

## テノキシカム 10mg 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  $\mu\text{m}$  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，次のろ液を試料溶液とする．別にテノキシカム標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.022g 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 200mL 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 368nm 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 85% 以上のときは適合とする．

テノキシカム ( $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_s$  : テノキシカム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のテノキシカム ( $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$ ) の表示量 (mg)

テノキシカム標準品  $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$  : 337.37 4 - ヒドロキシ 2 - メチル - N - (2 - ピリジル) - 2H - チエノ [2,3 - e] - 1,2 - 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 本品を水酸化ナトリウム溶液・エタノール (95) 混液で溶かし，脱色ろ過した後，ろ液に塩酸を加えることにより沈殿した結晶をろ取し，105 で 4 時間乾燥する．  
性状 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  $3090\text{cm}^{-1}$  ,  $1637\text{cm}^{-1}$  ,  $1597\text{cm}^{-1}$  ,  $1556\text{cm}^{-1}$  ,  $1427\text{cm}^{-1}$  ,  $1326\text{cm}^{-1}$  及び  $1149\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.050g をジクロロメタン 10mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 50mL とする．更にこの液 2mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 20mL とし，標準溶液 (1) とする．次に標準溶液 (1) 15mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 25mL とし，標準溶液 (2) とする．別に 2 - アミノピリジン 0.025g をとり，ジクロロメタンを加えて溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 100mL とし，標準溶液 (3) 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) を用いて調整した薄層板に，pH6.0 の 0.2mol/L リン酸塩緩衝液を噴霧し，熱風で 30 分間乾燥した後，105 で 1 時間乾燥する．この薄層板に試料溶液及び標準溶液 20  $\mu\text{L}$  ずつをスポットする．次にクロロホルム/アセトン/ギ酸混液 (35 : 15 : 2) 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，主スポット以外のスポットは認めない．

乾燥減量 0.5%以下（1g，105℃，4時間）

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，アセトン 60mL 及び酢酸(100)90mL を加えて溶かし，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 = 33.738mg  $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$

## 2 - アミノピリジン

性状 無色～ごくわずかに灰色を帯びた結晶で，特異なにおいがある．

融点 56～60

純度試験 本品 0.050g をジクロロメタン 20.0mL に溶かし試料溶液とする．試料溶液につきテノキシカム標準品の規格及び試験方法の純度試験に従って操作するとき，主スポット以外のスポットは認めない．

0.2mol/L リン酸塩緩衝液，pH6.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.881g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 2.736g に水を加えて溶かし，100mL とする．

## テノキシカム 20mg 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 5mL を正確に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液（1 2）5mL を正確に加え，試料溶液とする．別にテノキシカム標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.022g 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 200mL 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 368nm 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．

テノキシカム（ $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$ ）の表示量に対する溶出率（%）

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

$W_s$ ：テノキシカム標準品の量（mg）

$C$ ：1 錠中のテノキシカム（ $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$ ）の表示量（mg）

テノキシカム標準品  $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$ ：337.37 4 - ヒドロキシ 2 - メチル - N - （2 - ピリジル） - 2H - チエノ [2,3 - e] - 1,2 - 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 本品を水酸化ナトリウム溶液・エタノール（95）混液で溶かし，脱色ろ過した後，ろ液に塩酸を加えることにより沈殿した結晶をろ取り，105 で 4 時間乾燥する．  
性状 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  $3090\text{cm}^{-1}$  ,  $1637\text{cm}^{-1}$  ,  $1597\text{cm}^{-1}$  ,  $1556\text{cm}^{-1}$  ,  $1427\text{cm}^{-1}$  ,  $1326\text{cm}^{-1}$  及び  $1149\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.050g をジクロロメタン 10mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 50mL とする．更にこの液 2mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 20mL とし，標準溶液（1）とする．次に標準溶液（1）15mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 25mL とし，標準溶液（2）とする．別に 2 - アミノピリジン 0.025g をとり，ジクロロメタンを加えて溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 100mL とし，標準溶液（3）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）を用いて調整した薄層板に，pH6.0 の 0.2mol/L リン酸塩緩衝液を噴霧し，熱風で 30 分間乾燥した後，105 で 1 時間乾燥する．この薄層板に試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ L ずつをスポットする．次にクロロホルム/アセトン/ギ酸混液（35：15：2）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，主スポット以外のスポットは認めない．

乾燥減量 0.5%以下（1g，105℃，4時間）

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，アセトン 60mL 及び酢酸(100)90mL を加えて溶かし，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 = 33.738mg  $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$

## 2 - アミノピリジン

性状 無色～ごくわずかに灰色を帯びた結晶で，特異なにおいがある．

融点 56～60

純度試験 本品 0.050g をジクロロメタン 20.0mL に溶かし試料溶液とする．試料溶液につきテノキシカム標準品の規格及び試験方法の純度試験に従って操作するとき，主スポット以外のスポットは認めない．

0.2mol/L リン酸塩緩衝液，pH6.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.881g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 2.736g に水を加えて溶かし，100mL とする．