

スパルフロキサシン 100mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) 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 μ 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 4mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) を加えて正確に 50mL 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 0.022g を精密に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) に溶かし、正確に 200mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) を加えて正確に 50mL 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。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは、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 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{450}{C}$$

W_s : スパルフロキサシン標準品の量 (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)

スパルフロキサシン標準品 $C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$: 392.41 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。必要ならば次に示す方法で精製する。

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。析出する結晶をろ取し、水酸化カリウム溶液 (3→50) 25mL に溶かす。この液にかき混ぜながら酢酸 (100) 1.5mL を加え、析出する結晶をろ取する。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} , 1637cm^{-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 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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 5 μ 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：クエン酸三ナトリウム二水和物 5.88g に水 800mL を加えて溶かし、酢酸（100）90mL を加え、更に水酸化ナトリウム溶液（1→5）を加えて、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 10 μ L 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 にパラアミノ安息香酸エチルのメタノール溶液（1→7500）3mL を加えた液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、スパルフロキサシン、パラ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 10 μ L 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 0.5%以下（1g，105℃，3 時間）

含量 99.5%以上。 定量法 本品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.3g を精密に量り、非水滴定用酢酸（100）150mL 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=39.241mg $C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$

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．