

サルポグレラート塩酸塩細粒 Sarpogrelate Hydrochloride Fine Granules

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$)約50mg に対応する量を精密に量り，試験液に水900mLを用い，パドル法により，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，次のろ液を試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途0.1gにつき，電量滴定法により水分 <2.48> を測定しておく)約25mg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，紫外可視吸光度測定法 <2.24> 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．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

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

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 180$$

W_S : 脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15分	85%以上

サルポグレラート塩酸塩標準品 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$:465.97 (1RS)-2-(ジメチルアミノ)-1-{{2-(3-メトキシフェネチル)フェノキシ}メチル}エチル水素サクシナート・塩酸塩で，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 <2.25> の塩化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数 1741cm^{-1} ， 1603cm^{-1} ， 1246cm^{-1} ， 1163cm^{-1} 及び 757cm^{-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ィー <2.01> 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。試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約 0.85 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 より大きくなく、試料溶液のサルポグレラート及び上記のピーク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 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 より大きくない。ただし、サルポグレラートに対する相対保持時間約 0.85 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ィー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：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：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート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 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 <2.48> 0.5%以下(0.1g，電量滴定法)。

含量 換算した脱水物に対し，99.0%以上 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 <2.50>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 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$

サルポグレラート塩酸塩錠 Sarpogrelate Hydrochloride Tablets

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にサルポグレラート塩酸塩 ($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$) 約 55.6 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。別にサルポグレラート塩酸塩標準品 (別途 0.1g につき、電量滴定法により水分 <2.48> を測定しておく) 約 25mg 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、紫外可視吸光度測定法 <2.24> 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V/V) \times (1/C) \times 180$$

W_S : 脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	15 分	80%以上
100mg	30 分	80%以上

サルポグレラート塩酸塩標準品 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$: 465.97 (1RS)-2-(ジメチルアミノ)-1-[[2-(3-メトキシフェネチル)フェノキシ]メチル}エチル水素サクシナー ト・塩酸塩で、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 <2.25> の塩化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数 1741cm^{-1} 、 1603cm^{-1} 、 1246cm^{-1} 、 1163cm^{-1} 及び 757cm^{-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ィー<2.01>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。試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約 0.85 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 より大きくなく、試料溶液のサルポグレラート及び上記のピーク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 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 より大きくない。ただし、サルポグレラートに対する相対保持時間約 0.85 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ィー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：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：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、サルポグレラート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 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 <2.48> 0.5% 以下（0.1g，電量滴定法）。

含量 換算した脱水物に対し 99.0% 以上。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 <2.50> 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 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$

サルポグレラート塩酸塩錠 Sarpogrelate Hydrochloride Tablets

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にサルポグレラート塩酸塩 ($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$) 約 55.6 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。別にサルポグレラート塩酸塩標準品 (別途 0.1g につき、電量滴定法により水分 <2.48> を測定しておく) 約 25mg 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、紫外可視吸光度測定法 <2.24> 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 180$$

W_S : 脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	15 分	80%以上
100mg	30 分	80%以上

サルポグレラート塩酸塩標準品 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$: 465.97 (1RS)-2-(ジメチルアミノ)-1-{{2-(3-メトキシフェネチル)フェノキシ}メチル}エチル水素サクシナート・塩酸塩で、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 <2.25> 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ィー<2.01>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。試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約 0.85 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 より大きくなく、試料溶液のサルポグレラート及び上記のピーク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 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 より大きくない。ただし、サルポグレラートに対する相対保持時間約 0.85 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ィー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：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：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、サルポグレラート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 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 <2.48> 0.5% 以下（0.1g，電量滴定法）。

含量 換算した脱水物に対し 99.0% 以上。 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 <2.50> 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 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$