

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

#### 定量法

(1) フルオロウラシル 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 20 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (指示薬: チモールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴). ただし、滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする. 同様の方法で空試験を行い、補正する.

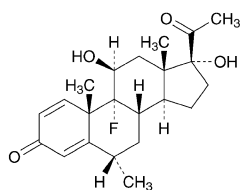
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL  
= 13.008 mg  $C_4H_9FN_2O_2$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 4 mg を精密に量り、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のフッ素の定量操作法により試験を行う.

貯法 容器 気密容器.

## フルオロメトロン

Fluorometholone



$C_{22}H_{29}FO_4$ : 376.46

9-Fluoro-11 $\beta$ , 17-dihydroxy-6 $\alpha$ -methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione [426-13-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルオロメトロン ( $C_{22}H_{29}FO_4$ ) 97.0 ~ 103.0 % を含む.

性状 本品は白色〜淡黄白色の結晶性の粉末で、においはない.

本品はピリジンに溶けやすく、メタノール、エタノール (99.5) 又はテトラヒドロフランに溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

#### 確認試験

(1) 本品 7 mg 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ロメト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、同一波長のところで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又は乾燥したフルオロメト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.

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$ : +52 ~ +60° (乾燥後, 0.1 g, ピリジン, 10 mL, 100 mm).

#### 純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 3 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).

(2) 他のステロイド 本品 0.020 g をテトラヒドロフラン 10 mL に溶かし、試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に 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 25  $\mu$ 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/アセトン/メタノール混液 (45:5:1) 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 (0.2 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C, 3 時間).

強熱残分 0.2 % 以下 (0.2 g, 白金のつぼ).

定量法 本品及びフルオロメトロン標準品を乾燥し、その約 0.10 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする. この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに薄めたメタノール (7 → 10) を加え、正確に 50 mL とする. この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、薄めたメタノール (7 → 10) 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  $\mu$ 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ロメトロンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める.

$$\begin{aligned} & \text{フルオロメトロン (C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_4\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{フルオロメトロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液 (1 → 10000)

#### 操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ 25 ~ 30 cm のステンレス管に 5  $\mu$ 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: 35 °C 付近の一定温度

移動相: 薄めたメタノール (7 → 10)

流量: フルオロメトロンの保持時間が約 8 分になるように調整する.

カラムの選定: 標準溶液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フルオロメトロン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる.

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 密閉容器.