

スリンダク錠 Sulindac Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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 20mL 以上をとり、孔径 0.45μm 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 中にスリンダク($C_{20}H_{17}FO_3S$)約 17μg を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にスリンダク標準品を 100℃で 2 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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 326nm 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。

スリンダク($C_{20}H_{17}FO_3S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : スリンダク標準品の量(mg)

C : 1 錠中のスリンダク($C_{20}H_{17}FO_3S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	45 分	80%以上
100mg	45 分	80%以上

スリンダク標準品 $C_{20}H_{17}FO_3S$:356.41 (Z)-5-フルオロ-2-メチル-1-{{[4-(メチルスルフィニル)フェニル]メチレン}-1*H*-インデン-3-酢酸で、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 本品をクロロホルムに溶かし、あらかじめカラムクロマトグラフ用シリカゲルをクロロホルム／酢酸エチル／酢酸(31)混液(16:5:1)で懸濁してカラムクロマトグラム管に充てんしたクロマトグラフ柱に入れ、クロロホルム／酢酸エチル／酢酸(31)混液(16:5:1)を加えて溶出させ、スリンダク画分に相当する流出液を集め、減圧乾固する。残留物をエタノール(95)を用いて再結晶し、析出した結晶をろ過し、少量の冷エタノール(95)で洗った後、100℃で 2 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥する。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品 0.015g を塩酸のメタノール溶液(9→1000)に溶かし、100mL とする。この液 10mL に塩酸のメタノール溶液(9→1000)を加えて 100mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 258～260nm, 282～286nm 及び 325～329nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 0.10g をメタノール 5mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、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 μ 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。次に酢酸エチル／酢酸(31)混液(97：3)を展開溶媒として、約 12cm 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 0.5%以下(1g, 減圧・0.67kPa 以下, 100℃, 2 時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.7g を精密に量り、メタノール 80mL に溶かし、0.1mol/L 水酸化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。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL=35.641mg $\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{FO}_3\text{S}$

シリカゲル, カラムクロマトグラフ用 カラムクロマトグラフ用に製造したもの。