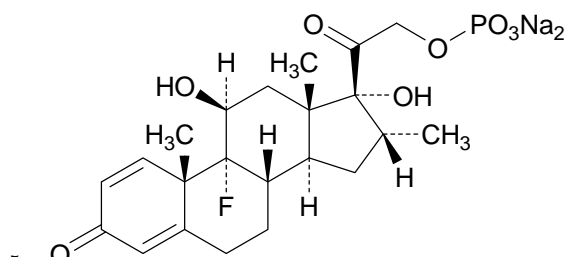


# 1 デキサメタゾンリン酸エステルナトリウム

2 ム

3 Dexamethasone Sodium Phosphate

4 リン酸デキサメタゾンナトリウム



6  $C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$  : 516.40

7 Disodium 9-fluoro-11 $\beta$ ,17,21-trihydroxy-16 $\alpha$ -methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-phosphate

9 [2392-39-4]

10 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱エタノール物に  
11 対し、デキサメタゾンリン酸エステルナトリウム  
12 ( $C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$ ) 97.0～102.0 %を含む。

13 **性状** 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

14 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エ  
15 タノール(99.5)に溶けにくい。

16 本品は吸湿性である。

## 17 確認試験

18 (1) 本品10 mgをとり、0.01 mol/L水酸化ナトリウム試  
19 液0.5 mL及び水20 mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ  
20 燃焼法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(1)  
21 (1.09)を呈する。

22 (2) 本品0.5 gを徐々に加熱して炭化する。冷後、少量の  
23 硫酸を加え、強熱し、灰化する。冷後、残留物を水5 mLに  
24 溶かし、必要ならば過する。この液はナトリウム塩の定性  
25 反応(1.09)及びリン酸塩の定性反応(2)(1.09)を呈する。

26 (3) 本品の水溶液(1→62500)につき、紫外可視吸光度測定  
27 法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
28 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
29 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

30 (4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペー  
31 スト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照ス  
32 ぺ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  
33 ころに同様の強度の吸収を認める。

34 **旋光度**(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +74～+82°(脱水及び脱エタノール  
35 物に換算したものの0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

36 **pH**(2.54) 本品0.10 gを水10 mLに溶かした液のpHは7.5～  
37 10.0である。

## 38 純度試験

39 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明で  
40 ある。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
41 により試験を行うとき、波長440 nmにおける吸光度は0.15  
42 以下である。

43 (2) 重金属(1.07) 本品1.0 gをとり、第2法により操作し、

44 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(20 ppm以  
45 下)。

46 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0 gをとり、第3法により検液を調  
47 製し、試験を行う(2 ppm以下)。

48 (4) 遊離リン酸 本品約0.25 gを精密に量り、水に溶かし、  
49 正確に100 mLとし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸  
50 標準液5 mLずつを正確に量り、それぞれに七モリブデン酸  
51 六アンモニウム・硫酸試液2.5 mL及び1-アミノ-2-ナフ  
52 トール-4-スルホン酸試液1 mLずつを加えて振り混ぜ、水  
53 を加えて正確に25 mLとし、20±1 °Cで30分間放置する。  
54 これらの液につき、水5 mLを用いて同様に操作して得た液  
55 を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
56 う。試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長  
57 740 nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定するとき、遊離リン  
58 酸の量は1.0 %以下である。

59 遊離リン酸( $H_3PO_4$ )の量(%) =  $1/M \times A_T/A_S \times 258.0$

60  $M$  : 脱水及び脱エタノール物に換算した本品の秤取量  
61 (mg)

62 (5) 類縁物質 本品20 mgをメタノール5 mLに溶かし、移  
63 動相Aを加えて50 mLとし、試料溶液とする。この液1 mL  
64 を正確に量り、移動相Aを加えて正確に100 mLとし、標準  
65 溶液とする。試料溶液及び標準溶液15  $\mu$ Lずつを正確にとり、  
66 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
67 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  
68 定するとき、試料溶液のデキサメタゾンリン酸エステル以外  
69 のピークの面積は、標準溶液のデキサメタゾンリン酸エステ  
70 ルのピーク面積の1/2より大きくない。また、試料溶液の  
71 デキサメタゾンリン酸エステル以外のピークの合計面積は、  
72 標準溶液のデキサメタゾンリン酸エステルのピーク面積の  
73 1.5倍より大きくない。

## 74 試験条件

75 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 242 nm)

76 カラム : 内径3.9 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5  
77  $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル  
78 化シリカゲルを充填する。

79 カラム温度 : 25 °C付近の一定温度

80 移動相A : リン酸二水素ナトリウム7.8 g及び1-ヘキサ  
81 ンスルホン酸ナトリウム1.88 gを水1900 mLに溶かし、  
82 リン酸を加えてpH 3.0に調整した後、水を加えて  
83 2000 mLとする。

