

(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)。

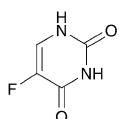
定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 20 mL に溶かし、希塩酸 5 mL を加え、2-メチル-1-プロパンオール/クロロホルム混液 (1 : 1) 20 mL ずつで 4 回抽出する。各抽出液は毎回同じ水 10 mL で洗う。全抽出液を合わせ、水浴上で空気を送りながら、2-メチル-1-プロパンオール及びクロロホルムを蒸発し、残留物をエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、水浴上で蒸発乾固し、105 °C で 1 時間乾燥し、質量を量り、フルオレセイン ($C_{20}H_{12}O_5$: 332.31) の量とする。

$$\text{フルオレセインナトリウム } (C_{20}H_{10}Na_2O_5) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{フルオレセイン } (C_{20}H_{12}O_5) \text{ の量 (mg)} \times 1.1323$$

貯 法 容 器 気密容器。

フルオロウラシル

Fluorouracil



$C_4H_3FN_2O_2$: 130.08

5-Fluoropyrimidine-2,4(1H,3H)-dione [51-21-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルオロウラシル ($C_4H_3FN_2O_2$) 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、液は無色透明である。

(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)。

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。

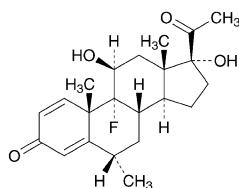
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 13.008 mg C₄H₉FN₂O₂

(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



C₂₂H₂₉FO₄ : 376.46

9-Fluoro-11 β , 17-dihydroxy-6 α -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 (C₂₂H₂₉FO₄) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性 状 本品は白色～淡黄白色的結晶性の粉末で、においはなない。

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 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, 白金るっぽ)。

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 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ロメトロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

フルオロメトロン (C₂₂H₂₉FO₄) の量 (mg)

$$= \text{フルオロメトロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

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 μm 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 分になるよう調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL 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。