

## ピンドロール徐放カプセル Pindolol Extended-release Capsules

### 溶出試験

[pH1.2] 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5μm 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 中にピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )約 5.6μg を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に  $V'$  mL とし、試料溶液とする。別にピンドロール標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50μL 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、それぞれの液のピンド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。

ピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_S$  : ピンドロール標準品の量(mg)

$C$  : 1 カプセル中のピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )の表示量(mg)

[pH6.8] 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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℃に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 0.5μm 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 中にピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )約 5.6μg を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に  $V'$  mL とし、試料溶液とする。別にピンドロール標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50μL 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、それぞれの液のピンド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ピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)( $n=1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_S$  : ピンドロール標準品の量(mg)

$C$  : 1 カプセル中のピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：264nm)

カラム：内径 4mm、長さ 15cm のステンレス管に 5μm 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／トリエチルアミン混液(900:100:1)にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。

流量：ピンド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 50μL につき、上記の条件で操作するとき、ピンド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 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピンド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	pH	規定時間	溶出率
5 mg	1.2	60 分	25～40%
	6.8	15 分	15～45%
		3 時間	40～70%
	15 mg	24 時間	80%以上
15 mg	1.2	60 分	25～40%
	6.8	15 分	15～45%
		3 時間	40～70%
		24 時間	80%以上

## ピンドロール徐放錠 Pindolol Extended-release Tablets

### 溶出試験

[pH1.2] 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45μm 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 中にピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )約 22μg を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に  $V'$  mL とし、試料溶液とする。別にピンドロール標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、崩壊試験法の第 1 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 264nm 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。

ピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

$W_s$  : ピンドロール標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )の表示量(mg)

[pH6.8] 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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℃に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 0.45μm 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 中にピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )約 22μg を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に  $V'$  mL とし、試料溶液とする。別にピンドロール標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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 264nm における吸光度  $A_{T(n)}$  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ピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)( $n=1, 2, 3$ )

$$= W_s \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

$W_s$  : ピンドロール標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のピンドロール( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )の表示量(mg)

溶出規格

表示量	PH	規定時間	溶出率
20 mg	1.2	120 分	50~65%
		30 分	10~40%
	6.8	60 分	45~75%
		24 時間	85%以上