

## フラビンアデニンジヌクレオチド 5mg 腸溶錠

### 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。溶出試験開始 120 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 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、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL を正確に加えて試料溶液とする。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品（別途フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム（日局）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.030g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加え、正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μL 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、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 5% 以下のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド ( $C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 0.947$$

$W_s$  : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド ( $C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$ ) 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。溶出試験開始 90 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 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。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品（別途「フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム」と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.030g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加え、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μL 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、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド ( $C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 0.947$$

$W_s$  : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド ( $C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：450nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μm 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：35 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(1 500) / メタノール混液 (4 : 1)

流量：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約 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 100  $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，フラビンアデニンジヌクレオチド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，2.0 以下である .

システムの再現性：標準溶液 100  $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である .

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品：フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム (日局) . ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム ( $C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$ ) 99.0% 以上を含むもの .

## フラビンアデニンジヌクレオチド腸溶錠 10mg

### 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。溶出試験開始 120 分後、溶出液 20mL 以上をとり、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 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 10mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL を正確に加えて試験溶液とする。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品（別途フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム（日同）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.030g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加え、正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液 100  $\mu\text{L}$  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、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 5% 以下のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド ( $\text{C}_{27}\text{H}_{33}\text{N}_9\text{O}_{15}\text{P}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 0.947$$

$W_s$  : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド ( $\text{C}_{27}\text{H}_{33}\text{N}_9\text{O}_{15}\text{P}_2$ ) 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。溶出試験開始 90 分後、溶出液 20mL 以上をとり、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 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 10mL とし、試験溶液とする。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品（別途「フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム」と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.030g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加え、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液 100  $\mu\text{L}$  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、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド ( $\text{C}_{27}\text{H}_{33}\text{N}_9\text{O}_{15}\text{P}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 0.947$$

$W_s$  : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド ( $\text{C}_{27}\text{H}_{33}\text{N}_9\text{O}_{15}\text{P}_2$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：450nm）

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：35 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(1 500) / メタノール混液 (4 : 1)

流量：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約 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 100  $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，フラビンアデニンジヌクレオチド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， 2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100  $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品：フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム(日局) .ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム( $C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{13}P_2$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## フラビンアデニンジヌクレオチド 15mg 腸溶錠

溶出試験 溶出液採取後，試料溶液の調製までの操作は速やかに行う。

[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。溶出試験開始120分後，溶出液20mL以上をとり，孔径0.5 $\mu$ 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3mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にフラビンアデニンジヌクレオチド(C<sub>27</sub>H<sub>33</sub>N<sub>9</sub>O<sub>15</sub>P<sub>2</sub>)約5.6 $\mu$ g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9mLとする。この液5mLを正確に量り，pH7.4のリン酸塩緩衝液5mLを正確に加えて試料溶液とする。別に，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の水分測定しておき，脱水物に換算して，約0.030gを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとする。更にこの液5mLを正確に量り，pH7.4のリン酸塩緩衝液5mLを正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 $\mu$ 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，それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品の120分間の溶出率が5%以下のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド(C<sub>27</sub>H<sub>33</sub>N<sub>9</sub>O<sub>15</sub>P<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 54 \times 0.947$$

W<sub>s</sub>: フラビンアデニンジヌクレオチド標準品の量(mg)

C: 1錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド(C<sub>27</sub>H<sub>33</sub>N<sub>9</sub>O<sub>15</sub>P<sub>2</sub>)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。溶出試験開始90分後，溶出液20mL以上をとり，孔径0.5 $\mu$ 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3mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にフラビンアデニンジヌクレオチド(C<sub>27</sub>H<sub>33</sub>N<sub>9</sub>O<sub>15</sub>P<sub>2</sub>)約5.6 $\mu$ g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9mLとし，試料溶液とする。別に，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の水分を測定しておき，脱水物に換算して約0.030gを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 $\mu$ 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，それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品の90分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド(C<sub>27</sub>H<sub>33</sub>N<sub>9</sub>O<sub>15</sub>P<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 54 \times 0.947$$

W<sub>s</sub>: フラビンアデニンジヌクレオチド標準品の量(mg)

C: 1錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド(C<sub>27</sub>H<sub>33</sub>N<sub>9</sub>O<sub>15</sub>P<sub>2</sub>)の表示量(mg)

### 操作条件

検出器: 可視吸光光度計(測定波長: 450nm)

カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレスカラム管に5 $\mu$ 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填する。

カラム温度: 35 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム(1 500) / メタノール混液(4:1)

流量：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約8分になるように調整する。

#### システムの適合性

システムの性能：標準容液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フラビンアデニンジヌクレオチドのピークのシンメトリー係数が2.0以下で、理論段数2000以上のものを用いる。

システムの再現性：標準容液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品 日局「フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム」ただし、定量をするとき、換算した脱水物に対し、フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム99.0%以上を含むもの。