

チアミンジスルフィド 10mg・ピリドキシン塩酸塩 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 0.45μm 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 20μL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 : 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°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 <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

チアミンジスルフィド 10mg・ピリドキシン塩酸塩 25mg・
シアノコバラミン 0.25mg カプセル

Thiamine Disulfide 10mg , Pyridoxine Hydrochloride 25mg, Cyanocobalamin 0.25mg
Capsules

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（ただし、シンカーを用いる）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、直接滴定法により水分〈2.48〉を測定しておく）約 22mg を精密に量り、希塩酸 0.1mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 20mL とし、標準原液（1）とする。また、ピリドキシン塩酸塩標準品をシリカゲルデシケーターで 4 時間減圧乾燥し、その約 27.5mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 20mL とし、標準原液（2）とする。標準原液（1） 1 mL 及び標準原液（2） 2mL を正確に加えた後、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 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のピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにピリドキシンのピーク面積 A_{Tb} 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(%)
$$= W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 45$$

ピリドキシン塩酸塩 ($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率(%)
$$= W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 90$$

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)

C_a : 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℃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，pH2.1 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，その分離度は 5 以上である．

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 3.0%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 50mg につき，酸化リン（V）を乾燥剤として 100℃で 4 時間減圧乾燥し，その減量〈2.41〉を測定しておく）約 27.5mg を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 20mL とする．この液 1mL を正確に量り，水を加えて正確に 50mL 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 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(%)

$$=W_{Sc} \times (A_{Tc}/A_{Sc}) \times (1/C) \times (9/10)$$

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 ：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，酢酸で pH4.0 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 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	30 分	85%以上
ピリドキシン塩酸塩	25mg		85%以上
シアノコバラミン	0.25mg		75%以上