

オクトチアミン 25mg・リボフラビン 2.5mg・ピリドキシリン塩酸塩 40mg・シアノコバラミン 0.25mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。オクトチアミンの場合には溶出試験開始 90 分後、リボフラビン、ピリドキシリン塩酸塩及びシアノコバラミンの場合には溶出試験開始 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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、次のろ液を試験に用いる。

オクトチアミン

ろ液を試料溶液とする。別にオクトチアミ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、その約 27mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かして正確に 200mL とし、この液 10mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50mL 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、それぞれの液のオクトチアミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

オクトチアミン ($C_{23}H_{36}N_4O_5S_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$$

W_s : オクトチアミン標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のオクトチアミン ($C_{23}H_{36}N_4O_5S_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 236nm)

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: 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 過塩素酸ナトリウム 7.0 g を量り、水 1000 mL を加えて溶かした後、薄めたリン酸 (1 \rightarrow 10) を用いて pH を 3.0 に調整する。この液 900mL にメタノール 1100mL を加える。

流量: オクトチア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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オクトチア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 1000 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、オクトチアミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

リボフラビン、ピリドキシリン塩酸塩

本操作は光を避けて行う。ろ液を試料溶液とする。別にリボフラビン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 14mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液

を加えて溶かし、正確に 200mL とし、標準原液 (1) とする。別に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 22mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて溶かし、正確に 50mL とし、標準原液 (2) とする。標準原液 (1) 4mL 及び標準原液 (2) 10mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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 (2.0I) により試験を行い、それぞれの液のリボフラビンのピーク面積 A_{T1} , A_{S1} 及びピリドキシンのピーク面積 A_{T2} , A_{S2} を測定する。

本品のリボフラビン及びピリドキシン塩酸塩の 30 分間の溶出率が、それぞれ 85% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{リボフラビン (C}_{17}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_6) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_s \times (A_{T1} / A_{S1}) \times (1 / C) \times 18 \end{aligned}$$

W_s : リボフラビン標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のリボフラビン (C₁₇H₂₀N₄O₆) の表示量 (mg)

$$\begin{aligned} & \text{ピリドキシン塩酸塩 (C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_s \times (A_{T2} / A_{S2}) \times (1 / C) \times 180 \end{aligned}$$

W_s : ピリドキシン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のピリドキシン塩酸塩 (C₈H₁₁NO₃·HCl) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 267nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.5g をとり、水 825mL を加えて溶かす。この液にアセトニトリル 175mL 及びリン酸 1mL を加える。

流量 : リボフラビンの保持時間が約 5 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、その分離度は 9 以上である。

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、リボフラビン及びピリドキシンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ、1.5% 以下である。

シアノコバラミン

本操作は光を避けて行う。ろ液を試料溶液とする。別にシアノコバラミン標準品 (別途乾燥減量 (2.4I) を測定しておく) 約 27mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50mL とする。この液 2mL を正

確に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に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(2.0I)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_T 及び A_S を測定する。

本品の30分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

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(%)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (9 / 10)$

W_s : 乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の量(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: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相: リン酸0.49g, リン酸二水素ナトリウム二水和物0.60g及び過塩素酸ナトリウム14gを水に溶かし, 1000mLとする。この液にメタノール500mLを加える。

流量: シアノコバラミンの保持時間が約5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1000段以上, 1.5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1.5%以下である。

オクトチアミン標準品 「オクトチアミン」。ただし, 乾燥したものを定量するとき, オクトチアミン($C_{23}H_{36}N_4O_5S_3$)99.0%以上を含むもの。

リボフラビン標準品 リボフラビン標準品(日局)。

ピリドキシン塩酸塩標準品 ピリドキシン塩酸塩標準品(日局)。

シアノコバラミン標準品 シアノコバラミン標準品(日局)。

ベンフォチアミン 138.3mg/g・ピリドキシリン塩酸塩 100mg/g・シアノコバラミン 1mg/g 散

溶出性 (6.10) 本品の約 0.5g を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分及び 120 分後、溶出液 20 mL を正確にとり、15 分時点には直ちに 37 ± 0.5 °C に加温した水 20 mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、試験液 5 mL と移動相を加えて正確に 20 mL とし、溶出試験開始 15 分及び 120 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別に、シアノコバラミン標準品 (別途、減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン(V)、100 °C、4 時間で乾燥し、その乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約 28 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、シアノコバラミン標準原液とする。また、ピリドキシリン塩酸塩標準品を減圧、シリカゲルで 4 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、ピリドキシリン塩酸塩標準原液とする。更に、ベンフォチアミン標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 19 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、ベンフォチアミン標準原液とする。シアノコバラミン標準原液、ピリドキシリン塩酸塩標準原液それぞれ 5 mL 及びベンフォチアミン標準原液 10 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)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ィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のピリドキシリンのピーク面積 $A_{T1(1)}$ 及び A_{S1} 、シアノコバラミンのピーク面積 $A_{T2(1)}$ 及び A_{S2} 、ベンフォチアミンのピーク面積 $A_{T3(1)}$ 、 $A_{T3(2)}$ 及び A_{S3} を測定する。

