

エトドラク錠 Etodolac Tablets

溶出試験 a 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 0.45 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にエトドラク(C₁₇H₂₁NO₃)約 22 μ g 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。別にエトドラク標準品を 60 で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 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、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)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 279nm 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 a を満たすときは適合とする。

エトドラク(C₁₇H₂₁NO₃)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 : エトドラク標準品の量(mg)

C : 1 錠中のエトドラク(C₁₇H₂₁NO₃)の表示量(mg)

溶出規格 a

表示量	規定時間	溶出率
100mg	15 分	85%以上
200mg	15 分	80%以上

溶出試験 b 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 0.45 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にエトドラク(C₁₇H₂₁NO₃)約 22 μ g 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。別にエトドラク標準品を 60 で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 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、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1、2)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 279nm 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 b を満たすときは適合とする。

エトドラク($C_{17}H_{21}NO_3$)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 : エトドラク標準品の量(mg)

C : 1錠中のエトドラク($C_{17}H_{21}NO_3$)の表示量(mg)

溶出規格 b

表示量	規定時間	溶出率
100mg	30分	85%以上
200mg	30分	85%以上

エトドラク標準品 $C_{17}H_{21}NO_3$: 287.35 (±)-1,8-ジエチル-1,3,4,9-テトラヒドロピラノ[3,4-*b*]インドール-1-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 エトドラク 1g を薄めたメタノール(7-10)10mL に加熱して溶かし、熱時間を過す。ろ液を攪拌しながら冷却する。析出した結晶をろ取り、60℃で5時間減圧乾燥する。

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 本品を乾燥し、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測定するとき、波数 3350cm^{-1} 、 2970cm^{-1} 、 1746cm^{-1} 、 1413cm^{-1} 、 1035cm^{-1} 及び 749cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.50g をメタノール 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20mL とし、標準溶液(1)とする。標準溶液(1)4mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10mL とし、標準溶液(2)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。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を、L-アスコルビン酸 0.5g をメタノール/水混液(4:1)100mL に溶かした液を 2cm の高さまで入れた展開槽に入れ、下部から 3cm の高さまで展開した後、30 分間風乾する。この薄層板の下部から 2.5cm の位置に試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)10 μ L ずつを速やかにスポットし、直ちに、トルエン/エタノール(95)/酢酸(100)混液(140:60:1)を展開溶媒として約 15cm 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(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．

乾燥減量 0.5%以下(1g，減圧，60℃，4時間)．

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.3g を精密に量り，エタノール(99.5)50mL 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．

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 28.735mg $C_{17}H_{21}NO_3$