

メトトレキサート錠 Methotrexate 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 Vml を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にメトトレキサート ($C_{20}H_{22}N_8O_5$) 約 2.8 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。別にメトトレキサート標準品 (別途メトトレキサート (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.028g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100mL とする。この液 1mL 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、メトトレキサートのピーク面積 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。

メトトレキサート ($C_{20}H_{22}N_8O_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{V} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : 脱水物に換算したメトトレキサート標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のメトトレキサート ($C_{20}H_{22}N_8O_5$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：302nm)

カラム：内径 4mm、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：0.2mol/L リン酸二水素カリウム試液 250mL に 0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液 29mL 及び水を加えて 1000mL とする。この液 890mL にアセトニトリル 110mL を加える。

流量：メトトレキサートの保持時間が約 4 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、メトトレキサ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、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、メトトレキサートのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
2.5 mg	45 分	85%以上