本品のピリドキシリン塩酸塩とシアノコバラミンの 15 分間の溶出率が 80%、85% 以上で、ベンフォチアミンの 120 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

ピリドキシリン塩酸塩($\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_{T1(1)} / A_{S1}) \times (1 / C) \times 180$$

W_S : ピリドキシリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のピリドキシリン塩酸塩($\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$)の表示量(mg)

シアノコバラミン($\text{C}_{63}\text{H}_{88}\text{CoN}_{14}\text{O}_{14}\text{P}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_{T2(1)} / A_{S2}) \times (1 / C) \times (9 / 5)$$

W_S : 乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のシアノコバラミン($\text{C}_{63}\text{H}_{88}\text{CoN}_{14}\text{O}_{14}\text{P}$)の表示量(mg)

ベンフォチアミン($\text{C}_{19}\text{H}_{23}\text{N}_4\text{O}_6\text{PS}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times [(A_{T3(2)} / A_{S3}) + (A_{T3(1)} / A_{S3}) \times (1 / 45)] \times (1 / C) \times 360$$

W_S : ベンフォチアミン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 350 nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液 (171 : 27 : 2) 1000 mL に 1-ペンタン
スルホン酸ナトリウム 2.0 g を溶かした液。

流量 : シアノコバラミンの保持時間が約 5 分になるよう調整する。

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, ピリドキシ
ン, シアノコバラミン及びベンフォチアミンの順に溶出し, ピリドキシ
ンとシアノコバラミンの並びにシアノコバラミンとベンフォチアミンの分離度はそれぞれ 2 以上である。

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相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

シアノコバラミン標準品 シアノコバラミン標準品 (日局)。

ピリドキシリン塩酸塩標準品 ピリドキシリン塩酸塩標準品 (日局)。

ベンフォチアミン標準品 「ベンフォチアミン」。ただし, 乾燥したものを定量するとき, ベ
ンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)99.0 % 以上を含むもの。

ベンフォチアミン 34.58mg・ピリドキシリン塩酸塩 25mg・シアノコバラミン 0.25mg カプセル

溶出性 (6.10) 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分及び 90 分後、溶出液 20 mL を正確にとり、30 分時点には直ちに 37 ± 0.5 °C に加温した水 20 mL を正確に注意して補う。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。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とし、溶出試験開始 30 分及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別に、シアノコバラミン標準品(別途、減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン(V)、100 °C、4 時間で乾燥し、その乾燥減量 (2.41) を測定しておく)約 28 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、シアノコバラミン標準原液とする。また、ピリドキシリン塩酸塩標準品を減圧、シリカゲルで 4 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、ピリドキシリン塩酸塩標準原液とする。更に、ベンフォチアミン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 19 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、ベンフォチアミン標準原液とする。シアノコバラミン標準原液、ピリドキシリン塩酸塩標準原液それぞれ 5 mL 及びベンフォチアミン標準原液 10 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)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、それぞれの液のピリドキシリンのピーク面積 $A_{T1(1)}$ 及び A_{S1} 、シアノコバラミンのピーク面積 $A_{T2(1)}$ 及び A_{S2} 、ベンフォチアミンのピーク面積 $A_{T3(1)}$ 、 $A_{T3(2)}$ 及び A_{S3} を測定する。

本品のピリドキシリン塩酸塩とシアノコバラミンの 30 分間の溶出率が 80%、85% 以上で、ベンフォチアミンの 90 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

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 (%)

$$= W_S \times (A_{T1(1)} / A_{S1}) \times (1 / C) \times 90$$

W_S : ピリドキシリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のピリドキシリン塩酸塩($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$)の表示量(mg)

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 (%)

$$= W_S \times (A_{T2(1)} / A_{S2}) \times (1 / C) \times (9 / 10)$$

W_S : 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 カプセル中のシアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)の表示量(mg)

ベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times [(A_{T3(2)} / A_{S3}) + (A_{T3(1)} / A_{S3}) \times (1 / 45)] \times (1 / C) \times 180$$

W_S : ベンフォチアミン標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：350 nm）

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：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液（171：27：2）1000 mL に 1-ペンタンス
ルホン酸ナトリウム 2.0 g を溶かした液。

流量：シアノコバラミンの保持時間が約 5 分になるよう調整する。

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，ピリドキシ
ン，シアノコバラミン及びベンフォチアミンの順に溶出し，ピリドキシ
ンとシアノコバラミンの並びにシアノコバラミンとベンフォチアミンの分離度はそれぞれ 2 以上である。

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相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

