

出試験法第 2 法により毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にジクロフェナミド標準品を 100 $^{\circ}\text{C}$ 、減圧・0.67 kPa 以下で 5 時間乾燥し、その約 0.055 g を精密に量り、エタノール (95) 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{ジクロフェナミド (C}_6\text{H}_6\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2\text{)} \\ & \text{の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90 \end{aligned}$$

W_s : ジクロフェナミド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のジクロフェナミド (C₆H₆Cl₂N₂O₄S₂) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ジクロフェナミド (C₆H₆Cl₂N₂O₄S₂) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、移動相 25 mL を正確に加え、15 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別にジクロフェナミド標準品を 100 $^{\circ}\text{C}$ 、減圧・0.67 kPa 以下で 5 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、移動相 30 mL に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。以下「ジクロフェナミド」の定量法を準用する。

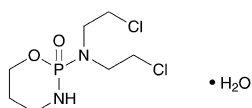
$$\begin{aligned} & \text{ジクロフェナミド (C}_6\text{H}_6\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{ジクロフェナミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液 (3 \rightarrow 5000)

貯法 容器 密閉容器。

シクロホスファミド

Cyclophosphamide



C₇H₁₆Cl₂N₂O₂P · H₂O : 279.10

N,N-Bis(2-chloroethyl)tetrahydro-2*H*-1,3,2-oxazaphosphorin-2-amine 2-oxide monohydrate
[6055-19-2]

本品は定量するとき、シクロホスファミド (C₇H₁₆Cl₂N₂O₂P · H₂O) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはな

い。

本品は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、エタノール (95)、無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、水又はジエチルエーテルにやや溶けやすい。

融点 : 45 ~ 53 $^{\circ}\text{C}$

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし、硝酸銀試液 5 mL を加えるとき、沈殿を生じない。この液を煮沸するとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸を加えても溶けない。また、他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき、溶ける。

(2) 本品 0.02 g に薄めた硫酸 (1 \rightarrow 25) 1 mL を加え、白煙を生じるまで加熱する、冷後、水 5 mL を加えて振り混ぜ、アンモニア試液で中和した後、希硝酸を加えて酸性とする。この液はリン酸塩の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.40 g をとり、20 $^{\circ}\text{C}$ 以下で試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 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)。

水分 5.5 ~ 7.0 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、塩化水素・エタノール試液 15 mL を加え、還流冷却器を付け、吸湿を防ぎながら、水浴中で 3.5 時間加熱した後、エタノールを減圧で除去する。残留物を無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 40 mL に溶かし、直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定する (指示薬 : クリスタルバイオレット試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L 過塩素酸} \cdot 1,4\text{-ジオキサン液 } 1 \text{ mL} \\ & = 13.955 \text{ mg C}_7\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2\text{P} \cdot \text{H}_2\text{O} \end{aligned}$$

貯法

保存条件 30 $^{\circ}\text{C}$ 以下で保存する。

容器 気密容器。