

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。

(2) 本品につき、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数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 186 ~ 190 °C

#### 純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g にメタノール 40 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて溶かし、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 0.30 mL にメタノール 40 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 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。試料溶液及び標準溶液 10 μL 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、試料溶液のプラノプロフェン以外のピーク的面積はそれぞれ標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積より大きくなく、それらのピークの合計面積は、標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：275 nm)

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm 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：25 °C 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 7.02 g を水 1000 mL に溶かし、過塩素酸を用いて pH を 2.5 に調整する。この液 2 容量にアセトニトリル 1 容量を加える。

流量：プラノプロフェンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル 4 mg ずつを移動相 200 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、プラノプロフェン、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度が 2.1 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たプラノプロフェンのピーク高さが 10 ~ 20 mm になるように調整する。

面積測定範囲：プラノプロフェンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 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 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験

を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.527 mg C<sub>27</sub>H<sub>31</sub>N<sub>9</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>15</sub>P<sub>2</sub>

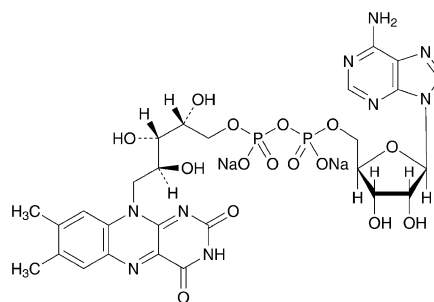
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム

Flavin Adenine Dinucleotide Sodium



C<sub>27</sub>H<sub>31</sub>N<sub>9</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>15</sub>P<sub>2</sub> : 829.51

Disodium 1-(6-amino-9H-purin-9-yl)-1-deoxy-β-D-ribofuranosin-5-yl (2R, 3S, 4S)-5-(3, 4-dihydro-7, 8-dimethyl-2, 4-dioxobenzofuro[3,2-b]pteridin-10(2H)-ylidene)-2, 3, 4-trihydroxypentyl diphosphate [84366-81-4]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム (C<sub>27</sub>H<sub>31</sub>N<sub>9</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>15</sub>P<sub>2</sub>) 93.0 % 以上を含む。

性状 本品はだいたい黄色～淡黄褐色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、メタノール、エタノール (95)、エチレングリコール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

本品は光によって分解する。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100000) は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する。この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき、液の色及び蛍光は消えるが、空气中で振り混ぜるとき、徐々に再び現れる。また、液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える。

(2) 本品につき、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数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 0.1 g に硝酸 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、更に強熱する。残留物に薄めた硝酸 (1 → 50) 10 mL を加えて 5 分間煮沸する。冷後、アンモニア試液を加えて中性とし、必要ならばろ過するとき、液はナトリウム塩の定性反応及びリン酸塩の定性反応 (1) 及び (3) を呈す

る。

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$ :  $-21.0 \sim -25.5^\circ$  (脱水物に換算したもの  
0.3 g, 水, 20 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ~  
6.5 である。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき、液は  
だいたい黄色澄明である。

(2) 遊離リン酸 本品約 0.02 g を精密に量り、水 10  
mL に溶かし、試料溶液とする。別にリン酸標準液 2 mL  
を正確に量り、水 10 mL を加えて標準溶液とする。試料溶  
液及び標準溶液それぞれに薄めた過塩素酸 (100 → 117) 2  
mL を加え、モリブデン酸アンモニウム試液 1 mL 及び塩  
酸 2,4-ジアミノフェノール試液 2 mL を加えて振り混ぜ、  
水を加えて正確に 25 mL とし、 $20 \pm 1^\circ\text{C}$  で 30 分間放  
置する。これらの液につき、水 2 mL を用いて同様に操作  
して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を  
行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長  
730 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定するとき、遊  
離リン酸の量は 0.25 % 以下である。

遊離リン酸 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) の量 (%) =  $\frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{W} \times 5.16$   
W: 脱水物に換算した本品の量 (mg)

(3) 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)。

(4) ヒ素 本品 2.0 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 (1 ppm 以  
下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 200 mL に溶かし、  
試料溶液とする。この液 20  $\mu\text{L}$  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。フラビンアデニンジヌク  
レオチドのピーク面積  $A$  及びそれ以外のピークの合計面積  
 $S$  を自動積分法により測定するとき、 $S/(A+S)$  は 0.10  
以下である。

#### 操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 260 nm)

カラム, カラム温度, 移動相, 流量, カラムの選定及び  
面積測定範囲は, 定量法 (1) 操作法 (ii) の操作条  
件を準用する。

検出感度: 試料溶液 20  $\mu\text{L}$  から得たフラビンアデニ  
ンジヌクレオチドのピーク高さがフルスケールの 60 ~  
100 % になるように調整する。

水分 水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコ  
ール混液 (1:1) 50 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり、  
水分測定用試液で終点まで滴定する。次に本品約 0.1 g を  
精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定  
用試液の一定量を加え、10 分間かき混ぜた後、試験を行う  
とき、水分は 10.0 % 以下である。

#### 定量法

##### (1) 操作法

(i) 総フラビン量 本操作は直射日光を避け、遮光した  
容器を用いて行う。本品約 0.1 g を水 200 mL に溶かす。  
この液 5 mL を正確に量り、塩化亜鉛試液 5 mL を加え、

水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水を加えて正確に 100 mL  
とし、試料溶液とする。別にリボフラビン標準品を  $105^\circ\text{C}$   
で 2 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、薄めた酢  
酸 (100) (1 → 100) 200 mL に加温して溶かし、冷後、水  
を加えて正確に 500 mL とする。この液 10 mL を正確に  
量り、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、水を対照とし、紫外可視吸光  
度測定法により試験を行い、波長 450 nm における吸光度  
 $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

総フラビン量 (mg)

$$= \text{リボフラビン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{4}{5}$$

(ii) フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比  
本品 0.1 g を水 200 mL に溶かし、試料溶液とする。この  
液 5  $\mu\text{L}$  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。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、  
フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積  $A$  及びそれ  
以外のピークの合計面積  $S$  を求める。

$$\text{フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比} \\ = \frac{1.08 \times A}{1.08 \times A + S}$$

#### 操作条件

検出器: 可視吸光度計 (測定波長: 450 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ 15 ~ 25 cm のステンレ  
ス管に 5 ~ 10  $\mu\text{m}$  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:  $35^\circ\text{C}$  付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム溶液 (1 → 500) / メタ  
ノール混液 (4:1)

流量: フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約  
10 分になるように調整する。

カラムの選定: 本品及びリン酸リボフラビナトリウム  
0.02 g ずつを水 100 mL に溶かす。この液につき、  
上記の条件で操作するとき、フラビンアデニンジヌク  
レオチド、リン酸リボフラビンの順に溶出し、その分  
離度が 2.0 以上のものを用いる。

検出感度: 試料溶液 5  $\mu\text{L}$  から得たフラビンアデニ  
ンジヌクレオチドのピーク高さがフルスケールの 60 ~  
100 % になるように調整する。

面積測定範囲: フラビンアデニンジヌクレオチドの保持  
時間の約 4.5 倍の範囲

##### (2) 計算式

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム  
( $\text{C}_{27}\text{H}_{31}\text{N}_9\text{Na}_2\text{O}_{15}\text{P}_2$ ) の量 (mg)

$$= f_T \times f_R \times 2.2040$$

$f_T$ : 操作法(i)より得られる本品中の総フラビン量 (mg)

$f_R$ : 操作法(ii)より得られる本品中のフラビンアデニン  
ジヌクレオチドのピーク面積比

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。