

アンピロキシカムカプセル

Ampiroxicam Capsules

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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にアンピロキシカム(C₂₀H₂₁N₃O₇S)約15 μ gを含む液となるように崩壊試験法の第1液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にアンピロキシカム標準品を105°C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に溶かした後、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アンピロキシカム(C₂₀H₂₁N₃O₇S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

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(C₂₀H₂₁N₃O₇S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
13.5mg	30分	70%以上
27mg	30分	70%以上

アンピロキシカム標準品 C₂₀H₂₁N₃O₇S: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-ジオキドで、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 アンピロキシカムをアセトン/水混液(2:1)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。

類縁物質 本品 0.050g を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 μ L 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。それぞれの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。

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 μ m 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(3 \rightarrow 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。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からアンピロキシカムの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20mL とする。この液 10 μ L から得たデヒドロピロキシカムのピーク面積が、標準溶液のデヒドロピロキシカムのピーク面積の 18~33% になることを確認する。

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、その分離度は 2.0 以上である。

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 $^{\circ}$ C, 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 アンピロキシカムに2-ブタノンを加え、還流した後、冷却する。析出した結晶をろ取し、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。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 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/ギ酸混液(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たスポットより濃くない。