

## クエン酸タンドスピロン5mg錠

溶出試験 本品1個をとり，試験液に水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15分後，溶出液20mL以上をとり，孔径0.45 μm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．別にクエン酸タンドスピロン標準品を105 で3時間減圧乾燥し，その約0.022gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のタンドスピロンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の15分間の溶出率が85%以上のときは適合とする．

クエン酸タンドスピロン ( $C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 22.5$$

$W_S$  : クエン酸タンドスピロン標準品の量 (mg)

$C$  : 1錠中のクエン酸タンドスピロン ( $C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：239nm）

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5 μm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：40 付近の一定温度

移動相：1 - ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 : 1000）にリン酸を加えpHを3.0に調整する．この液700mLにアセトニトリル300mLを加える．

流量：タンドスピロンの保持時間が約6分になるように調整する．

### システム適合性

システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，タンドスピロンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タンドスピロンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

クエン酸タンドスピロン標準品  $C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$  : 575.62 (1R\*, 2S\*, 3R\*, 4S\*) - N - [ 4 - [ 4 - ( 2 - pyrimidinyl ) - 1 - piperazinyl ] butyl ] - 2,3 - bicyclo [ 2.2.1 ] heptanedicarboximide dihydrogen citrate で，下記の規格に適合するもの．必要な場合には，次に示す方法で精製する．

精製法 クエン酸タンドスピロンをメタノールから再結晶し，減圧下で恒量に

なるまで乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

類縁物質 本品 0.10g をメタノール/イソプロピルアミン混液 (100 : 1) 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10  $\mu$ L 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。次にヘキサン/酢酸エチル/ジエチルアミン/メタノール混液 (23 : 10 : 5 : 2) 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、主スポット及び原点のスポット以外にスポットを認めない。

乾燥減量 1.0%以下 (1g, 減圧, 105 , 3時間)。

含量 99.0%以上。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、酢酸 (100) 80mL 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 = 28.781mg  $C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$

## クエン酸タンドスピロン10mg錠

溶出試験規格：本品1個をとり，試験液に水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15分後，溶出液20mL以上をとり，孔径0.45 μm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，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別にクエン酸タンドスピロン標準品を105 で3時間減圧乾燥し，その約0.022gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のタンドスピロンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の15分間の溶出率が85%以上のときは適合とする．

クエン酸タンドスピロン ( $C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : クエン酸タンドスピロン標準品の量 (mg)

$C$  : 1錠中のクエン酸タンドスピロン ( $C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：239nm）

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5 μm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：40 付近の一定温度

移動相：1 - ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 1000）にリン酸を加えpHを3.0に調整する．この液700mLにアセトニトリル300mLを加える．

流量：タンドスピロンの保持時間が約6分になるように調整する．

### システム適合性

システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，タンドスピロンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タンドスピロンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

クエン酸タンドスピロン標準品  $C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$  : 575.62 (1R\*, 2S\*, 3R\*, 4S\*) - N - [ 4 - [ 4 - ( 2 - pyrimidinyl ) - 1 - piperazinyl ] butyl ] - 2, 3 - bicyclo [ 2.2.1 ] heptanedicarboximide dihydrogen citrate で，下記の規格に適合するもの．必要な場合には，次に示す方法で精製する．

精製法 クエン酸タンドスピロンをメタノールから再結晶し，減圧下で恒量に

なるまで乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

類縁物質 本品 0.10g をメタノール/イソプロピルアミン混液 (100 : 1) 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10  $\mu$ L 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。次にヘキサン/酢酸エチル/ジエチルアミン/メタノール混液 (23 : 10 : 5 : 2) 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、主スポット及び原点のスポット以外にスポットを認めない。

乾燥減量 1.0%以下 (1g, 減圧, 105 , 3時間)。

含量 99.0%以上。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、酢酸 (100) 80mL 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。

