

シタラビンオクホスファート 50mg カプセル

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 50 回転で試験（シンカーを用いる）を行う。溶出試験を開始し、15 分後、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 10mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にシタラビンオクホスファート無水物 ($C_{27}H_{49}N_3NaO_8P$) 約 28 μ g を含む液となるように水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にシタラビンオクホスファート標準品（別途「シタラビンオクホスファート標準品」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 0.028 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL 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 275nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

シタラビンオクホスファート無水物 ($C_{27}H_{49}N_3NaO_8P$) の表示量に対する
溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times 2 \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : 乾燥物に換算したシタラビンオクホスファート標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のシタラビンオクホスファート無水物 ($C_{27}H_{49}N_3NaO_8P$) の
表示量 (mg)

シタラビンオクホスファート標準品 $C_{27}H_{49}N_3NaO_8P \cdot H_2O$: 615.67 4-amino-1- β -D-arabinofuranosyl-2(1*H*)-pyrimidinone 5'-(sodium octadecyl phosphate) monohydrate で、次に示す方法で精製したもので、下記に適合するものを用いる。

精製法 シタラビンオクホスファート 100 g にメタノール 1000m L を加え、加温して溶かし、必要ならばろ過する。これにクロロホルム 1000m L を加えて混和し、室温まで冷却した後、更に 5°C で 15 時間放置し、析出した結晶をろ取する。この結晶を水 300m L に溶かした後、5 倍量のエタノール (95) を加え、約 40°C に加温しながらかき混ぜ、結晶を析出させ、冷却後、これをろ取し、少量のエタノール (95) で洗浄した後、75°C で 3 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白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 臭化カリウム錠剤法に

より測定するとき、波数 2930cm^{-1} , 1638cm^{-1} , 1490cm^{-1} , 1218cm^{-1} , 及び 1089cm^{-1} 付近に吸収を認める.

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ $+75\sim+79^\circ$ (乾燥物に換算したもの 0.2g , 希水酸化ナトリウム試液, 20mL , 100mm)

pH 本品 0.5g を, 新たに煮沸し冷却した水 25mL に溶かした液の pH は $10.2\sim10.7$ である.

類縁物質 本品 0.2g を水 5mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 2mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200mL とし, 更にこの液 2mL を正確に量り, 水を加えて正確に 20mL とし, 標準溶液とする. これらの液につき, 日本薬局方 一般試験法 薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 $5\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする. 次に 1-ブタノール/エタノール(95)/酢酸アンモニウム溶液(1→13)混液(6:4:3)を展開溶媒として約 10cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線(主波長 254nm)を照射するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量 $2.5\sim4.0\%$ (0.5g , 減圧, 五酸化リン, 120°C , 4 時間)

含量 $99.5\sim100.5\%$ (乾燥物換算)

本品約 1g を精密に量り, 水 100mL に溶かし, 約 40°C に加温した後, 1mol/L 塩酸試液 5mL を正確に加え, 更に 40°C で 30 分間かき混ぜた後, 析出した結晶をろ取する. この結晶に 40°C に加温した水 40mL を加えてよくかき混ぜた後, ろ過する. 同様の操作で更に 2 回結晶を洗う. ろ液と洗液を合わせ, 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴). 同様の方法で空試験を行う.

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 $1\text{mL}=59.77\text{mg}$ ($\text{C}_{27}\text{H}_{49}\text{N}_3\text{NaO}_8\text{P}$)

シタラビンオクホスファート 100mg カプセル

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 50 回転で試験（シンカーを用いる）を行う。溶出試験を開始し、15 分後、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 5mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にシタラビンオクホスファート無水物 ($C_{27}H_{49}N_3NaO_8P$) 約 28 μ g を含む液となるように水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にシタラビンオクホスファート標準品（別途「シタラビンオクホスファート標準品」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 0.028 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL 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 275nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

シタラビンオクホスファート無水物 ($C_{27}H_{49}N_3NaO_8P$) の表示量に対する
溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times 4 \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : 乾燥物に換算したシタラビンオクホスファート標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のシタラビンオクホスファート無水物 ($C_{27}H_{49}N_3NaO_8P$) の
表示量 (mg)

シタラビンオクホスファート標準品 $C_{27}H_{49}N_3NaO_8P \cdot H_2O$: 615.67 4-amino-1- β -D-arabinofuranosyl-2(1*H*)-pyrimidinone 5'-(sodium octadecyl phosphate) monohydrate で、次に示す方法で精製したもので、下記に適合するものを用いる。

精製法 シタラビンオクホスファート 100 g にメタノール 1000m L を加え、加温して溶かし、必要ならばろ過する。これにクロロホルム 1000m L を加えて混和し、室温まで冷却した後、更に 5°C で 15 時間放置し、析出した結晶をろ取する。この結晶を水 300m L に溶かした後、5 倍量のエタノール (95) を加え、約 40°C に加温しながらかき混ぜ、結晶を析出させ、冷却後、これをろ取し、少量のエタノール (95) で洗浄した後、75°C で 3 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白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 臭化カリウム錠剤法に

より測定するとき、波数 2930cm^{-1} , 1638cm^{-1} , 1490cm^{-1} , 1218cm^{-1} , 及び 1089cm^{-1} 付近に吸収を認める.

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ $+75\sim+79^\circ$ (乾燥物に換算したもの 0.2g , 希水酸化ナトリウム試液, 20mL , 100mm)

pH 本品 0.5g を, 新たに煮沸し冷却した水 25mL に溶かした液の pH は $10.2\sim10.7$ である.

類縁物質 本品 0.2g を水 5mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 2mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200mL とし, 更にこの液 2mL を正確に量り, 水を加えて正確に 20mL とし, 標準溶液とする. これらの液につき, 日本薬局方 一般試験法 薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 $5\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする. 次に 1-ブタノール/エタノール(95)/酢酸アンモニウム溶液(1→13)混液(6:4:3)を展開溶媒として約 10cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線(主波長 254nm)を照射するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量 $2.5\sim4.0\%$ (0.5g , 減圧, 五酸化リン, 120°C , 4 時間)

含量 $99.5\sim100.5\%$ (乾燥物換算)

本品約 1g を精密に量り, 水 100mL に溶かし, 約 40°C に加温した後, 1mol/L 塩酸試液 5mL を正確に加え, 更に 40°C で 30 分間かき混ぜた後, 析出した結晶をろ取する. この結晶に 40°C に加温した水 40mL を加えてよくかき混ぜた後, ろ過する. 同様の操作で更に 2 回結晶を洗う. ろ液と洗液を合わせ, 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴). 同様の方法で空試験を行う.

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 $1\text{mL}=59.77\text{mg}$ ($\text{C}_{27}\text{H}_{49}\text{N}_3\text{NaO}_8\text{P}$)