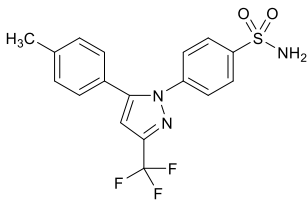


1 セレコキシブ

2 Celecoxib



3

4 $C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$: 381.37

5 4-[5-(4-Methylphenyl)-3-(trifluoromethyl)-1H-pyrazol-1-yl]

6 benzenesulfonamide

7 [169590-42-5]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、セレコキシブ
9 $(C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S)$ 98.0 ~ 102.0%を含む。

10 **性状** 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや
12 溶けやすく、水にほとんど溶けない。

13 融点：161 ~ 164°C

14 本品は結晶多形が認められる。

15 **確認試験**

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視
17 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品
18 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセレコキシブ標準
19 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較すると
20 き、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸
21 収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本
24 品の参照スペクトル又はセレコキシブ標準品のスペクトルを
25 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様
26 の強度の吸収を認める。

27 **純度試験**

28 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0 gをとり、第4法により操作
29 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(20
30 ppm以下)。

31 (2) 類縁物質 定量法の試料溶液を試料溶液とする。別に
32 セレコキシブ標準品約50 mgを精密に量り、メタノール/水
33 混液(3 : 1)に溶かし、正確に100 mLとする。この液1 mLを
34 正確に量り、メタノール/水混液(3 : 1)を加えて正確に100
35 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 μ L
36 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
37 (2.01) により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積 A_T 及
38 び標準溶液のセレコキシブのピーク面積 A_S を自動積分法に
39 より測定し、次式により類縁物質の量を求めるとき、セレコ
40 キシブに対する相対保持時間約0.94の類縁物質Aの量は
41 0.4%以下であり、類縁物質A以外の類縁物質の量はそれぞ
42 れ0.10%以下である。また、類縁物質の合計量は0.5%以下
43 である。

44 類縁物質の量(%) = $M_S / M_T \times A_T / A_S$ 45 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)46 M_T : 本品の秤取量(mg)47 **試験条件**

48 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
49 の試験条件を準用する。

50 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセレコキシブの保
51 持時間の約1.5倍の範囲

52 **システム適合性**

53 システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステ
54 ム適合性を準用する。

55 検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、メタノール
56 /水混液(3 : 1)を加えて正確に100 mLとする。この
57 液25 μ Lから得たセレコキシブのピーク面積が、標準
58 溶液のセレコキシブのピーク面積の3.5 ~ 6.5%にな
59 ることを確認する。

60 水分 (2.48) 0.5%以下(0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

61 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1.0 g, 白金るつぼ)。

62 **定量法** 本品及びセレコキシブ標準品約50 mgずつを精密に量
63 り、それぞれをメタノール/水混液(3 : 1)に溶かし、正確に
64 100 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び
65 標準溶液25 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト
66 グラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のセレ
67 コキシブのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

68 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S$ 69 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)70 **試験条件**

71 検出器：紫外吸光度計(測定波長：215 nm)

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

75 カラム温度：60°C付近の一定温度

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

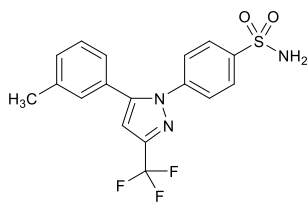
82 **システム適合性**

83 システムの性能：標準溶液25 μ Lにつき、上記の条件で
84 操作するとき、セレコキシブのピークの理論段数及び
85 シンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、2.0以下
86 である。

87 システムの再現性：標準溶液25 μ Lにつき、上記の条件
88 で試験を6回繰り返すとき、セレコキシブのピーク面
89 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

90 **貯法** 容器 密閉容器。91 **その他**

92 類縁物質A：4-[5-(3-メチルフェニル)-3-(トリフルオロメチ
93 ル)-1H-ピラゾール-1-イル]ベンゼンスルホンアミド



94

95

96 **9.01 標準品(1)の項に次を追加する.**

97 セレコキシブ標準品

98