シアノコバラミン標準品 シアノコバラミン標準品（日局）。

ピリドキシリン塩酸塩標準品 ピリドキシリン塩酸塩標準品（日局）。

ベンフォチアミン標準品 「ベンフォチアミン」。ただし，乾燥したものは定量するとき，ベン
フォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆P S)99.0 % 以上を含むもの。

ベンフォチアミン 69.15mg・ピリドキシリン塩酸塩 50mg・シアノコバラミン 0.5mg カプセル

溶出性 (6.10) 本品1個をとり、試験液に水 900 mLを用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分及び 90 分後、溶出液 20 mLを正確にとり、30 分時点には直ちに 37 ± 0.5 °Cに加熱した水 20 mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mLを除き、次のろ液 5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 20mLとし、溶出試験開始 30 分及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別に、シアノコバラミン標準品(別途、減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン(V)、100 °C、4 時間で乾燥し、その乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約 28 mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mLとする。この液 2 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mLとし、シアノコバラミン標準原液とする。また、ピリドキシリン塩酸塩標準品を減圧、シリカゲルで 4 時間乾燥し、その約 28 mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mLとし、ピリドキシリン塩酸塩標準原液とする。更に、ベンフォチアミン標準品を 105 °Cで 2 時間乾燥し、その約 19 mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mLとし、ベンフォチアミン標準原液とする。シアノコバラミン標準原液、ピリドキシリン塩酸塩標準原液それぞれ 5 mL及びベンフォチアミン標準原液 10 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)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ィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のピリドキシリンのピーク面積 $A_{T1(1)}$ 及び A_{S1} 、シアノコバラミンのピーク面積 $A_{T2(1)}$ 及び A_{S2} 、ベンフォチアミンのピーク面積 $A_{T3(1)}$ 、 $A_{T3(2)}$ 及び A_{S3} を測定する。

本品のピリドキシリン塩酸塩とシアノコバラミンの 30 分間の溶出率が 75%、85%以上で、ベンフォチアミンの 90 分間の溶出率が 75%以上のときは適合とする。

ピリドキシリン塩酸塩($\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_{T1(1)} / A_{S1}) \times (1 / C) \times 180$$

W_s : ピリドキシリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のピリドキシリン塩酸塩($\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$)の表示量(mg)

シアノコバラミン($\text{C}_{63}\text{H}_{88}\text{CoN}_{14}\text{O}_{14}\text{P}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_{T2(1)} / A_{S2}) \times (1 / C) \times (9 / 5)$$

W_s : 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 カプセル中のシアノコバラミン($\text{C}_{63}\text{H}_{88}\text{CoN}_{14}\text{O}_{14}\text{P}$)の表示量(mg)

ベンフォチアミン($\text{C}_{19}\text{H}_{23}\text{N}_4\text{O}_6\text{PS}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times [(A_{T3(2)} / A_{S3}) + (A_{T3(1)} / A_{S3}) \times (1 / 45)] \times (1 / C) \times 360$$

W_s : ベンフォチアミン標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のベンフォチアミン($\text{C}_{19}\text{H}_{23}\text{N}_4\text{O}_6\text{PS}$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：350 nm）

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：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液（171：27：2）1000 mL に 1-ペンタンス
ルホン酸ナトリウム 2.0 g を溶かした液。

流量：シアノコバラミンの保持時間が約 5 分になるよう調整する。

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，ピリドキシ
ン，シアノコバラミン及びベンフォチアミンの順に溶出し，ピリドキシ
ンとシアノコバラミンの並びにシアノコバラミンとベンフォチアミンの分離度はそれぞれ 2 以上である。

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相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

シアノコバラミン標準品 シアノコバラミン標準品（日局）。

ピリドキシリン塩酸塩標準品 ピリドキシリン塩酸塩標準品（日局）。

ベンフォチアミン標準品 「ベンフォチアミン」。ただし，乾燥したものは定量するとき，ベン
フォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆P S)99.0 % 以上を含むもの。

メトキサレン 10mg 錠

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溶液 (1→100) 900 mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 90 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にメトキサレン標準品約 22 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→100) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→100) を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 303nm における吸光度 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。

メトキサレン ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{O}_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$$

W_S : 脱水物に換算したメトキサレン標準品の秤取量 (mg)

C : 1 個中のメトキサレン ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{O}_4$) 表示量 (mg)

メトキサレン標準品 メトキサレン標準品 (日局).

ファロペネムナトリウム水和物 150mg (力価) 錠

溶出性 (6.10) 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を正確に 3 mL とり、水 6 mL を正確に加えて混合し、試料溶液とする。別にファロペネムナトリウム標準品約 18 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 306 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{ファロペネム (C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_5\text{S) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 675 \end{aligned}$$

W_s : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量 [mg (力価)]

C : 1 錠中のファロペネム (C₁₂H₁₅NO₅S) の表示量 [mg (力価)]

ファロペネムナトリウム標準品 ファロペネムナトリウム標準品 (日局).

