

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 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：30 °C 付近の一定温度

移動相：水飽和クロロホルム/メタノール/酢酸（100）混液（200：3：2）

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約 12 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルオシノロンアセトニドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 μ L から得たフルオシノロンアセトニドのピーク面積が，標準溶液のフルオシノロンアセトニドのピーク面積の 4 ~ 6 % になることを確認する。

システムの性能：本品及びトリウムシノロンアセトニド 0.015 g ずつを移動相 25 mL に溶かす。この液 5 mL に移動相を加えて 20 mL とする。この液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，トリウムシノロンアセトニド，フルオシノロンアセトニドの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フルオシノロンアセトニドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下（0.2 g，減圧，105 °C，3 時間）。

強熱残分 0.1 % 以下（0.2 g，白金のつぼ）。

定量法 本品及びフルオシノロンアセトニド標準品を乾燥し，その約 0.02 g ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 40 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 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 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シノロンアセトニドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{フルオシノロンアセトニド (C}_{20}\text{H}_{10}\text{Na}_2\text{O}_6) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{フルオシノロンアセトニド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液（1 → 2500）

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 μ m 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（7：3）

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約 20 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：パラオキシ安息香酸イソプロピル及び

パラオキシ安息香酸プロピル 5 mg ずつをアセトニトリル 50 mL に溶かし，更に水を加えて 100 mL とする。この液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L 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シノロンアセト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。

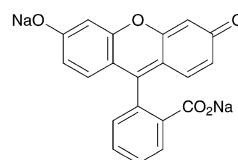
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

フルオレセインナトリウム

Fluorescein Sodium



C₂₀H₁₀Na₂O₆ : 376.27

Disodium 2-(6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)-benzoate [518-47-8]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，フルオレセインナトリウム（C₂₀H₁₀Na₂O₆）98.5 % 以上を含む。

性状 本品はだいたい色の粉末で，におい及び味はない。

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 → 100）は緑色の強い蛍光を発生し，この蛍光は多量の水を加えても消えないが，塩酸を加えて酸性にすると消え，次に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，蛍光は再び現れる。

（2）本品の水溶液（1 → 2000）1 滴をろ紙片に滴下するとき，黄色のはん点を生じる。このろ紙片を湿ったまま臭素蒸気中に 1 分間放置し，次にアンモニアガスに接触するとき，はん点は赤色を呈する。

（3）本品 0.5 g を強熱して炭化し，冷後，残留物に水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液は，ナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

（1）溶状 本品 1 g を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である。

（2）塩化物 本品 0.15 g を水 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 30 mL とし，ろ過する。ろ液 20 mL に希硝酸 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 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.355 % 以下）。

(3) 硫酸塩 本品 0.20 g を水 30 mL に溶かし、希塩酸 2.5 mL 及び水を加えて 40 mL とし、ろ過する。ろ液 20 mL に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.480 % 以下)。

(4) 亜鉛 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし、塩酸 2 mL を加えてろ過する。ろ液にヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき、液は直ちに混濁を生じない。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L 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/アンモニア水(28) (30 : 15 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾するとき、主スポット以外の着色スポットを認めない。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 恒量)。

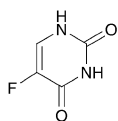
定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 20 mL に溶かし、希塩酸 5 mL を加え、2-メチル-1-プロパノール/クロロホルム混液 (1 : 1) 20 mL ずつで 4 回抽出する。各抽出液は毎回同じ水 10 mL で洗う。全抽出液を合わせ、水浴上で空気を送りながら、2-メチル-1-プロパノール及びクロロホルムを蒸発し、残留物をエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、水浴上で蒸発乾固し、105 °C で 1 時間乾燥し、質量を量り、フルオレセイン (C₂₀H₁₂O₅ : 332.31) の量とする。

$$\begin{aligned} & \text{フルオレセインナトリウム (C}_{20}\text{H}_{10}\text{Na}_2\text{O}_5) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{フルオレセイン (C}_{20}\text{H}_{12}\text{O}_5) \text{ の量 (mg)} \times 1.1323 \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

フルオロウラシル

Fluorouracil



C₄H₃FN₂O₂ : 130.08

5-Fluoropyrimidine-2,4(1H,3H)-dione [5I-2I-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルオロウラシル (C₄H₃FN₂O₂) 98.5 % 以上を含み、また、フッ素 (F : 19.00) 13.1 ~ 16.1 % 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 *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 : 約 282 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 500) 5 mL に臭素試液 0.2 mL を加えるとき、試液の色は消える。更に水酸化バリウム試液 2 mL を加えるとき、紫色の沈殿を生じる。

(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 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (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。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g を水 20 mL に加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) フッ化物 本品 0.10 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 10.0 mL に溶かす。この液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム(III)試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、更に水を加えて 20 mL とした後、1 時間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 5.0 mL を加え、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム(III)試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 5.0 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試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (0.012 % 以下)。

(3) 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 2.0 mL を加える (20 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 を水 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 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。次に酢酸エチル/アセトン/水混液 (7 : 4 : 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 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 80 °C, 4 時間)。