

ブスルファン散 Busulfan Powder

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 30mL 以上をとり、孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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ド酸ナトリウム三水和物溶液(3 25)2mL を加え、直ちに 10 分間振り混ぜた後、酢酸エチル層を分取する。この液 10mL を正確に量り、窒素気流下 30 で蒸発乾固し(この際、90 分以内に乾固するような窒素流量とする。)、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(別途ブスルファン(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.028g 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 2mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50mL 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ド酸ナトリウム三水和物溶液(3 25)2mL を加え、直ちに 10 分間振り混ぜた後、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μL 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ド酸誘導体のピーク面積 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。

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

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{36}{5}$$

W_S : 乾燥物に換算した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)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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 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ド酸誘導体の保持時間が約 9 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μL 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ド酸誘導体のピークの理論段数及びシンメトリー係

数は、それぞれ 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ 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ド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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15 分	70%以上

ブスルファン標準品 ブスルファン（日局）。ただし、定量するとき、換算した乾燥物に対し、ブスルファン（ $C_6H_{14}O_6S_2$ ）99.0%以上を含むもの。