

クエン酸タンドスピロン錠 Tandospirone Citrate Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、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 V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にクエン酸タンドスピロン($C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$)約5.6 μ gを含む液となるように水を加えて正確に V' mL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 $^{\circ}$ C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 μ 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

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 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 $^{\circ}$ C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 $\rightarrow$ 1000)にリン酸を加え、pH3.0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 μ L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 μ L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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	15 分	85%以上
10mg	15 分	85%以上

クエン酸タンドスピロン標準品 $C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$: 575.61 (1*R**,2*S**,3*R**,4*S**)-*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により精製する。

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。

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 2960cm^{-1} 、 1739cm^{-1} 、 1692cm^{-1} 、 1586cm^{-1} 及び 802cm^{-1} 付近に吸収を認める。

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 1mL を正確に量り、メタノール/イソプロピルアミン混液(100:1)を加えて正確に 500mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつ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、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは、3 個以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0%以下(1g, 減圧, 105°C, 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 $C_{21}H_{29}N_5O_2 \cdot C_6H_8O_7$