84 移動相B : アセトニトリル

85 移動相の送液 : 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
86 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～8	88→80	12→20
8～15	80	20
15～30	80→60	20→40

87 流量 : 毎分1.0 mL

88 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からデキサメタゾンリ  
89 ン酸エステルの保持時間の約2.5倍の範囲  
90 システム適合性

91	検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，移動相Aを	143	し，その約50 mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に
92	加えて正確に10 mLとする．この液15 $\mu$ Lから得たデ	144	100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，移動相を加えて
93	キサメタゾンリン酸エステルのピーク面積が，標準溶	145	正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液
94	液のデキサメタゾンリン酸エステルのピーク面積の7	146	20 $\mu$ Lずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー
95	～13 %になることを確認する．	147	（2.01）により試験を行い，それぞれの液のデキサメタゾ
96	システムの性能：試料溶液15 $\mu$ Lにつき，上記の条件で	148	ンリン酸エステルのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する．
97	操作するとき，デキサメタゾンリン酸エステルのピー	149	デキサメタゾンリン酸エステルナトリウム( $C_{22}H_{28}FN_2O_8P$ )
98	クの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ	150	の量(mg)
99	10000段以上，2.0以下である．	151	$=M_S \times A_T / A_S \times 1.093$
100	システムの再現性：標準溶液15 $\mu$ Lにつき，上記の条件	152	$M_S$ ：デキサメタゾンリン酸エステル標準品の秤取量(mg)
101	で試験を6回繰り返すとき，デキサメタゾンリン酸エ	153	試験条件
102	ステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0 %以下であ	154	検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)
103	る．	155	カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5
104	(6) エタノール 本品約0.5 gを精密に量り，内標準溶液5	156	$\mu$ mの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シ
105	mLを正確に加えて溶かし，水を加えて10 mLとし，試料溶	157	リカゲルを充填する．
106	液とする．別にガスクロマトグラフィー用エタノール1 mL	158	カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度
107	を正確に量り，水を加えて正確に50 mLとする．この液4	159	移動相：トリエチルアミン7.5 mLを水900 mLに溶かし，
108	mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，水	160	リン酸を加えてpH 5.4に調整した後，水を加えて
109	を加えて10 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液	161	1000 mLとする．この液740 mLにメタノール260
110	3 $\mu$ Lにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー（2.02）に	162	mLを加える．
111	より試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に	163	流量：デキサメタゾンリン酸エステルの保持時間が約
112	対するエタノールのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求めるとき，	164	11分になるように調整する．
113	エタノールの量は3.0 %以下である．	165	システム適合性
114	エタノールの量(%)= $1/M \times Q_T / Q_S \times 8 \times 0.793$	166	システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件で
115	$M$ ：本品の秤取量(g)	167	操作するとき，デキサメタゾンリン酸エステルのピー
116	0.793：20 $^{\circ}$ Cにおけるガスクロマトグラフィー用エタノ	168	クの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ900
117	ールの密度(g/mL)	169	段以上，1.6以下である．
118	内標準溶液 2-プロパノール溶液(1 $\rightarrow$ 100)	170	システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件
119	試験条件	171	で試験を6回繰り返すとき，デキサメタゾンリン酸エ
120	検出器：水素炎イオン化検出器	172	ステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0 %以下であ
121	カラム：内径3 mm，長さ2 mのガラス管に149～177	173	る．
122	$\mu$ mのガスクロマトグラフィー用球状多孔性エチルジ	174	貯法 容器 気密容器．
123	ビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体を充填す	175	-----
124	る．	176	<b>9. 01 標準品の(1)の項に次を追加する．</b>
125	カラム温度：150 $^{\circ}$ C付近の一定温度	177	デキサメタゾンリン酸エステル標準品
126	試料気化室温度：150 $^{\circ}$ C付近の一定温度	178	<b>9. 42 クロマトグラフィー用担体・充填剤の項に次を追加する．</b>
127	キャリアーガス：窒素	179	球状多孔性エチルジビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合
128	流量：内標準物質の保持時間が約10分になるように調	180	体，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用
129	整する．	181	に製したもの．
130	システム適合性	182	
131	システムの性能：標準溶液3 $\mu$ Lにつき，上記の条件で	183	
132	操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，	184	
133	その分離度は2.0以上である．		
134	システムの再現性：標準溶液3 $\mu$ Lにつき，上記の条件		
135	で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積		
136	に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差		
137	は3.0 %以下である．		
138	水分（2.48） 12.0 %以下(0.2 g，容量滴定法，直接滴定)．		
139	定量法 本品約50 mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に		
140	100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，移動相を加えて		
141	正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にデキサメタゾンリ		
142	ン酸エステル標準品を40 $^{\circ}$ Cで3時間減圧(0.67 kPa以下)乾燥		