

1 ロルノキシカム錠

52

面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

53

2 純度試験の項を次のように改める。

54

3 純度試験 類縁物質 「ロルノキシカム」4 mgに対応する個
 4 数を取り、移動相20 mLを正確に加えて超音波処理を行う。
 5 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
 6 キシカム標準品を105℃で4時間乾燥し、その約40 mgを精密
 7 に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に200 mLとする。
 8 この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLと
 9 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLずつを正
 10 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉によ
 11 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
 12 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、
 13 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
 14 2.0%以下、相対保持時間約0.15の類縁物質TAは1.2%以下、
 15 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
 16 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
 17 類縁物質TDは2.0%以下であり、ロルノキシカム、ロルノキ
 18 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
 19 外の類縁物質は2.0%以下である。また、類縁物質の合計量
 20 を求めるとき、5.0%以下である。ただし、類縁物質TA及び
 21 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
 22 係数0.6及び1.5を乗じた値とする。

23 類縁物質の量(%)= $M_s \times A_T / A_s \times 1/40$

24 M_s ：ロルノキシカム標準品の秤取量(mg)

25 A_T ：試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積

26 A_s ：標準溶液のロルノキシカムのピーク面積

27 試験条件

28 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280 nm)

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

32 カラム温度：50℃付近の一定温度

33 移動相：臭化テトラ n -ブチルアンモニウム4.2 g、リン
 34 酸水素二ナトリウム十二水和物4.6 g及びリン酸二水
 35 素カリウム4.4 gを水1300 mLに溶かした液に液体ク
 36 ロマトグラフィー用アセトニトリル700 mLを加える。
 37 流量：ロルノキシカムの保持時間が約20分になるよう
 38 に調整する。

39 面積測定範囲：溶媒のピークの後からロルノキシカムの
 40 保持時間の約1.5倍の範囲

41 システム適合性

42 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、移動相を加
 43 えて正確に20 mLとする。この液10 µLから得たロル
 44 ノキシカムのピーク面積が、標準溶液のロルノキシカ
 45 ムのピーク面積の7～13%になることを確認する。

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

50 システムの再現性：標準溶液10 µLにつき、上記の条件
 51 で試験を6回繰り返すとき、ロルノキシカムのピーク