

コルヒチン 0.5mg 錠

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 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、次のろ液を試料溶液とする。別にコルヒチン標準品約 0.0125g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とする。更に、この液 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 80 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、コルヒチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

コルヒチン ($C_{22}H_{25}NO_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{100 - M}{100} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 3.6$$

W_s : コルヒチン標準品の量 (mg)

M : コルヒチン標準品の残留溶媒物量 (%)

C : 1 錠中のコルヒチン ($C_{22}H_{25}NO_6$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 254nm)

カラム : 内径約 4.6mm、長さ約 15cm 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填する。

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 6.8g を水に溶かし、1000mL とした液 450mL にメタノール 530mL を加えて振り混ぜ、放冷した後、メタノールを加えて 1000mL とし、薄めたリン酸(1→20)で pH を 5.5 に調節する。

流量 : コルヒチンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 80 μ L につき、上記の条件で操作するとき、コルヒチンのピークのシンメトリー係数が 1.6 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性 : 標準溶液 80 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、コルヒチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

コルヒチン標準品 USP 標準品 (USP 24)。ただし、USP 標準品は別途水分を測定し、表示された残留溶媒量と合計した数値を残留溶媒物量 (M) とする。