

1 セレコキシブ錠

2 Celecoxib Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
4 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$: 381.37)を含む。

5 **製法** 本品は「セレコキシブ」をとり、錠剤の製法により製す
6 る。

7 **確認試験** 本品を粉末とし、「セレコキシブ」50 mgに対応す
8 る量をとり、メタノール70 mLを加え、振り混ぜた後、メタ
9 ノールを加えて100 mLとし、遠心分離する。上澄液1 mLに
10 メタノールを加えて50 mLとした液につき、紫外可視吸光度
11 測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長
12 250～254 nmに吸収の極大を示す。

13 **錠剤均一性**〈6.02〉 質量偏差試験又は次の方法による含量均
14 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

15 本品1個をとり、アセトニトリル／水混液(3:1) 7V/10
16 mLを加え、錠剤が崩壊するまでよく振り混ぜた後、1 mL中
17 にセレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)約0.4 mgを含む液となるよ
18 うにアセトニトリル／水混液(3:1)を加えて正確にV mLと
19 する。この液を遠心分離し、上澄液5 mLを正確に量り、内
20 標準溶液5 mLを正確に加え、アセトニトリル／水混液(3:
21 1)を加えて50 mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用
22 する。

23 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の量(mg)

$$24 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$$

25 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)

26 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのアセトニトリ
27 ル／水混液(3:1)溶液(1→2000)

28 **溶出性**〈6.10〉 試験液にポリソルベート80 5gに溶出試験第2液
29 を加えて1000 mLとした液900 mLを用い、パドル法により、
30 毎分50回転で試験を行うとき、本品の100 mg錠の45分間の
31 溶出率は80%以上であり、200 mg錠の45分間の溶出率は
32 75%以上である。

33 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
34 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
35 ーでろ過する。初めのろ液 10 mL 以上を除き、次のろ液V
36 mLを正確に量り、1 mL中にセレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)
37 約11 μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mL
38 とし、試料溶液とする。別にセレコキシブ標準品約14 mgを
39 精密に量り、アセトニトリル2 mLを加えて溶かし、試験液
40 を加えて正確に250 mLとする。この液10 mLを正確に量り、
41 試験液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶
42 液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度
43 測定法〈2.24〉により試験を行い、波長260nmにおける吸光
44 度 A_T 及び A_S を測定する。

45
46 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$47 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 72$$

48 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)

49 C: 1錠中のセレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の表示量(mg)

50 **定量法** 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末

51 とする。セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)約0.1 gに対応する量
52 を精密に量り、アセトニトリル／水混液(3:1) 140 mLを加
53 えてよく振り混ぜた後、アセトニトリル／水混液(3:1)を加
54 えて正確に200 mLとし、遠心分離する。上澄液5 mLを正確
55 に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、アセトニトリル／
56 水混液(3:1)を加えて50 mLとし、試料溶液とする。別にセ
57 レコキシブ標準品約25 mgを精密に量り、アセトニトリル／
58 水混液(3:1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLを
59 正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、アセトニトリ
60 ル／水混液(3:1)を加えて50 mLとし、標準溶液とする。試
61 料溶液及び標準溶液25 μLにつき、次の条件で液体クロマト
62 グラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液の内標
63 準物質のピーク面積に対するセレコキシブのピーク面積の比
64 Q_T 及び Q_S を求める。

65 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の量(mg) = $M_S \times Q_T / Q_S \times 4$

66 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)

67 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのアセトニトリ
68 ル／水混液(3:1)溶液(1→2000)

69 **試験条件**

70 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 215 nm)

71 カラム: 内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5
72 μmの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲ
73 ルを充填する。

74 カラム温度: 60℃付近の一定温度

75 移動相: 0.02 mol/Lのリン酸二水素カリウム試液にリン
76 酸を加えてpH 3.0に調整する。この液600 mLに液体
77 クロマトグラフィー用メタノール300 mL及び液体ク
78 ロマトグラフィー用アセトニトリル100 mLを加える。
79 流量: セレコキシブの保持時間が約22分になるように
80 調整する。

81 **システム適合性**

82 システムの性能: 標準溶液25 μLにつき、上記の条件で
83 操作するとき、内標準物質、セレコキシブの順に溶出
84 し、その分離度は10以上である。

85 システムの再現性: 標準溶液25 μLにつき、上記の条件
86 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
87 に対するセレコキシブのピーク面積の比の相対標準偏
88 差は1.0%以下である。

89 **貯法** 容器 気密容器。

90

91