

## スリダク 50mg 錠

**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．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20mL 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 10mL を除き，次のろ液 6mL 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 20mL とし，試料溶液とする．別にスリダク標準品を 100 ㎎ で 2 時間減圧乾燥し，その約 0.042g 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 4mL 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 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，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．  
本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする．

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

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{900}{25}$$

$W_S$  : スリダク標準品の量 (mg)

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

**スリダク標準品**  $C_{20}H_{17}FO_3S$  : 356.42 (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) - 1H - 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** カラムクロマト用シリカゲル (例えばワコーゲル C-200) をクロロホルム / 酢酸エチル / 酢酸 (31) 混液 (16 : 5 : 1) で懸濁し，カラムクロマト管に充てんする．充てん後，スリダクをクロロホルムに溶かして，カラムに移し，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) にて再結晶し，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，乾燥する (減圧・0.67kPa 以下，100℃，2 時間) ．

**性状** 本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

**確認試験** 本品 0.015g に塩酸・メタノール溶液 (9 : 1000) を加えて溶かし，100mL とする．この液 10mL をとり塩酸・メタノール溶液 (9 : 1000) を加えて 100mL とした液につき，日本薬局方一般試験法，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 ~ 260 nm，282 ~ 286 nm 及び 325 ~ 329 nm に吸収の極大を示す．

**純度試験 類縁物質** 本品 0.10g をとり，メタノール 5mL を加えて溶かし，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  $\mu$ 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，日本薬局方一般試験法，乾燥減量試験法）．

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 を加えて溶かし，0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（電位差法）．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 = 35.642mg  $C_{20}H_{17}FO_3S$

## スリダク 100mg 錠

**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．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20mL 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 10mL を除き，次のろ液 4mL 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 25mL とし，試料溶液とする．別にスリダク標準品を 100 錠で 2 時間減圧乾燥し，その約 0.042g 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 4mL 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 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，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．  
本品の 45 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

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

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{900}{25}$$

$W_S$  : スリダク標準品の量 (mg)

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

**スリダク標準品**  $C_{20}H_{17}FO_3S$  : 356.42 (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 ) - 1H - 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** カラムクロマト用シリカゲル (例えばワコーゲル C-200) をクロロホルム / 酢酸エチル / 酢酸 (31) 混液 (16 : 5 : 1) で懸濁し，カラムクロマト管に充てんする．充てん後，スリダクをクロロホルムに溶かして，カラムに移し，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) にて再結晶し，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，乾燥する (減圧・0.67kPa 以下，100  $^{\circ}$ C，2 時間) ．

**性状** 本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

**確認試験** 本品 0.015g に塩酸・メタノール溶液 (9 : 1000) を加えて溶かし，100mL とする．この液 10mL をとり塩酸・メタノール溶液 (9 : 1000) を加えて 100mL とした液につき，日本薬局方一般試験法，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 ~ 260 nm，282 ~ 286 nm 及び 325 ~ 329 nm に吸収の極大を示す．

**純度試験 類縁物質** 本品 0.10g をとり，メタノール 5mL を加えて溶かし，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  $\mu$ 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，日本薬局方一般試験法，乾燥減量試験法）．

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 を加えて溶かし，0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（電位差法）．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 = 35.642mg  $C_{20}H_{17}FO_3S$