

ほとんど溶けない。

#### 確認試験

(1) 本品 0.02 g をエタノール (95) 1 mL に溶かし、アルカリ性ヒドロキシルアミン試液 1 mL を加え、10 分間放置した後、塩酸・エタノール試液 1 mL 及び塩化鉄 (III) 試液 1 mL を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

(2) 本品 0.01 g に新たに製したバニリン・硫酸試液 10 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱して溶かすとき、液は赤紫色を呈する。

(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プロピオン酸ドロスタノ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、本品及びプロピオン酸ドロスタノロン標準品をそれぞれクロロホルムに溶かした後、クロロホルムを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$ : +22 ~ +28° (乾燥後, 0.2 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm).

融点 129 ~ 133 °C

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 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)。

(3) 他のステロイド 本品 0.05 g をクロロホルム 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 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  $\mu$ L ずつ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。次にヘプタン/酢酸エチル混液 (9:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これを再び同一溶媒で同様に展開した後、薄層板を風乾する。これにバニリン・硫酸試液を噴霧し、105 °C で 5 分間加熱するとき、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 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 50 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びプロピオン酸ドロスタノロン標準品を乾燥し、その約 0.025 g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えて溶かした後、クロロホルムを加えて 10 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 2  $\mu$ L 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プロピオン酸ドロスタノロンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{プロピオン酸ドロスタノロン (C}_{23}\text{H}_{36}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ = \text{プロピオン酸ドロスタノロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 コレステロールのクロロホルム溶液 (1 → 200)

#### 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 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  $\mu$ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 260 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: プロピオン酸ドロスタノ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 2  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、プロピオン酸ドロスタノロン、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。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## プロピオン酸ドロスタノロン注射液

Drostanolone Propionate Injection

ドロスタノロンプロピオン酸エステル注射液

プロピオン酸ドロモスタノロン注射液

本品は油性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するプロピオン酸ドロスタノロン (C<sub>23</sub>H<sub>36</sub>O<sub>3</sub>: 360.53) を含む。

製法 本品は「プロピオン酸ドロスタノロン」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の油液である。

確認試験 本品の表示量に従い「プロピオン酸ドロスタノロン」0.05 g に対応する容量をとり、薄めたメタノール (4 → 5) 20 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 5 mL をとり、水浴上で送風して蒸発乾固する。残留物をクロロホルム 2 mL に溶かし、試料溶液とする。別にプロピオン酸ドロスタノロン標準品 5 mg をクロロホルム 1 mL に溶かし、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 5  $\mu$ L ずつ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。次にヘプタン/酢酸エチル混液 (9:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し、105 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの色調及び  $R_f$  値は等しい。

#### 定量法

(i) クロマトグラフ管 内径約 20 mm, 長さ約 23 cm のガラス管を用い、下部には少量の脱脂綿を入れ、この上に海砂を 5 mm の高さまで入れる。

(ii) クロマトグラフ柱 4 % 含水中性アルミナ 10 g をとり、ヘキサン 15 ~ 20 mL を加えてよくし込みませ、軽く混ぜる。これをヘキサンを用いてクロマトグラフ管に洗い込み、液を流出させて充てんする。更にこの上に海砂を 5 mm の高さまで入れ、海砂面までヘキサンを浸した状態に

保っておく。

(iii) 標準溶液 プロピオン酸ドロスタノロン標準品をデシケーター(減圧, 酸化リン(V), 50°C)で2時間乾燥し, その約0.025 gを精密に量り, 内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かす。

(iv) 試料原液 本品のプロピオン酸ドロスタノロン(C<sub>28</sub>H<sub>36</sub>O<sub>3</sub>)約0.05 gに対応する容量を正確に量り, ヘキサンを加えて正確に20 mLとする。

(v) 操作法 試料原液5 mLを正確に量り, 準備したクロマトグラフ柱に入れ, 海砂面まで液を流出させる。次いでヘキサン5 mLずつでクロマトグラフ管の内壁を2回洗い, 同様にヘキサンを海砂面まで流出させた後, ヘキサン/酢酸エチル混液(50:1)を1分間に7~8 mLの速度で120 mL流出させ, 流出液は捨てる。次にヘキサン/酢酸エチル混液(20:1)を1分間に7~8 mLの速度で150 mL流出させ, 流出液を集める。流出が終わったクロマトグラフ管の下部を少量のヘキサンで洗い, 洗液は流出液と合わせ, 30°C以下で溶媒を留去する。残留物に内標準溶液5 mLを正確に加え, 試料溶液とする。試料溶液及び標準溶液2 µLにつき, 以下「プロピオン酸ドロスタノロン」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{プロピオン酸ドロスタノロン (C}_{28}\text{H}_{36}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{プロピオン酸ドロスタノロン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 \end{aligned}$$

内標準溶液 コレステロールのクロロホルム溶液(1→400)

#### 貯法

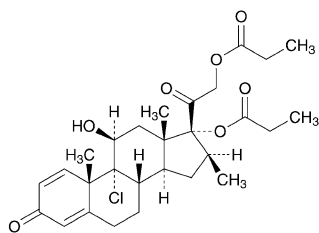
保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができない。

## プロピオン酸ベクロメタゾン

Beclometasone Dipropionate

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル



C<sub>28</sub>H<sub>37</sub>ClO<sub>7</sub>: 521.04

9-Chloro-11β, 17, 21-trihydroxy-16β-methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione 17, 21-dipropionate [5534-09-8]

本品を乾燥したものは定量するとき, プロピオン酸ベクロメタゾン(C<sub>28</sub>H<sub>37</sub>ClO<sub>7</sub>)97.0~103.0%を含む。

性状 本品は白色~微黄色の粉末で, においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, エタノール(95)又は1,4-ジオキサソリンにやや溶け

にくく, ジエチルエーテルに溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

融点: 約208°C(分解)。

#### 確認試験

(1) 本品2 mgを硫酸2 mLに溶かすとき, 液は初め帯黄色を呈し, 徐々にだいたい色を経て暗赤褐色に変わる。この液に注意して水10 mLを加えるとき, 液は帯青緑色に変わり, 綿状の沈殿を生じる。

(2) 本品0.01 gをメタノール1 mLに溶かし, フェーリング試液1 mLを加えて加熱するとき, 赤色~赤褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品0.02 gをとり, 水酸化ナトリウム試液1 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塩化物の定性反応を呈する。

(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プロピオン酸ベクロメタゾ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, 本品及びプロピオン酸ベクロメタゾン標準品をそれぞれエタノール(95)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  $[\alpha]_D^{20}$ : +88~+94°(乾燥後, 0.1 g, 1,4-ジオキサソリン, 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0.020 gをクロロホルム/メタノール混液(9:1)5 mLに溶かし, 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り, クロロホルム/メタノール混液(9:1)を加えて正確に50 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5 µLずつ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1, 2-ジクロロエタン/メタノール/水混液(475:25:1)を展開溶媒として約15 cm展開した後, 薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき, 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(0.5 g, 105°C, 3時間)。

強熱残分 0.1%以下(0.5 g)。

定量法 本品及びプロピオン酸ベクロメタゾン標準品を乾燥し, その約0.02 gずつを精密に量り, それぞれをメタノールに溶かし, 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, メタノールを加えて50 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プロピオン酸ベクロメタゾンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

$$\begin{aligned} & \text{プロピオン酸ベクロメタゾン (C}_{28}\text{H}_{37}\text{ClO}_7\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{プロピオン酸ベクロメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$