

アンピロキシカム 13.5mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 法（ただし，シンカーを用いる）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 μm 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，次のろ液を試料溶液とする．別にアンピロキシカム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.03g を精密に量り，アセトニトリル 5mL に溶かし，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，崩壊試験法の第 1 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 320nm 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 70% 以上のときは適合とする．

アンピロキシカム ($\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : アンピロキシカム標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のアンピロキシカム ($\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$) の表示量 (mg)

アンピロキシカム標準品 $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$: 447.46 (±) - 4 - [1 - (エトキシカルボニルオキシ)エトキシ] - 2 - メチル - N - 2 - ピリジル - 2H - 1,2 - ベンゾチアジン - 3 - カルボキサミド 1,1 - ジオキシドで，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 アンピロキシカムをアセトン / 水混液で 3 回再結晶し，得られた結晶を乾燥する．

性状 白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき，波数 3380cm^{-1} ， 1755cm^{-1} ， 1673cm^{-1} ， 1526cm^{-1} ， 1350cm^{-1} ， 1277cm^{-1} 及び 1260cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.050g をとり，アセトニトリルに溶かし，正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にデヒドロピロキシカム 0.010g をとり，アセトニトリルに溶かし，正確に 50mL とする．この液 1mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体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のデヒドロピロキシカムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき， A_T は A_S より大きくない (0.20% 以下)．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254nm）

カラム：内径 4mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μm 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：25 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（100）（3 500） / メタノール / アセトニトリル混液（5：3：2）

流量：アンピロキシカムの保持時間が約 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：本品及びデヒドロピロキシカム 5mg ずつをアセトニトリル 50mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、デヒドロピロキシカム、アンピロキシカムの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、デヒドロピロキシカムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下（1g、105℃、3 時間）

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、酢酸（100）50mL に溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する（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 過塩素酸 1mL = 44.75mg $C_{20}H_{21}N_3O_7S$

デヒドロピロキシカム $C_{15}H_{11}N_3O_3S$ 6 - メチル - 6H - 7 - オキソ - ピリド [1',2' - 3,2] ピリミド [5,4 - C] 1,2 - ベンゾチアジン 5,5 - ジオキシド

製法 アンピロキシカム標準品より、次の方法で合成する。

アンピロキシカム標準品に 2 - ブタノンを加え、還流した後、冷却し、析出した結晶をろ取する。この結晶を 2 - ブタノンで洗浄した後、乾燥する。

性状 白色～黄褐色の粉末である。

類縁物質 本品 0.020g をアセトニトリル 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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 10 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。次にアセトニトリル / ジクロロメタン / ぎ酸混液（16：3：1）を展開溶媒として約 10cm 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られたスポットより濃くない。

アンピロキシカム 27mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 法（ただし，シンカーを用いる）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 μm 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 5mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 10mL とし，試料溶液とする．別にアンピロキシカム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.03g を精密に量り，アセトニトリル 5mL に溶かし，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，崩壊試験法の第 1 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 320nm 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 70% 以上のときは適合とする．

アンピロキシカム ($\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : アンピロキシカム標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のアンピロキシカム ($\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$) の表示量 (mg)

アンピロキシカム標準品 $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$: 447.46 (±) - 4 - [1 - (エトキシカルボニルオキシ)エトキシ] - 2 - メチル - N - 2 - ピリジル - 2H - 1,2 - ベンゾチアジン - 3 - カルボキサミド 1,1 - ジオキシドで，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 アンピロキシカムをアセトン / 水混液で 3 回再結晶し，得られた結晶を乾燥する．

性状 白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき，波数 3380cm^{-1} ， 1755cm^{-1} ， 1673cm^{-1} ， 1526cm^{-1} ， 1350cm^{-1} ， 1277cm^{-1} 及び 1260cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.050g をとり，アセトニトリルに溶かし，正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にデヒドロピロキシカム 0.010g をとり，アセトニトリルに溶かし，正確に 50mL とする．この液 1mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体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のデヒドロピロキシカムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき， A_T は A_S より大きくない (0.20% 以下)．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254nm)

カラム：内径 4mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μm 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：25 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（100）（3 500） / メタノール / アセトニトリル混液（5：3：2）

流量：アンピロキシカムの保持時間が約 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：本品及びデヒドロピロキシカム 5mg ずつをアセトニトリル 50mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、デヒドロピロキシカム、アンピロキシカムの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、デヒドロピロキシカムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下（1g，105 ， 3 時間）

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、酢酸（100）50mL に溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する（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 過塩素酸 1mL = 44.75mg C₂₀H₂₁N₃O₇S

デヒドロピロキシカム C₁₅H₁₁N₃O₃S 6 - メチル - 6H - 7 - オキソ - ピリド [1',2' - 3,2]
ピリミド [5,4 - C] 1,2 - ベンゾチアジン 5,5 - ジオキシド

製法 アンピロキシカム標準品より、次の方法で合成する。

アンピロキシカム標準品に 2 - ブタノンを加え、還流した後、冷却し、析出した結晶をろ取する。この結晶を 2 - ブタノンで洗浄した後、乾燥する。

性状 白色～黄褐色の粉末である。

類縁物質 本品 0.020g をアセトニトリル 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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 10 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。次にアセトニトリル / ジクロロメタン / ぎ酸混液（16：3：1）を展開溶媒として約 10cm 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られたスポットより濃くない。