

スピペロン 3mg/g 散

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。溶出試験開始 15 分後、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 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 25mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。更にこの液 1mL 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 μ L ずつを正確にとり、次の条件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。

本品の 15 分間の溶出率が 70%以上のときは適合とする。

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

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 4 \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{8}$$

W_s : スピペロン標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (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、リン酸で pH を 2.3 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 μ 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 μ 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。

スピペロン標準品 日本薬局方外医薬品規格「スピペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、スピペロン ($C_{23}H_{26}FN_3O_2$) 99.0%以上を含むもの。

スピペロン 0.25mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に日局崩壊試験法の第 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。溶出試験開始 90 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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、次のろ液を試料溶液とする。スピペロン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 25mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。更にこの液 1mL を正確に量り、日局崩壊試験法の第 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 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、それぞれの液のスピペロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

スピペロン ($\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{FN}_3\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{8}$$

W_s : スピペロン標準品の秤取量 (mg)

C : 1g 中のスピペロン ($\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{FN}_3\text{O}_2$) 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 $5\mu\text{m}$ 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°C 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、リン酸で pH を 2.3 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 μL 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 μL 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。

スピペロン標準品 日本薬局方外医薬品規格「スピペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、スピペロン ($\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{FN}_3\text{O}_2$) 99.0% 以上を含むもの。

スピペロン 1mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に日局崩壊試験法の第 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。溶出試験開始 90 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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、日局崩壊試験法の第 1 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°C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 25mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。更にこの液 1mL を正確に量り、日局崩壊試験法の第 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 $100\mu\text{L}$ 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。

本品の 90 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

スピペロン ($\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{FN}_3\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times 4 \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{8}$$

W_s : スピペロン標準品の秤取量 (mg)

C : 1g 中のスピペロン ($\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{FN}_3\text{O}_2$) 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 $5\mu\text{m}$ 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填する。

カラム温度 : 40°C 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、リン酸で pH を 2.3 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 $100\mu\text{L}$ 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 $100\mu\text{L}$ 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。

スピペロン標準品 日本薬局方外医薬品規格「スピペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、スピペロン ($\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{FN}_3\text{O}_2$) 99.0% 以上を含むもの。