ファロペネムナトリウム水和物 200mg (力価) 錠

溶出性 (6.10) 本品1個をとり、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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、次のろ液を正確に 3mL とり、水 9mL を正確に加えて混合し、試料溶液とする。別にファロペネムナトリウム標準品約 18 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 306 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{ファロペネム (C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_5\text{S) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 900 \end{aligned}$$

W_S : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量 [mg (力価)]

C : 1 錠中のファロペネム (C₁₂H₁₅NO₅S) の表示量 [mg (力価)]

ファロペネムナトリウム標準品 ファロペネムナトリウム標準品 (日局).

ファロペネムナトリウム水和物 100mg (力価) /g ドライシロップ

溶出性 (6.10) 本品約 0.5 g を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にファロペネムナトリウム標準品約 18 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 306 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

ファロペネム ($C_{12}H_{15}NO_5S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 225$$

W_S : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量 [mg (力価)]

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のファロペネム ($C_{12}H_{15}NO_5S$) の表示量 [mg (力価)]

ファロペネムナトリウム標準品 ファロペネムナトリウム標準品 (日局).

クレマスチンフマル酸塩 1mg/g 散

溶出性 (6.10) 本品約 1.0g を精密に量り、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。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 2mL を正確に量り、移動相 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に、クレマスチンフマル酸塩標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 30mg を精密に量り、水に溶かし、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 とする。更にこの液 10mL 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、移動相 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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、それぞれの液のクレマスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

クレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)
= $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (9/2)$

W_S : クレマスチンフマル酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のクレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 220nm)

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°C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 9.0g 及び 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1100mL に溶かした液に、アセトニトリル 900mL を加えた後、リン酸で pH4.0 に調整する。

流量: クレマスチンの保持時間が約 5 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クレマスチ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、3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クレマスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

クレマスチンフマル酸塩標準品 クレマスチンフマル酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、クレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) 99.0% 以上を含むもの。

クレマスチンフマル酸塩 10mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品約 0.1g を精密に量り、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。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 2mL を正確に量り、移動相 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に、クレマスチンフマル酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 30mg を精密に量り、水に溶かし、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 とする。更にこの液 10mL 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、移動相 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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、それぞれの液のクレマスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

クレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)
= $(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/2)$

W_S : クレマスチンフマル酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のクレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 220nm)

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 9.0g 及び 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1100mL に溶かした液に、アセトニトリル 900mL を加えた後、リン酸で pH4.0 に調整する。

流量: クレマスチンの保持時間が約 5 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クレマスチ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、3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クレマスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

クレマスチンフマル酸塩標準品 クレマスチンフマル酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、クレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) 99.0% 以上を含むもの。

クレマスチンフマル酸塩 1mg 錠

溶出性 (6.10) 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。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 2mL を正確に量り、移動相 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に、クレマスチンフマル酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 30mg を精密に量り、水に溶かし、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 とする。更にこの液 10mL 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、移動相 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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、それぞれの液のクレマスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

クレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)
= $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (9/2)$

W_S : クレマスチンフマル酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のクレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 220nm)

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 9.0g 及び 1-オクタンサルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1100mL に溶かした液に、アセトニトリル 900mL を加えた後、リン酸で pH4.0 に調整する。

流量: クレマスチンの保持時間が約 5 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クレマスチ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、3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クレマスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

クレマスチンフマル酸塩標準品 クレマスチンフマル酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、クレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) 99.0% 以上を含むもの。

クレマスチンフマル酸塩 1mg/g ドライシロップ

溶出性 (6.10) 本品の表示量に従いクレマスチン ($C_{21}H_{26}ClNO$) 約 1mg に対応する量を精密に量り、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、15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 $0.45\mu m$ 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、移動相 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にクレマスチンフマル酸塩標準品を $105^{\circ}C$ で 4 時間乾燥し、その約 22mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $50\mu L$ 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、それぞれの液のクレマスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{クレマスチン}(C_{21}H_{26}ClNO)\text{の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/2) \times (1/1.34) \end{aligned}$$

W_S : クレマスチンフマル酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のクレマスチン($C_{21}H_{26}ClNO$)の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 220 nm)

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 9.0g 及び 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1100mL に溶かした液に、アセトニトリル 900mL を加えた後、リン酸で pH4.0 に調整する。

流量 : クレマスチンの保持時間が約 5 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 $50\mu L$ につき、上記の条件で操作するとき、クレマスチ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 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 $50\mu L$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クレマスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

クレマスチンフマル酸塩標準品 クレマスチンフマル酸塩 (日局)。ただし乾燥したものを定量するとき、クレマスチンフマル酸塩 ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) 99.0% 以上を含むもの。