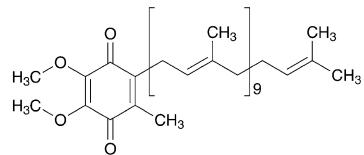


## ユビデカレノン

Ubidecarenone

 $C_{59}H_{90}O_4$  : 863.34

(2E, 6E, 10E, 14E, 18E, 22E, 26E, 30E, 34E, 38E)-2-(3, 7, 11, 15, 19, 23, 27, 31, 35, 39-Decamethyltetraconta-2, 6, 10, 14, 18, 22, 26, 30, 34, 38-decaen-1-yl)-5, 6-dimethoxy-3-methyl-1, 4-benzoquinone [303-98-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ユビデカレノン ( $C_{59}H_{90}O_4$ ) 98.0 % 以上を含む。

**性状** 本品は黄色～だいだい色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジエチルエーテルに溶けやすく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に分解し、着色が強くなる。

融点：約 48 °C

### 確認試験

(1) 本品 0.05 g をジエチルエーテル 1 mL に溶かし、エタノール(99.5) 10 mL を加える。この液 2 mL にエタノール(99.5) 3 mL 及びマロン酸ジメチル 2 mL を加えた後、水酸化カリウム溶液(1 → 5) 1 mL を 1 滴ずつ加えて振り混ぜるとき、液は青色を呈する。

(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又はユビデカレノン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) 類縁物質 本品 0.05 g にエタノール(99.5) 50 mL を加え、約 50 °C で 2 分間加温して溶かし、冷後、試料溶液とする。この液 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、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 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、試料溶液のユビデカレノン以外のピークの合計面積は、標準溶液のユビデカレノンのピーク面積より大きくない。

### 操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 5 μL から得たユビデカレノンのピーク高さが 20 ~ 40 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からユビデカレノンの保持時間の約 2 倍の範囲

水分 0.20 % 以下 (1 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

**定量法** 本品及びユビデカレノン標準品（別途水分を測定しておく）約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれにエタノール(99.5) 40 mL を加え、約 50 °C で 2 分間加温して溶かし、冷後、エタノール(99.5)を加えて正確に 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 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う。それぞれの液のユビデカレノンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_s$  を測定する。

ユビデカレノン ( $C_{59}H_{90}O_4$ ) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したユビデカレノン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_s}$$

### 操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 5 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：35 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/エタノール(99.5) 混液 (13 : 7)

流量：ユビデカレノンの保持時間が約 10 分になるよう調整する。

カラムの選定：本品及びユビキノン-9 0.01 g ずつをエタノール(99.5) 20 mL を加え、約 50 °C で 2 分間加温して溶かし、冷後、この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、ユビキノン-9、ユビデカレノンの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 5 回繰り返すとき、ユビデカレノン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。

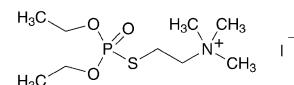
容器 気密容器。

## ヨウ化エコチオパート

Ecothiopate Iodide

エコチオパートヨウ化物

ヨウ化エコチオフェイト

 $C_{23}H_{38}INO_3PS$  : 383.23

$N-[2-(\text{Diethoxyphosphorylsulfanyl})\text{ethyl}]-N,N,N-$ trimethylammonium iodide [513-10-0]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ヨウ化エコチオパート ( $C_{23}H_{38}INO_3PS$ ) 95.0 % 以上を含む。

**性状** 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

#### 確認試験

(1) 本品0.1gを水2mLに溶かし、硝酸1mLを加えるとき、褐色の沈殿を生じる。また、この沈殿を含む混濁液1滴をとり、ヘキサン1mLを加えて振り混ぜると、ヘキサン層は淡赤色を呈する。

(2) (1)で得られた沈殿を含む混濁液を無色になるまで加熱し、冷後、水10mLを加え、試料溶液とする。試料溶液2mLはリン酸塩の定性反応(2)を呈する。

(3) (2)で得られた試料溶液2mLは硫酸塩の定性反応を呈する。

**pH** 本品0.10gを水40mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である。

**融点** 116～122°C

#### 純度試験

(1) 溶状 本品0.5gを水5mLに溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 重金属 本品1.0gをケルダールフラスコに入れ、硝酸5mL及び硫酸2mLを加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸2mLを加えて加熱する。これを2回繰り返し、更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて、液が無色となり、白煙が発生するまで加熱する。冷後、少量の水と共にネスラー管に移し、更に水を加えて約20mLとする。アンモニア水(28)及びアンモニア試液でpHを3.0～3.5に調整し、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

(3) 類縁物質 本品0.20gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。この液3mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に200mL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10μLずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(4:2:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドライゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき、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(1g、減圧、酸化リン(V)、50°C、3時間)。

**定量法** 本品約0.125gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、水30mLを加え、更にpH12のリン酸塩緩衝液10mLを正確に加え、栓をして25±3°Cに20分間放置する。この液に酢酸(100)2mLをすばやく加えた後、0.002mol/Lヨウ素液で滴定する(電位差滴定法)。同様な方法でpH12のリン酸塩緩衝液を加えずに試験を行い、補正する。

$$0.002 \text{ mol/L ヨウ素液 } 1 \text{ mL } = 1.5329 \text{ mg C}_8\text{H}_{23}\text{INO}_3\text{PS}$$

#### 貯法

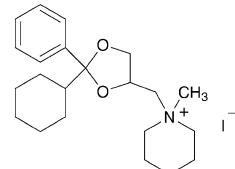
**保存条件** 遮光して、0°C以下で保存する。

**容器** 気密容器。

## ヨウ化オキサピウム

Oxapium Iodide

オキサピウムヨウ化物



C<sub>22</sub>H<sub>34</sub>INO<sub>2</sub>: 471.42

1-(2-Cyclohexyl-2-phenyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)-1-methylpiperidinium iodide [6577-41-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ化オキサピウム(C<sub>22</sub>H<sub>34</sub>INO<sub>2</sub>)98.5%以上を含む。

**性状** 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリル、メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく、水、無水酢酸又は酢酸(100)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

#### 確認試験

(1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト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。

(2) 本品0.1gをメタノール10mLに溶かし、希硝酸2mL及び硝酸銀試液2mLを加えるとき、帯緑黄色の沈殿を生じる。

**融点** 198～203°C

#### 純度試験

(1) 重金属 本品1.0g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2.0mLを加える(20ppm以下)。

(2) 類縁物質 本品0.05gを水/アセトニトリル混液(1:1)100mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50μL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、試料溶液のオキサピウム以外のピークの合計面積は、標準溶液のオキサピウムのピーク面積より大きくなり。

#### 操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に5μm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：20～30°Cの一定温度

移動相：酢酸(100)57mL及びトリエチルアミン139