

ジアフェニルスルホン錠 Diaphenylsulfone Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にジアフェニルスルホン($C_{12}H_{12}N_2O_2S$)約 5.6 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする。別にジアフェニルスルホン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.028 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 291nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ジアフェニルスルホン($C_{12}H_{12}N_2O_2S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S : ジアフェニルスルホン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のジアフェニルスルホン($C_{12}H_{12}N_2O_2S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	30 分	75%以上

ジアフェニルスルホン標準品 $C_{12}H_{12}N_2O_2S$: 248.30 4,4'-ジアミノジフェニルスルホンで，下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 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うとき，波数 3460 cm^{-1} ,3240 cm^{-1} ,1631 cm^{-1} ,1590 cm^{-1} ,1278 cm^{-1} ,1105 cm^{-1} , 828 cm^{-1} 及び 540 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 175～179

類縁物質 本品 0.020g をアセトニトリル 25mL に溶かし，試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20mL とする。更にこの液 1mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 25mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 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，試料溶液のジアフェニルスルホン以外のピークの合計面積は，標準溶液のジアフェニルスルホンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 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 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36g を水に溶かし 1000mL とした液に，水酸化カリウム試液を加え，pH6.5 に調整する．この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える．

流量：ジアフェニルスルホンの保持時間が約 6 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アフェニルスルホンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 25mL とする．この液 5 μ L から得たジアフェニルスルホンのピーク面積が標準溶液のジアフェニルスルホンのピーク面積の 10～30%になることを確認する．

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸メチル 0.02g ずつをアセトニトリルに溶かし，25mL とする．この液 1mL を量り，アセトニトリルを加えて 100mL とする．この液 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ジアフェニルスルホン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジアフェニルスルホン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 1.0%以下(1g，105 $^{\circ}$ C，4 時間)．

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.25g を精密に量り，塩酸 10mL，水 40mL 及び臭化カリウム溶液(3 \rightarrow 10)10mL に溶かし，15 $^{\circ}$ C 以下に冷却した後，0.1mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1mL = 12.415mg C₁₂H₁₂N₂O₂S