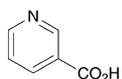


ニコチン酸

Nicotinic Acid

C₆H₅NO₂ : 123.11

Pyridine-3-carboxylic acid [59-67-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、ニコチン酸 (C₆H₅NO₂) 99.5 % 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、わずかに酸味がある。

本品は水にやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

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、液は暗赤色を呈する。

(2) 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、同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

pH 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

融点 234 ~ 238 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 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 に希塩酸 3 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 3 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.019 % 以下)。

(4) ニトロ化合物 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 8 mL 及び水を加えて溶かし 20 mL とするとき、液の色は色の比較液 A より濃くない。

(5) 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)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 5 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 12.311 mg C₆H₅NO₂

貯法 容器 密閉容器

ニコチン酸注射液

Nicotinic Acid Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 110 % に対応するニコチン酸 (C₆H₅NO₂ : 123.11) を含む。

製法 本品は「ニコチン酸」をとり、注射剤の製法により製する。本品には溶解性を増すため、「炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加えることができる。

性状 本品は無色澄明の液である。

pH : 5.0 ~ 7.0

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「ニコチン酸」0.1 g に対応する容量をとり、希塩酸 0.3 mL を加えた後、水浴上で濃縮して 2 mL とする。冷後、析出した結晶をろ取し、少量の水で冷した水で、洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 234 ~ 238 °C である。また、このものにつき、「ニコチン酸」の確認試験 (1) を準用する。

(2) (1) の乾燥した結晶 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するとき、波長 261 ~ 263 nm に吸収の極大を示し、235 ~ 239 nm に吸収の極小を示す。また、この液の吸収極大の波長における吸光度を A₁、吸収極小の波長における吸光度を A₂ とするとき、A₂/A₁ は 0.35 ~ 0.39 である。

定量法 本品のニコチン酸 (C₆H₅NO₂) 約 0.1 g に対応する容量を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にニコチン酸標準品を 105 °C で 1 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 100 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い、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 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ニコチン酸 (C}_6\text{H}_5\text{NO}_2\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{ニコチン酸標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 カフェインの移動相溶液 (1 → 1000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 260 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 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: 35 °C 付近の一定温度

移動相: 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液 (4 : 1) に溶かし、1000 mL とする。

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

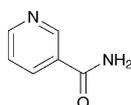
システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニコチン酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 10 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ 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 ~ 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。

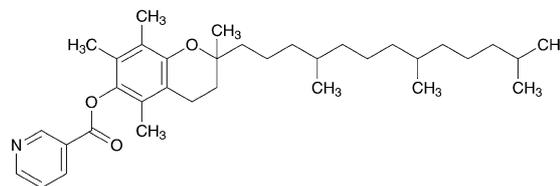
ニコチン酸トコフェロール

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*- α -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*- α -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。