

## 酢酸パラメタゾン錠 Paramethasone Acetate Tablets

**溶出試験** 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に酢酸パラメタゾン ( $C_{24}H_{31}FO_6$ ) 約 2.2 $\mu$ g を含む液となるように水を加えて正確に  $V'$ mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に酢酸パラメタゾン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、水 10mL を正確に加え、メタノールを加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液の酢酸パラメタゾンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

酢酸パラメタゾン( $C_{24}H_{31}FO_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9$$

$W_S$  : 酢酸パラメタゾン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の酢酸パラメタゾン( $C_{24}H_{31}FO_6$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm 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：40 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液(3：2)

流量：酢酸パラメタゾンの保持時間が約 10 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 50 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、酢酸パラメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき，酢酸パラメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
2mg	30 分	80%以上

**酢酸パラメタゾン標準品**  $C_{24}H_{31}FO_6$  : 434.50 6 -フルオロ-16 -メチルプレドニゾン 21-アセテートで，下記の規格に適合するもの．必要な場合には次に示す方法により精製する．

**精製法** 酢酸パラメタゾン 5g をアセトン 50mL 及びテトラヒドロフラン 15mL に溶かし，ろ過する．ろ液にヘキサン 150mL を加え 析出した結晶を減圧ろ取し，ジエチルエーテル 100mL で 2 回洗う．同様の操作を 1 回繰り返す，得られた結晶を 60 で 3 時間減圧乾燥する．結晶 2g を 4-メチル-2-ペンタノン 50mL に加温して溶かし，4-メチル-2-ペンタノンを減圧留去した後，105 で 4 時間乾燥する．

**性状** 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

#### 確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液(1 : 50000)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するとき，波長 241 ~ 243nm に吸収の極大を示す．
- (2) 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測定するとき，波数  $3400\text{cm}^{-1}$  ,  $1750\text{cm}^{-1}$  ,  $1730\text{cm}^{-1}$  ,  $1660\text{cm}^{-1}$  ,  $1620\text{cm}^{-1}$  ,  $1600\text{cm}^{-1}$  及び  $1230\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める．

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$  : +95.0 ~ +103.0 ° (乾燥後，0.1g，メタノール，10mL，100mm) ．

**類縁物質** 本品 0.025g を水/アセトニトリル混液(1 : 1)50mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液(1 : 1)を加えて正確に 100mL とし，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う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の酢酸パラメタゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液の酢酸パラメタゾンのピーク面積の 1/4 より大きくない．

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm 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：40 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/テトラヒドロフラン混液(14 : 3 : 3)

流量：酢酸パラメタゾンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後から酢酸パラメタゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10mL とする。この液 20 $\mu$ L から得た酢酸パラメタゾンのピーク面積が標準溶液の酢酸パラメタゾンのピーク面積の 10～30% になることを確認する。

システムの性能：酢酸パラメタゾン 0.02g を安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1 : 50)5mL に溶かし，水/アセトニトリル混液(1 : 1)を加えて 100mL とする。この液 20 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，酢酸パラメタゾン，安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，酢酸パラメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量 1.0% 以下(0.5g，105℃，4 時間)。

フッ素含量 本品を乾燥し，その約 0.015g を精密に量り，0.01mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5mL 及び水 20mL 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とき，フッ素(F：19.00)の量は，4.2～4.6% である。