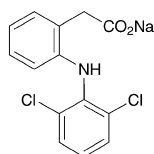


ジクロフェナクナトリウム

Diclofenac Sodium

C₁₄H₁₀Cl₂NNaO₂ : 318.13

Monosodium 2-(2,6-dichlorophenylamino)phenylacetate

[15307-79-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、ジクロフェナクナトリウム (C₁₄H₁₀Cl₂NNaO₂) 98.5 % 以上を含む。

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。

本品はメタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、水又は酢酸 (100) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1 → 250) 1 mL に硝酸 1 mL を加えるとき、液は暗赤色を呈する。
- (2) 本品 5 mg につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、淡緑色を呈する。
- (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を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところで同様の強度の吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液 (1 → 100) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.05 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、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、試料溶液から得たジクロフェナクのピーク以外のピークの各々のピーク面積は、標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：240 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 7 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：40 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸 (100) (3 → 2500) 混液 (4 : 3)

流量：ジクロフェナクの保持時間が約 20 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジクロフェナクの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル 0.035 g 及びパラオキシ安息香酸プロピル 0.05 g を移動相 100 mL に溶かし、この液 1 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸エチル、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジクロフェナク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 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 40 mL に溶かし、希塩酸 2 mL を加え、生じた沈殿をクロロホルム 50 mL で抽出する。更にクロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し、抽出液は毎回クロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過する。分液漏斗の先端及び脱脂綿はクロロホルム 15 mL で洗い、洗液は抽出液に合わせ、1 mol/L 塩酸試液のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100) 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で第一当量点から第二当量点まで滴定する (電位差滴定法)。

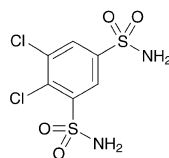
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 31.813 \text{ mg C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$$

貯法 容器 気密容器。

ジクロフェナミド

Diclofenamide

ジクロルフェナミド

C₈H₆Cl₂N₂O₄S₂ : 305.16

4,5-Dichlorobenzene-1,3-disulfonamide [120-97-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、ジクロフェナミド (C₈H₆Cl₂N₂O₄S₂) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は N,N-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。