

流量：カフェインの保持時間が約 9 分になるように調整する。

#### システム適合性

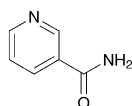
システムの性能：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ニコチン酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 10 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密封容器。

## ニコチン酸アミド

Nicotinamide



$C_6H_6N_2O$  : 122.12

Pyridine-3-carboxamide [98-92-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、ニコチン酸アミド ( $C_6H_6N_2O$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又はエタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくい。

#### 確認試験

(1) 本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を混ぜ、5 ~ 6 秒間穏やかに加熱して融解し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 0.02 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、注意して煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品 0.02 g を水に溶かし、1000 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸アミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 7.5 である。

融点 128 ~ 131 °C

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.019 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(5) 硫酸呈色物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その  $2.405 g \times f \sim 2.478 g \times f$  ( $f$  は、次の操作で加える 1 mol/L 塩酸のファクターである) を精密に量り、1 mol/L 塩酸 20 mL を正確に加えて溶かした後、希チモールブルー試液 1 mL を加え、水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、吸光度比法により試験を行う。水を対照とし、波長 435 nm 及び 544 nm における吸光度  $A_1$  及び  $A_2$  を測定する。 $r = A_2/(A_1 + A_2)$  により  $r$  の値を求める。ここで得た  $r$  の値と、下記の  $x - r$  の関係表に基づいて作成した  $x - r$  曲線から  $x$  の値を求める。

ニコチン酸アミド ( $C_6H_6N_2O$ ) の量 (g) =  $2.4426 \times f \times x$

#### $x - r$ の関係表

$x$	0.960	0.965	0.970	0.975	0.980
$r$	0.504	0.489	0.475	0.462	0.450
$x$	0.985	0.990	0.995	1.000	1.005
$r$	0.437	0.424	0.411	0.398	0.384
$x$	1.010	1.015	1.020	1.025	1.030
$r$	0.372	0.360	0.348	0.335	0.322
$x$	1.035	1.040			
$r$	0.311	0.302			

貯法 容器 気密容器。

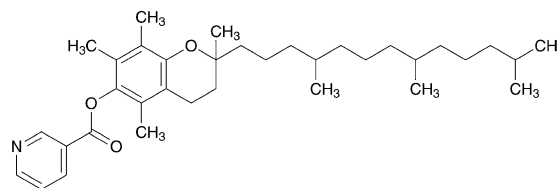
## ニコチン酸トコフェロール

Tocopherol Nicotinate

トコフェロールニコチン酸エステル

ビタミンEニコチン酸エステル

ニコチン酸 *dl*- $\alpha$ -トコフェロール



$C_{35}H_{53}NO_3$  : 535.80

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl nicotinate [51898-34-1]

本品は定量するとき、ニコチン酸 *dl*- $\alpha$ -トコフェロール ( $C_{35}H_{53}NO_3$ ) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色〜だいだい黄色の液体又は固体である。

本品はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品のエタノール (99.5) 溶液 (1  $\rightarrow$  10) は旋光性を示さない。

本品は光によって変化する。

#### 確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸トコフェロール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、必要ならば加温して溶かし、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸トコフェロール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

#### 純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第4法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第4法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.05 g をエタノール (99.5) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 7 mL を正確に量り、エタノール (99.5) 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 10  $\mu$ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のニコチン酸トコフェロール以外のピークの合計面積は標準溶液のニコチン酸トコフェロールのピーク面積より大きくなく、かつ試料溶液のニコチン酸トコフェロールの保持時間の 0.8 ~ 0.9 倍の保持時間のピーク面積は標準溶液のニコチン酸トコフェロールのピーク面積の  $\frac{4}{7}$  より大きくない。

#### 試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する。

移動相：メタノール/水混液 (19 : 1)

流量：ニコチン酸トコフェロールの保持時間が約 20 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からニコチン酸トコフェロールの保持時間の約 1.5 倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 10 mL とする。この液 10  $\mu$ L から得たニコチン酸トコフェロールのピーク面積が、システム適合性試験用溶液 10  $\mu$ L から得たニコチン酸トコフェロールのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：本品 0.05 g 及びトコフェロール 0.25 g をエタノール (99.5) 100 mL に溶かす。この液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、トコフェロール、本品の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニコチン酸トコフェロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

定量法 本品及びニコチン酸トコフェロール標準品約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (99.5) に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5  $\mu$ 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、それぞれの液のニコチン酸トコフェロールのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\text{ニコチン酸トコフェロール (C}_{35}\text{H}_{53}\text{NO}_5\text{) の量 (mg)} \\ = \text{ニコチン酸トコフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

#### 試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：264 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm 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：35 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：ニコチン酸トコフェロールの保持時間が約 10 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：本品 0.05 g 及びトコフェロール 0.25 g をエタノール (99.5) 100 mL に溶かす。この液 5  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、トコフェロール、本品の順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニコチン酸トコフェロールのピーク面積の相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

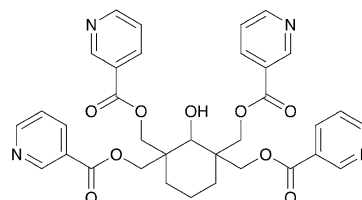
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ニコモール

Nicomol



C<sub>34</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub> : 640.64

2, 2, 6, 6-Tetrakis(hydroxymethyl)cyclohexan-1-ol 2, 2, 6, 6-tetranicotinate [27959-26-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、ニコモール (C<sub>34</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>) 98.0 % 以上を含む。