリミドン (C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{プリミドン標準品の量 (mg)} \times \frac{(2A_1 - A_2 - A_3)_T}{(2A_1 - A_2 - A_3)_S} \end{aligned}$$

ただし、 $(2A_1 - A_2 - A_3)_T$ は試料溶液についての、 $(2A_1 - A_2 - A_3)_S$ は標準溶液についての値である。

貯法 容器 気密容器。

フルオキシメステロン

Fluoxymesterone

C₂₀H₂₉FO₃ : 336.449-Fluoro-11β,17β-dihydroxy-17-methylandrosta-4-en-3-one
[J76-43-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルオキシメステロン (C₂₀H₂₉FO₃) 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。

本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けにくく、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 5 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき、液は黄色を呈する。
- (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。

(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。

(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 ~ +112° (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 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 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。

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

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 μm 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、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 μL 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。

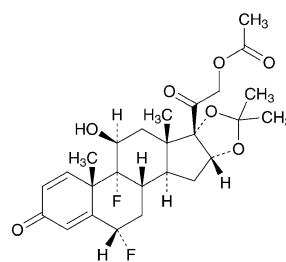
貯法

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。

(3) 本品のメタノール溶液(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