

トコフェロールニコチン酸エステル細粒 Tocopherol Nicotinate Fine Granules

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いトコフェロールニコチン酸エステル ($C_{35}H_{53}NO_3$)約 0.2g に対応する量を精密に量り，試験液にラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500) 900mL を用い，パドル法により，毎分 100 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 $0.45\mu\text{m}$ 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，次のろ液を試料溶液とする．別にトコフェロールニコチン酸エステル標準品約 22mg を精密に量り，エタノール(99.5) 5mL に溶かした後，ラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)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 $10\mu\text{L}$ ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い，それぞれの液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積 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．

トコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 900$$

W_S : トコフェロールニコチン酸エステル標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のトコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：264nm)

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°C 付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約 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 $10\mu\text{L}$ につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 2500 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 $10\mu\text{L}$ につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対

標準偏差は 1.5%以下である.

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
400mg/g	15 分	80%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.8 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に, クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え, pH 6.8 に調整する.

トコフェロールニコチン酸エステルカプセル Tocopherol Nicotinate Capsules

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり，試験液にラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500) 900mL を用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分 100 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にトコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)約 0.11mg を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)を加えて正確に V mL とし，試料溶液とする．別にトコフェロールニコチン酸エステル標準品約 22mg を精密に量り，エタノール(99.5) 10 mL に溶かした後，ラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)を加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 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，それぞれの液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積 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．

トコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V/V) \times (1/C) \times 450$$

W_S : トコフェロールニコチン酸エステル標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のトコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：264nm)

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：メタノール

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約 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 10 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，
トコフェロールニコチン酸エステルのピークの理論段数及びシンメ
トリー係数はそれぞれ 2500 段以上，1.5 以下である。

システムの再現性：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，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対
標準偏差は 1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	15 分	70%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 6.8 0.05mol/L リン酸水素
二ナトリウム試液 1000mL に，クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして
1000mL とした液を加え，pH 6.8 に調整する。