

1 **ブデソニド**

2 Budesonide

3 $C_{25}H_{34}O_6$: 430.534 16 α ,17-[(1*R*S)-Butyridenebis(oxy)]-11 β ,21-dihydroxypregna-1,4-

5 diene-3,20-dione

6 [51333-22-3]

7
8 本品は22位の不斉炭素原子におけるエピマーの混合物で
9 ある。10 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ブデソニド
11 ($C_{25}H_{34}O_6$) 98.0 ~ 102.0%を含む。12 **性状** 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。13 本品はメタノールにやや溶けやすく、アセトニトリル又は
14 エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。
15 旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +102 ~ +109° (0.25 g, メタノール,
16 25 mL, 100 mm)。

17 融点 : 約240°C(分解)。

18 **確認試験**19 (1) 本品のメタノール溶液(1→40000)につき、紫外可視
20 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品
21 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はブデソニド標準品
22 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、
23 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を
24 認める。25 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
26 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
27 品の参照スペクトル又はブデソニド標準品のスペクトルを比
28 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
29 強度の吸収を認める。30 **純度試験**

31 (1) 重金属 別に規定する。

32 (2) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて
33 行う。本品50 mgをアセトニトリル15 mLに溶かし、pH 3.2
34 のリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、試料溶液とする。試
35 料溶液20 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
36 (2.01) により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自
37 動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求
38 めるとき、ブデソニドの二つのピークのうち、先に溶出する
39 ピーク(エピマーB)に対する相対保持時間約0.1及び約0.95の
40 類縁物質A及び類縁物質Lのピークの量はそれぞれ0.2%以下、
41 相対保持時間約0.63及び約0.67の類縁物質Dのピークの量の
42 和、並びに相対保持時間約2.9及び約3.0の類縁物質Kのピー
43 クの量の和は、それぞれ0.2%以下であり、ブデソニド及び
44 上記以外のピークの量は0.1%以下である。また、ブデソニ
45 ド以外のピークの合計量は0.5%以下である。ただし、類縁
46 物質D及び類縁物質Kのピーク面積は自動積分法で求めた面
47 積にそれぞれ感度係数1.8及び1.3を乗じた値とする。

48

試験条件

49

検出器, カラム, カラム温度及び流量は定量法の試験条
50 件を準用する。

51

52 移動相A : pH 3.2のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラ
53 フィー用アセトニトリル/エタノール(99.5)混液
(34 : 16 : 1)

54

55 移動相B : pH 3.2のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラ
56 フィー用アセトニトリル混液(1 : 1)

57

移動相の送液 : 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
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 ~ 38	100	0
38 ~ 50	100 → 0	0 → 100
50 ~ 60	0	100

58

面積測定範囲 : 溶媒のピークの後から注入後60分まで
59 システム適合性

60

61 検出の確認 : 試料溶液1 mLを正確に量り, pH 3.2のリン
62 酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(17 : 8)を加えて
63 正確に10 mLとする。この液1 mLを正確に量り, pH
64 3.2のリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(17 : 8)を
65 加えて正確に100 mLとし, システム適合性試験用溶
66 液とする。システム適合性試験用溶液20 μ Lにつき,
67 上記の条件で操作するとき, ブデソニドの二つのピー
68 クのうち後に溶出するピーク(エピマーA)のSN比は10
69 以上である。

69

70 システムの性能 : システム適合性試験用溶液20 μ Lにつ
71 き, 上記の条件で操作するとき, ブデソニドの二つの
72 ピークの分離度は1.5以上である。

72

乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1 g, 105°C, 3時間)。

73

74 **異性体比** 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。定
75 量法の試料溶液20 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラ
76 フィー (2.01) により試験を行う。ブデソニドの二つのピー
77 クのうち、先に溶出するピーク面積 A_b 及び後に溶出するピ
78 ーク面積 A_a を測定するとき、 $A_a/(A_a + A_b)$ は0.40 ~ 0.51で
79 ある。

79

試験条件

80

定量法の試験条件を準用する。

81

システム適合性

82

システムの性能は定量法のシステムの性能を準用する。

83

84 **定量法** 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品
85 及びブデソニド標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量
86 (2.41)を測定しておく)約25 mgずつを精密に量り、それぞ
87 れをアセトニトリル15 mLに溶かし、pH 3.2のリン酸塩緩
88 衝液を加えて正確に50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とす
89 る。試料溶液及び標準溶液20 μ Lずつを正確にとり、次の条
90 件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、そ
91 れぞれの液のブデソニドの二つのピーク面積の和 A_T 及び A_S
92 を測定する。

92

ブデソニド($C_{25}H_{34}O_6$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S$

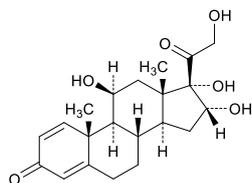
93

 M_S : 乾燥物に換算したブデソニド標準品の秤取量(mg)

94

試験条件

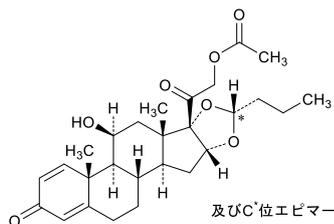
- 95 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240 nm)
 96 カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に3
 97 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 98 化シリカゲルを充填する。
 99 カラム温度：50°C付近の一定温度
 100 移動相：pH 3.2のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラ
 101 フィー用アセトニトリル/エタノール(99.5)混液
 102 (34：16：1)
 103 流量：毎分1.0 mL (ブデソニドの二つのピークの保持
 104 時間約17分及び約19分)
 105 システム適合性
 106 システムの性能：標準溶液20 μL につき，上記の条件で
 107 操作するとき，ブデソニドの二つのピークの間離度は
 108 1.5以上である。
 109 システムの再現性：標準溶液20 μL につき，上記の条件
 110 で試験を6回繰り返すとき，ブデソニドの二つのピー
 111 ーク面積の和の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 112 貯法
 113 保存条件 遮光して保存する。
 114 容器 気密容器。
- 115 その他
 116 類縁物質A：11 β ,16 α ,17,21-Tetrahydroypregna-1,4-diene-3,20-
 117 dione



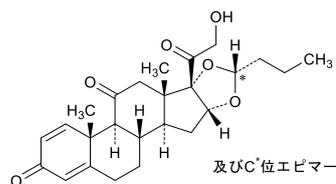
- 118
 119
 120 類縁物質D：16 α ,17-[(1*RS*)-Butylidenebis(oxy)]-11 β -hydroxy-
 121 3,20-dioxopregna-1,4-dien-21-al



- 122
 123
 124 類縁物質K：16 α ,17-[(1*RS*)-Butylidenebis(oxy)]-11 β ,21-
 125 dihydroypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-acetate



- 126
 127
 128 類縁物質L：16 α ,17-[(1*RS*)-Butylidenebis(oxy)]-21-
 129 hydroxypregna-1,4-diene-3,11,20-trione



130
 131

132 **9. 01 標準品(1)の項に次を追加する。**

133 ブデソニド標準品

134 **9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。**

135 リン酸塩緩衝液，pH 3.2 リン酸二水素ナトリウム二水和物
 136 溶液(1→250) 900 mLにリン酸溶液(1→400) 100 mLを加え，
 137 リン酸又は水酸化ナトリウム試液を加えてpH 3.2に調整す
 138 る。

139
 140