

ビオチン 2mg/g 散

溶出試験 本品約 1g を精密に量り、試験液に水 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 60 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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、次のろ液を試料溶液とする。別にビオチン標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水 200mL を加えて、超音波を 1 分間かけ、加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 250mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μL 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、それぞれの液のビオチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。本品の 60 分間の溶出率が 80%以上の時は適合とする。

ビオチン ($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : ビオチン標準品の量 (mg)

W_T : ビオチン散の秤取量 (g)

C : 1g 中のビオチン ($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μm 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てんする。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル混液(9：1)

流量：ビオチンの保持時間が約 8 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、ビオ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、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ビオチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

ビオチン標準品 「ビオチン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ビオチン ($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$)99.0%以上を含むもの。

ビオチン 1mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品の表示量に従いビオチン ($C_{10}H_{16}N_2O_3S$) 約 2 mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 $0.5\mu m$ 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。別にビオチン標準品を $105^\circ C$ で 4 時間乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、水 200mL を加えて、超音波を 1 分間かけ、 $50^\circ C$ で 40 分間加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 250mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $100\mu L$ 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、それぞれの液のビオチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。本品の 45 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

ビオチン ($C_{10}H_{16}N_2O_3S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : ビオチン標準品の量 (mg)

W_T : ビオチンドライシロップの秤取量 (g)

C : 1g 中のビオチン ($C_{10}H_{16}N_2O_3S$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 210nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に $5\mu m$ 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てんする。

カラム温度 : $40^\circ C$ 付近の一定温度

移動相 : pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液 / アセトニトリル混液 (9 : 1)

流量 : ビオチンの保持時間が約 8 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 $100\mu L$ につき、上記の条件で操作するとき、ビオ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、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 $100\mu L$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ビオチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

ビオチン標準品 「ビオチン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ビオチン ($C_{10}H_{16}N_2O_3S$) 99.0 % 以上を含むもの。