

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 μ 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 μ 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 μ 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 μ 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 μ 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 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、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 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 μ 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 μ 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。

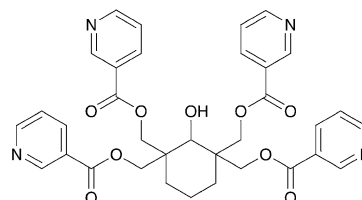
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ニコモール

Nicomol



C₃₄H₃₂N₄O₉ : 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 (C₃₄H₃₂N₄O₉) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はクロロホルムにやや溶けやすく、水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.02 g を混ぜ、希エタノール 2 mL を加えて水浴中で 5 分間加熱し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g を希塩酸 5 mL に溶かし、ライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 100000) 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。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤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を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 181 ~ 185 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え、5 分間振り混ぜてろ過し、ろ液 25 mL に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 塩化物 本品 0.6 g を希硝酸 15 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 15 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.024 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 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)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 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)。

(6) 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/エタノール (95) /アセトニトリル/酢酸エチル混液 (5 : 3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1.5 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を正確に加え、二酸化

炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けた還流冷却器を用いて 10 分間穏やかに煮沸する。冷後、直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.25 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 80.08 mg $C_{34}H_{32}N_4O_9$

貯法 容器 気密容器。

ニコモール錠

Nicomol Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するニコモール ($C_{34}H_{32}N_4O_9$: 640.64) を含む。

製法 本品は「ニコモール」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ニコモール」0.5 g に対応する量を取り、クロロホルム 20 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、「ニコモール」の確認試験 (1) 及び (2) を準用する。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 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 2 mL を正確に量り、第 1 液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコモールを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、第 1 液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、第 1 液を加えて正確に 100 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により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

ニコモール ($C_{34}H_{32}N_4O_9$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 225$$

W_s : 定量用ニコモールの量 (mg)

C : 1 錠中のニコモール ($C_{34}H_{32}N_4O_9$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ニコモール ($C_{34}H_{32}N_4O_9$) 約 1 g に対応する量を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加え、よく振り混ぜ、水を加えて正確に 500 mL とし、ろ過する。初めのろ液 50 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 50 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコモールを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.08 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 20 mL 及び水を加えて正確に 100 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により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。