

1 ロルノキシカム錠

2 Lornoxicam 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 ロルノキシカム(C₁₃H₁₀ClN₃O₄S₂: 371.82)を含む。

5 **製法** 本品は「ロルノキシカム」をとり、錠剤の製法により製
6 する。

7 **確認試験** 本品を粉末とし、「ロルノキシカム」4 mgに対応
8 する量を取り、塩酸のメタノール溶液(9→10000) 70 mLを
9 加えて超音波処理し、塩酸のメタノール溶液(9→10000)を
10 加えて100 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液5 mLを
11 取り、塩酸のメタノール溶液(9→10000)を加えて20 mLとし
12 た液につき、塩酸のメタノール溶液(9→10000)を対照とし、
13 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定
14 するとき、波長359～363 nmに吸収の極大を示す。

15 **純度試験** 類縁物質「ロルノキシカム」4 mgに対応する個
16 数を取り、移動相20 mLを正確に加えて超音波処理を行う。
17 この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にロルノ
18 キシカム標準品を105℃で4時間乾燥し、その約40 mgを精密
19 に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に200 mLとする。
20 この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLと
21 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正
22 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ
23 り試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分
24 法により測定し、次式により類縁物質の量を計算するとき、
25 ロルノキシカムに対する相対保持時間約0.13の類縁物質Bは
26 2.0%以下、相対保持時間約0.15の類縁物質TAは1.2%以下、
27 相対保持時間約0.21の類縁物質TBは2.0%以下、相対保持時
28 間約0.25の類縁物質TCは3.0%以下、相対保持時間約0.36の
29 類縁物質TDは2.0%以下であり、ロルノキシカム、ロルノキ
30 シカムに対する相対保持時間約0.4の類縁物質A及び上記以
31 外の類縁物質は2.0%以下である。また、類縁物質の合計量
32 を求めるとき、5.0%以下である。ただし、類縁物質TA及び
33 類縁物質TCのピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度
34 係数0.6及び1.5を乗じた値とする。

35 類縁物質の量(%) = $M_S \times A_T / A_S \times 1/40$

36 M_S : ロルノキシカム標準品の秤取量(mg)

37 A_T : 試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積

38 A_S : 標準溶液のロルノキシカムのピーク面積

39 試験条件

40 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 280 nm)

41 カラム: 内径4 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μm
42 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
43 リカゲルを充填する。

44 カラム温度: 50℃付近の一定温度

45 移動相: 臭化テトラ n -ブチルアンモニウム4.2 g, リン
46 酸水素二ナトリウム十二水和物4.6 g及びリン酸二水
47 素カリウム4.4 gを水1300 mLに溶かした液に液体ク
48 ロマトグラフィー用アセトニトリル700 mLを加える。

49 流量: ロルノキシカムの保持時間が約20分になるよう
50 に調整する。

51 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からロルノキシカムの

52 保持時間の約1.5倍の範囲

53 システム適合性

54 システムの性能: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
55 操作するとき、ロルノキシカムのピークの理論段数及
56 びシンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、1.5
57 以下である。

58 システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件
59 で試験を6回繰り返すとき、ロルノキシカムのピーク
60 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

61 **乾燥減量** (2.41) 2.0%以下(減圧, 酸化リン(V), 24時間)。

62 ただし、「ロルノキシカム」24 mgに対応する個数を取り、
63 速やかに粉末とし、試験を行う。

64 **製剤均一性** (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと
65 き、適合する。

66 本品1個をとり、水V/10 mLを加えて超音波処理を行う。
67 次にアセトニトリル/メタノール混液(1:1) 3V/5 mLを加
68 え、超音波処理した後、1 mL中にロルノキシカム
69 (C₁₃H₁₀ClN₃O₄S₂)約80 μgを含む液となるようにアセトニ
70 トリル/メタノール混液(1:1)を加えて正確にV mLとし、遠
71 心分離する。上澄液10 mLを正確に量り、内標準溶液1 mL
72 を正確に加えた後、移動相を加えて20 mLとし、試料溶液と
73 する。別にロルノキシカム標準品を105℃で4時間乾燥し、
74 その約40 mgを精密に量り、アセトニトリル/メタノール混
75 液(1:1)に溶かし、正確に200 mLとする。この液20 mLを
76 正確に量り、水5 mLを加え、アセトニトリル/メタノール
77 混液(1:1)を加えて正確に50 mLとする。この液10 mLを正
78 確に量り、内標準溶液1 mLを正確に加えた後、移動相を加
79 えて20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10
80 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ
81 り試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するロルノキシ
82 カムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

83 ロルノキシカム(C₁₃H₁₀ClN₃O₄S₂)の量(mg)
84 = $M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

85 M_S : ロルノキシカム標準品の秤取量(mg)

86 内標準溶液 ジフェニルアミンの移動相溶液(1→4000)
87 試験条件

88 定量法の試験条件を準用する。

89 システム適合性

90 システムの性能: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
91 操作するとき、ロルノキシカム、内標準物質の順に溶
92 出し、その分離度は6以上である。

