

チアミンジスルフィド 10mg・ピリドキシリン塩酸塩 50mg・

シアノコバラミン 0.25mg 錠

**Thiamine Disulfide 10mg, Pyridoxine Hydrochloride 50mg and
Cyanocobalamin 0.25mg Tablets**

溶出性〈6.10〉 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、パドル法により、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、次のろ液を試料溶液(1)とする。試料溶液(1)2mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 2mL を正確に加え、試料溶液(2)とする。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

チアミンジスルフィド、ピリドキシリン塩酸塩

別にチアミンジスルフィド標準品(別途 0.2gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約 15mgを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に 50mLとし、標準原液(1)とする。また、ピリドキシリン塩酸塩標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 25mgを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に 50mLとし、標準原液(2)とする。標準原液(1)2mLを正確に量り、標準原液(2)6mLを正確に加え、更に 0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に 50mLとする。この液 2mLを正確に量り、水 2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液(2)及び標準溶液 20 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のチアミンジスルフィド及びピリドキシリンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} 並びに A_{Sa} 及び A_{Sb} を測定する。

チアミンジスルフィド($C_{24}H_{34}N_8O_4S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 72$$

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

$$= W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 216$$

W_{Sa} : 脱水物に換算したチアミンジスルフィド標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : ピリドキシン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

Ca : 1錠中のチアミンジスルフィド($C_{24}H_{34}N_8O_4S_2$)の表示量(mg)

C_b : 1錠中のピリドキシン塩酸塩($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 250nm)

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ィー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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 6.80g 及び 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 0.26g をとり, 水に溶かして 1000mL とした後, リン酸で pH を 2.1 に調整する. この液 870mL にアセトニトリル 130mL を加える.

流量 : ピリドキシンの保持時間が約 3 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 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ピリドキシン, チアミンジスルフィドの順で溶出し, その分離度が 5 以上, 各成分のピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 1500 段以上, 2.0 以下である.

システムの再現性 : 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, ピリドキシン及びチアミンジスルフィドのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0%以下である.

シアノコバラミン

別に, シアノコバラミン標準品(別途酸化リン(V)を乾燥剤として 100 $^{\circ}$ Cで 4 時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し, その減量 <2.41> を測定しておく)約 20mgを精密に量り, 水に溶かし, 正確に 200mLとする. この液 5mLを正確に量り, 水を加えて正確に 100mLとする. この液 5mL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(1)及び標準溶液 100 μ Lずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い, それぞれの液のシアノコバラミンのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} を測定する.

シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sc} \times (A_{Tc}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 9/8$$

W_{Sc} : 乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

C_c : 1錠中のシアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：361nm)

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ィー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：酢酸アンモニウム 3.85g を水約 900mL に溶かし，酢酸(100)で pH を 4.0 に調整し，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：シアノコバラミンの保持時間が約 7 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 μ L につき，上記の条件で操作するとき，シアノコバラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1500 段以上，2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シアノコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
チアミンジスルフィド	10mg	3 時間	80%以上
ピリドキシン塩酸塩	50mg	3 時間	80%以上
シアノコバラミン	0.25 mg	3 時間	85%以上