

リボフラビン 5mg・塩酸ピリドキシン 10mg 錠

溶出試験 本操作は光を避けて行う。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、規定時間後に溶出液 20 mL 以上をとる。溶出液は孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。はじめのろ液 10mL を除き、次のろ液 10mL を正確に量り、水を用いて正確に 20mL とし、試料溶液とする。

別に塩酸ピリドキシン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、リボフラビン標準品を 105℃ で 2 時間乾燥し、各々その約 0.022g を精密に量り、各々水 150mL を加えて加温して溶かし、冷後、各々水を加えて、正確に 200mL とする。塩酸ピリドキシンの方を 10mL、リボフラビンの方 5 mL を正確に量り、合わせて水を加えて、正確に 200mL とし、これを標準溶液とする。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法により試験を行い、それぞれのピリドキシンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにリボフラビンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を求める。

本品の 45 分後の溶出率が塩酸ピリドキシン 85% 以上、リボフラビン 85% 以上のときは適合する。

塩酸ピリドキシン ($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 45$$

リボフラビン ($C_{17}H_{20}N_4O_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 22.5$$

W_{Sa} : 塩酸ピリドキシン標準品の量 (mg)

W_{Sb} : リボフラビン標準品の量 (mg)

C_a : 1 錠中の塩酸ピリドキシン ($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

C_b : 1 錠中のリボフラビン ($C_{17}H_{20}N_4O_6$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm 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：40℃ 付近の一定温度

移動相：0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液に水を加えて正確に 2 倍容

量とした液を 760mL にメタノール 240mL を加えた後，1-デカンスルホン酸ナトリウム 1 g を加える。

流量：リボフラビン保持時間が約 6 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，リボフラビン・ピリドキシンの順に溶出し，ピリドキシン及びリボフラビン分離度は、3 以上のものを用いる。

システム再現性：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，ピリドキシン及びリボフラビンのピーク面積の相対標準偏差は，3.0% 以下である。

塩酸ピリドキシン標準品：塩酸ピリドキシン（日局）

リボフラビン標準品：リボフラビン（日局）