

酒石酸メトプロロール錠

Metoprolol Tartrate 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0.5 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中に酒石酸メトプロロール (C₁₅H₂₅NO₃ · 1/2C₄H₆O₆) 約22 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。別に酒石酸メトプロロール標準品を60 で4時間減圧乾燥し、その約0.056gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。この液8mLを正確に量り、水を加えて正確に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、メトプロロールのピーク面積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。

酒石酸メトプロロール (C₁₅H₂₅NO₃ · 1/2C₄H₆O₆) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : 酒石酸メトプロロール標準品の量 (mg)

C : 1錠中の酒石酸メトプロロール (C₁₅H₂₅NO₃ · 1/2C₄H₆O₆) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：274nm)

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：25 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム14.0gを水1000mLに溶かし、薄めた過塩素酸(17 2000)を加えてpH3.2に調整する。この液750mLにアセトニトリル250mLを加える。

流量：メトプロロールの保持時間が約8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、メトプロロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、1.5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、メトプロロール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
20mg	30分	80%以上
40mg	30分	80%以上

酒石酸メトプロロール徐放錠

Metoprolol Tartrate Extended-release 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を正確にとり，直ちに 37 ± 0.5 に加温した水20mLを正確に注意して補う．溶出液は孔径 $0.5\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り，表示量に従い1mL中に酒石酸メトプロロール ($\text{C}_{15}\text{H}_{25}\text{NO}_3 \cdot 1/2\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$) 約 $22\mu\text{g}$ を含む液となるように水を加えて正確に $V\text{ mL}$ とし，試料溶液とする．別に酒石酸メトプロロール標準品を60 で4時間減圧乾燥し，その約 0.056g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 8 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 $50\mu\text{L}$ 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，メトプロロールのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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．

n 回目の溶出液採取時における酒石酸メトプロロール ($\text{C}_{15}\text{H}_{25}\text{NO}_3 \cdot 1/2\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n = 1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : 酒石酸メトプロロール標準品の量 (mg)

C : 1錠中の酒石酸メトプロロール ($\text{C}_{15}\text{H}_{25}\text{NO}_3 \cdot 1/2\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274nm）

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：25 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 14.0g を水 1000mL に溶かし，薄めた過塩素酸(17 2000)を加えて $\text{pH}3.2$ に調整する．この液 750mL にアセトニトリル 250mL を加える．

流量：メトプロロールの保持時間が約8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 $50\mu\text{L}$ につき，上記の条件で操作するとき，メトプロロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液 $50\mu\text{L}$ につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メトプロロール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
120mg	1時間	15 ~ 45%
	3時間	40 ~ 70%
	8時間	75% 以上