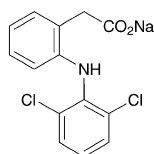


ジクロフェナクナトリウム

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)。

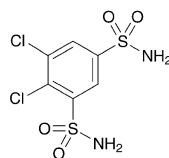
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 31.813 \text{ mg C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$$

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。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす。この液 10 mL に塩酸 0.1 mL を加えた液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロフェナミド標準品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、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、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ジクロフェナミド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。

融点 237 ~ 240 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.10 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL, *N,N*-ジメチルホルムアミド 10 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.160 % 以下)。

(2) セレン 本品 0.10 g に過塩素酸/硫酸混液 (1 : 1) 0.5 mL 及び硝酸 2 mL を加え、水浴上で加熱する。褐色ガスの発生がなくなり、反応液が淡黄色澄明になった後、放冷する。冷後、この液に硝酸 4 mL を加えた後、更に水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にセレン標準液 3 mL を正確に量り、過塩素酸/硫酸混液 (1 : 1) 0.5 mL 及び硝酸 6 mL を加えた後、更に水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行い、記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し、それぞれ A_T 及び A_S とするとき、 A_T は A_S より小さい (30 ppm 以下)。

ただし、本試験は水素化物発生装置及び加熱吸収セルを用いて行う。

ランプ：セレン中空陰極ランプ

波長：196.0 nm

原子化温度：電気加熱炉を用いる場合、約 1000 °C とする。

キャリアーガス：窒素又はアルゴン

(3) 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)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 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 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ 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、試料溶液のジクロフェナミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のジクロフェナミドのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラム

の選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たジクロフェナミドのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：ジクロフェナミドの保持時間の約 5 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 100 °C, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びジクロフェナミド標準品を乾燥し、その約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相 30 mL に溶かし、次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、移動相を加えて 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 10 μ 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い、内標準物質のピーク面積に対するジクロフェナミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ジクロフェナミド (C}_6\text{H}_6\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{ジクロフェナミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液：パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液 (3 → 5000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μ 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：25 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸ナトリウム試液/アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量：ジクロフェナミドの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ジクロフェナミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 9 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

ジクロフェナミド錠

Diclofenamide Tablets

ジクロフェナミド錠

本品は定量するとき、表示量の 92 ~ 108 % に対応するジクロフェナミド (C₆H₆Cl₂N₂O₄S₂ : 305.16) を含む。

製法 本品は「ジクロフェナミド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ジクロフェナミド」0.2 g に対応する量を取り、メタノール 20 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物 0.01 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす。この液 10 mL に塩酸試液 0.1 mL を加えた液につき、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 284 ~ 288 nm 及び 293 ~ 297 nm に吸収の極大を示す。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