

塩酸サルポグレラート100mg/g細粒

溶出試験

本品約 0.5g を精密に量り，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．溶出試験開始 15 分後に溶出液 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，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸サルポグレラート標準品（別途本品 0.1g につき，水分測定法の電量滴定法により水分を測定しておく）約 0.025g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50mL とする．この液 5mL を正確に量り水を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 270nm 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 85% 以上のときは適合とする．

塩酸サルポグレラート ($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : 脱水物に換算した塩酸サルポグレラート標準品の量 (mg)

W_T : 塩酸サルポグレラート細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中の塩酸サルポグレラート ($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

塩酸サルポグレラート標準品 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$: 465.97
(\pm)-2-(dimethylamino)-1-[[σ -(*m*-methoxyphenethyl)phenoxy]methyl]ethyl hydrogen succinate hydrochloride で，下記の規格に適合するもの．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法の塩化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数 1741 cm^{-1} ，1603 cm^{-1} ，1246 cm^{-1} ，1163 cm^{-1} 及び 757 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

類縁物質 本品 20mg を移動相 10mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 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．試料溶液の保持時間約 6.5 分の BP-984 のピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の 1/5 倍より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び BP-984 以外のピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の 1/10 倍より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート以外のピークの合計面積は標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の 1/5 倍より大きくない．ただし，BP-984 のピーク面積は自動積分法で求め

た面積に感度係数 0.78 を乗じた値とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：272nm）

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：水／アセトニトリル／トリフルオロ酢酸混液（1300：700：1）

流量：サルポグレラートの保持時間が約 8 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サルポグレラートの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50mL とする。この液 10 μ L から得たサルポグレラートのピーク面積が標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の 7～13% になることを確認する。

システムの性能：本品 50mg に水 20mL を加え，塩酸サルポグレレート原液とする。この液 1mL に水酸化ナトリウム試液 2mL を加え，よく振り混ぜて 10 分間放置した後，1mol/L 塩酸試液 3mL を加えてよく振り混ぜ，BP-984 溶液とする。BP-984 溶液に，塩酸サルポグレレート原液 1mL を加えた後，移動相を加えて 50mL とする。この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，BP-984，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は 3 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，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

水分 0.5% 以下（0.1g，電量滴定法）。

含量 99.0～101.0%（換算した脱水物として）。定量法 本品約 0.4g を精密に量り，酢酸（100）30mL に溶かし，無水酢酸 30mL を加え，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 = 46.60mg $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$

塩酸サルポグレラート50mg錠

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。溶出試験開始15分後に溶出液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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸サルポグレラート標準品（別途本品0.1gにつき、水分測定法の電量滴定法により水分を測定しておく）約0.025gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長270nm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。

塩酸サルポグレラート ($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_s : 脱水物に換算した塩酸サルポグレラート標準品の量 (mg)

C : 1錠中の塩酸サルポグレラート ($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

塩酸サルポグレラート標準品 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$: 465.97

(±)-2-(dimethylamino)-1-[[σ

(*m*-methoxyphenethyl)phenoxy]methyl]ethyl hydrogen succinate hydrochlorideで、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の塩化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数1741 cm^{-1} 、1603 cm^{-1} 、1246 cm^{-1} 、1163 cm^{-1} 及び757 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品20mgを移動相10mLに溶かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に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。試料溶液の保持時間約6.5分のBP-984のピーク面積は、標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1/5倍より大きくなく、試料溶液のサルポグレラート及びBP-984以外のピーク面積は、標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1/10倍より大きくなく、試料溶液のサルポグレラート以外のピークの合計面積は標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1/5倍より大きくない。ただし、BP-984のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：272nm）

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°C 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／トリフルオロ酢酸混液（1300：700：1）

流量：サルポグレラートの保持時間が約 8 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サルポグレラートの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50mL とする。この液 10 μ L から得たサルポグレラートのピーク面積が標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の 7～13% になることを確認する。

システムの性能：本品 50mg に水 20mL を加え，塩酸サルポグレラート原液とする。この液 1mL に水酸化ナトリウム試液 2mL を加え，よく振り混ぜて 10 分間放置した後，1mol/L 塩酸試液 3mL を加えてよく振り混ぜ，BP-984 溶液とする。BP-984 溶液に，塩酸サルポグレラート原液 1mL を加えた後，移動相を加えて 50mL とする。この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，BP-984，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は 3 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，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

水分 0.5% 以下（0.1g，電量滴定法）。

含量 99.0～101.0%（換算した脱水物として）。定量法 本品約 0.4g を精密に量り，酢酸（100）30mL に溶かし，無水酢酸 30mL を加え，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 = 46.60mg $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$

塩酸サルポグレラート100mg錠

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。溶出試験開始30分後に溶出液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5mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別に塩酸サルポグレラート標準品（別途本品0.1gにつき、水分測定法の電量滴定法により水分を測定しておく）約0.025gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長270nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の30分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

塩酸サルポグレラート ($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : 脱水物に換算した塩酸サルポグレラート標準品の量 (mg)

C : 1錠中の塩酸サルポグレラート ($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

塩酸サルポグレラート標準品 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$: 465.97
(\pm)-2-(dimethylamino)-1-[[*o*-(*m*-methoxyphenethyl)phenoxy]methyl]ethyl hydrogen succinate hydrochlorideで、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の塩化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数1741 cm^{-1} 、1603 cm^{-1} 、1246 cm^{-1} 、1163 cm^{-1} 及び757 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品20mgを移動相10mLに溶かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に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。試料溶液の保持時間約6.5分のBP-984のピーク面積は、標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1/5倍より大きくなく、試料溶液のサルポグレラート及びBP-984以外のピーク面積は、標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1/10倍より大きくなく、試料溶液のサルポグレラート以外のピークの合計面積は標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の

1/5 倍より大きくない。ただし、BP-984 のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数 0.78 を乗じた値とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：272nm）

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：水／アセトニトリル／トリフルオロ酢酸混液（1300：700：1）

流量：サルポグレラートの保持時間が約 8 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サルポグレラートの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50mL とする。この液 10 μ L から得たサルポグレラートのピーク面積が標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の 7～13% になることを確認する。

システムの性能：本品 50mg に水 20mL を加え，塩酸サルポグレレート原液とする。この液 1mL に水酸化ナトリウム試液 2mL を加え，よく振り混ぜて 10 分間放置した後，1mol/L 塩酸試液 3mL を加えてよく振り混ぜ，BP-984 溶液とする。BP-984 溶液に，塩酸サルポグレレート原液 1mL を加えた後，移動相を加えて 50mL とする。この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，BP-984，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は 3 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，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

水分 0.5% 以下（0.1g，電量滴定法）。

含量 99.0～101.0%（換算した脱水物として）。定量法 本品約 0.4g を精密に量り，酢酸（100）30mL に溶かし，無水酢酸 30mL を加え，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 = 46.60mg $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$