

ブスルファン 10mg/g 散

溶出試験 本品の表示量に従いブスルファン ($C_6H_{14}O_6S_2$) 約 2mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 30mL 以上をとり、孔径 $0.45 \mu m$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 20mL を除き、次のろ液 10mL を正確に量り、アセトニトリル 2mL 及び酢酸エチル 20mL を正確に加える。この液に、*N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液 (3 → 25) 2mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、酢酸エチル層 10mL を正確に量り、窒素気流下で蒸発乾固し、残留物に移動相 2mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にブスルファン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として $60^\circ C$ で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.02g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、水 10mL 及び酢酸エチル 20mL を正確に加える。この液に、*N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液 (3 → 25) 2mL を加えて 10 分間振り混ぜる。以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $100 \mu L$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、ブスルファンの *N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸誘導体のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

ブスルファン ($C_6H_{14}O_6S_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : ブスルファン標準品の量 (mg)

W_T : ブスルファン散の秤取量 (g)

C : 1g 中のブスルファン ($C_6H_{14}O_6S_2$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254nm)

カラム: 内径約 4mm, 長さ約 15cm のステンレス管に $5 \mu m$ 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: $30^\circ C$ 付近の一定温度

移動相: メタノール/水混液 (4:1)

流量: ブスルファンの *N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸誘導体の保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 $100 \mu L$ につき、上記の条件で操作するとき、ブスルファンの *N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸誘導体のピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 4000 以上のものを用いる。

試験の再現性: 標準溶液 $100 \mu L$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ブスルファンの *N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸誘導体のピーク面積の相対標準偏差は

2.0 %以下である.

ブスルファン標準品　ブスルファン（日局）. ただし, 乾燥したものを定量するとき,
ブスルファン ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6\text{S}_2$) 99.0%以上を含むもの.