93 システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件
94 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
95 に対するロルノキシカムのピーク面積の比の相対標準
96 偏差は1.5%以下である。

97 **溶出性** (6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
98 毎分75回転で試験を行うとき、本品の10分間の溶出率は
99 80%以上である。

100 試料溶液の調製は1時間以内に行う。本品1個をとり、試
101 験を開始し、規定された時間に溶出液20 mL以上をとり、孔
102 径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初め
103 のろ液10 mL以上を除き、次のろ液V mLを正確に量り、1 mL

104 中にロルノキシカム(C₁₃H₁₀ClN₃O₄S₂)約1.1 µgを含む液とな
105 るように移動相を加えてV' mLとし、試料溶液とする。別
106 に定量用ロルノキシカムを105°Cで4時間乾燥し、その約40
107 mgを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に200 mL
108 とする。この液2 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に
109 100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて
110 20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100
111 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
112 (2.0I) により試験を行い、それぞれの液のロルノキシカムの
113 ピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

114 ロルノキシカム(C₁₃H₁₀ClN₃O₄S₂)の表示量に対する溶出率
115 (%)

$$116 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 4$$

117 M_S : 定量用ロルノキシカムの秤取量(mg)

118 C : 1錠中のロルノキシカム(C₁₃H₁₀ClN₃O₄S₂)の表示量
119 (mg)

120 試験条件

121 定量法の試験条件を準用する。

122 システム適合性

123 システムの性能：標準溶液100 µLにつき、上記の条件
124 で操作するとき、ロルノキシカムのピークの理論段数
125 及びシンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、2.0
126 以下である。

127 システムの再現性：標準溶液100 µLにつき、上記の条
128 件で試験を6回繰り返すとき、ロルノキシカムのピー
129 ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

130 定量法 本品15個をとり、水V/10 mLを加えて超音波処理を
131 行う。次にアセトニトリル/メタノール混液(1:1) 7V/10
132 mLを加えて、超音波処理した後、アセトニトリル/メタノ
133 ール混液(1:1)を加えて1 mL中にロルノキシカム
134 (C₁₃H₁₀ClN₃O₄S₂)約120 µgを含む液となるように移動相を加
135 えて正確にV mLとし、遠心分離する。上澄液5 mLを正確
136 に量り、内標準溶液1 mLを正確に加えた後、移動相を加え
137 て20 mLとし、試料溶液とする。別にロルノキシカム標準品
138 を105°Cで4時間乾燥し、その約60 mgを精密に量り、アセト
139 ニトリル/メタノール混液(1:1)に溶かし、正確に200 mL
140 とする。この液20 mLを正確に量り、水5 mLを加え、アセ
141 トニトリル/メタノール混液(1:1)を加えて正確に50 mLと
142 する。この液5 mLを正確に量り、内標準溶液1 mLを正確に
143 加えた後、移動相を加えて20 mLとし、標準溶液とする。試
144 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
145 グラフィー (2.0I) により試験を行い、内標準物質のピーク
146 面積に対するロルノキシカムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを
147 求める。

148 1錠中のロルノキシカム(C₁₃H₁₀ClN₃O₄S₂)の量(mg)

$$149 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 7500$$

150 M_S : ロルノキシカム標準品の秤取量(mg)

151 内標準溶液 ジフェニルアミンの移動相溶液(1→5000)

152 試験条件

153 検出器：紫外吸光度計(測定波長：295 nm)

154 カラム：内径4 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 µm

155 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
156 リカゲルを充填する。

157 カラム温度：50°C付近の一定温度

158 移動相：メタノール/ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→
159 90)/リン酸混液(550:450:1)

160 流量：ロルノキシカムの保持時間が約4分になるように
161 調整する。

162 システム適合性

163 システムの性能：標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
164 操作するとき、ロルノキシカム、内標準物質の順に溶
165 出し、その分離度は6以上である。

166 システムの再現性：標準溶液10 µLにつき、上記の条件
167 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
168 に対するロルノキシカムのピーク面積の比の相対標準
169 偏差は1.5%以下である。

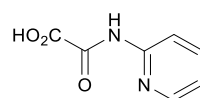
170 貯法 容器 気密容器。

171 その他

172 類縁物質A及びBは、「ロルノキシカム」のその他を準用す
173 る。

174 類縁物質TA :

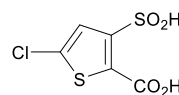
175 (Pyridin-2-yl)oxamic acid



176

177 類縁物質TB :

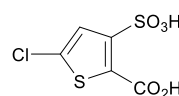
178 5-Chloro-3-sulfinothiophene-2-carboxylic acid



179

180 類縁物質TC :

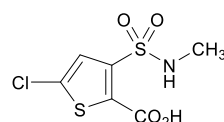
181 5-Chloro-3-sulfothiophene-2-carboxylic acid



182

183 類縁物質TD :

184 5-Chloro-3-(N-methylsulfamoyl)thiophene-2-carboxylic acid



185

186 -----

187 9.01 標準品(1)の項に次を追加する。

188 ロルノキシカム標準品

189

190