スパルフロキサシン錠
Sparfloxacin Tablets

溶出性〈*6.10*〉　本品 1 個をとり，試験液にpH4.0 の 0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mLを用い，パドル法により，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 0.45μm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中にスパルフロキサシン($C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$)約 8.9μgを含む液となるようにpH4.0 の 0.05mol/L酢酸･酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に*V′*mLとし，試料溶液とする．別にスパルフロキサシン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し，その約 22mgを精密に量り，pH4.0 の 0.05mol/L酢酸･酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 100mLとする．この液 4mLを正確に量り，pH4.0 の 0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 298nm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．

スパルフロキサシン($C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 36$

W_S：スパルフロキサシン標準品の秤取量(mg)

C ：1 錠中のスパルフロキサシン($C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	15 分	80%以上

スパルフロキサシン標準品　$C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$：392.40　5-アミノ-1-シクロプロピル-7-(シス-3,5-ジメチル-1-ピペラジニル)-6,8-ジフルオロ-1,4-ジヒドロ-4-オキソキノリン-3-カルボン酸で，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　スパルフロキサシン 10g にクロロホルム/エタノール(99.5)混液(12：5)200mL を加え，加温して溶かす．熱時ろ過し，ろ液にエタノール(99.5)200mL を加え，室温で放置する．析出した結晶をろ取し，水酸化カリウム溶液(3→50)25mL に溶かす．この液に酢酸(100)1.5mL をかき混ぜながら加え，析出した結晶をろ取する．得られた結晶を 105℃で 3 時間乾燥する．

性状　本品は黄色の結晶または結晶性の粉末である．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3460cm^{-1}，1717cm^{-1}，1639cm^{-1}，1439cm^{-1}及び1293cm^{-1}付近に吸収を認める．

類縁物質　本品 0.10g を希水酸化ナトリウム試液 100mL に溶かす．この液 2mL を量り，移動相を加えて 10mL とし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20mL とする．この液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のスパルフロキサシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のスパルフロキサシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：299nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5μm の液体クロマトグラフィー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：クエン酸三ナトリウム二水和物 5.88g を水 800mL に溶かし，酢酸(100)90mL を加え，水酸化ナトリウム溶液(1→5)で pH4.0 に調整した後，水を加えて 1000mL とする．この液 750mL にメタノール 150mL 及びアセトニトリル 100mL を加える．

流量：スパルフロキサシンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からスパルフロキサシンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 4mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10mL とする．この液 10μL から得たスパルフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のスパルフロキサシンのピーク面積の 30～50%になることを確認する．

システムの性能：スパルフロキサシンの希水酸化ナトリウム試液溶液(1→5000)2mL にアミノ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→7500)3mL を加える．この液 10μL につき，上記の条件で操作するとき，スパルフロキサシン，アミノ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スパルフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3 時間)．

含量　99.5%以上．　定量法　本品を乾燥し，その約 0.3g を精密に量り，非水滴定用酢酸 150mL に溶かし，0.1mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝39.24mg $C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$