

## スピペロン散 Spiperone Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いスピペロン( $C_{23}H_{26}FN_3O_2$ )約 1mg に対応する量を精密に量り、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、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 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、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 20mL とし、試料溶液とする。別にスピペロン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 2mL 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 100 $\mu$ L 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、それぞれの液のスピペロンのピーク面積  $A_T$  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。

スピペロン( $C_{23}H_{26}FN_3O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

$W_S$  : スピペロン標準品の量(mg)

$W_T$  : スピペロン散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のスピペロン( $C_{23}H_{26}FN_3O_2$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：248nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m 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：0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液 710mL にアセトニトリル 290mL を加えた液にリン酸を加え、pH2.3 に調整する。

流量：スピペロンの保持時間が約 5 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 100 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、スピペ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、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スピペロンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
3mg/g	15分	70%以上

**酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.0** 酢酸(100)3.0g に水を加えて1000mLとした液に，酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして500mLとした液を加え，pH4.0に調整する．

## スピペロン錠 Spiperone Tablets

**溶出試験** 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 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 中にスピペロン(C<sub>23</sub>H<sub>26</sub>FN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)約 0.28 $\mu$ g を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にスピペロン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 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 100 $\mu$ L 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、それぞれの液のスピペロンのピーク面積 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

スピペロン(C<sub>23</sub>H<sub>26</sub>FN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W<sub>s</sub> : スピペロン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のスピペロン(C<sub>23</sub>H<sub>26</sub>FN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：248nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m 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：0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液 710mL にアセトニトリル 290mL を加えた液にリン酸を加え、pH2.3 に調整する。

流量：スピペロンの保持時間が約 5 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 100 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、スピペ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、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返す。

返すとき ,スピペロンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である .

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.25mg	90 分	75% 以上
1mg	90 分	75% 以上