

パラオキシ安息香酸ブチル

性状以下を次のように改める。

◆**性状** 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、水にほとんど溶けない。◆

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)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パラオキシ安息香酸ブチ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。

融点 (2.60) 68～71℃

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0gをエタノール(95)に溶かして 10mLとすると、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化コバルト(II)の色の比較原液 5.0mL、塩化鉄(III)の色の比較原液 12.0mL及び硫酸銅(II)の色の比較原液 2.0mLをとり、薄めた希塩酸(1→10)を加えて 1000mLとする。

(2) 酸 (1)の液 2mLにエタノール(95)3mLを加えた後、新たに煮沸して冷却した水 5mL及びプロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 0.1mLを加える。この液に液の色が青色に変化するまで 0.1mol/L水酸化ナトリウム液を加えるとき、その量は 0.1mL以下である。

◆(3) 重金属(1.07) 本品 1.0gをアセトン 25mLに溶かし、希酢酸 2mL及び水を加えて 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0mLにアセトン 25mL、希酢酸 2mL及び水を加えて 50mLとする(20ppm以下)。◆

(4) 類縁物質 本品 50mgをメタノール 2.5mLに溶かした後、移動相を加えて正確に 50mLとする。この液 10mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 100mLとし、試料溶液とする。この液 1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 20mLとする。この液 1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)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、試料溶液のパラオキシ安息香酸ブチルに対する相対保持時間約 0.1のパラオキシ安息香酸のピーク面積は、標準溶液のパラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積より大きくない(0.5%)。ただし、パラオキシ安息香酸のピーク面積は感度係数 1.4 を乗じて補正する。また、試料溶液のパラオキシ安息香酸ブチル及びパラオキシ安息香酸以外のピークの面積は、標準溶液のパラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積より大きくない(0.5%)。また、試料溶液のパラオキシ安息香酸ブチル及びパラオキシ安息香酸以外のピークの合計面積は、標準溶液のパラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積の 2 倍より大きくない(1.0%)。ただし、標準溶液のパラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積の 1/5 倍以下のピークは計算しない(0.1%)。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：パラオキシ安息香酸ブチルのピークの保持時間の 1.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

◆検出の確認：標準溶液 2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 10mLとする。この液 10μLから得たパラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積が、標準溶液のパラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積の 14～26%になることを確認する。◆

◆システムの再現性：標準溶液 10μLにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、パラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。◆

強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

定量法 本品及びパラオキシ安息香酸ブチル標準品約 50mgずつを精密に量り、それぞれメタノール 2.5mLに溶かし、移動相を加えて正確に 50mLとする。それぞれの液 10mLを正確に量り、それぞれに移動相を加えて正確に 100mL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 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のパラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

パラオキシ安息香酸ブチル($C_{11}H_{14}O_3$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S$

48 *M*_s : パラオキシ安息香酸ブチル標準品の秤取量(mg)

49 試験条件

50 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 272nm)

51 カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

52 カラム温度 : 35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

53 移動相 : メタノール/リン酸二水素カリウム溶液(17 \rightarrow 2500)混液(1 : 1)

54 流量 : 毎分 1.3mL

55 システム適合性

56 システムの性能 : 本品, パラオキシ安息香酸プロピル及びパラオキシ安息香酸それぞれ 5mg を移動相に溶かし, 正確に 100mL とする. この液 1mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 10mL とし, システム適合性試験用溶液(1)とする. 別にパラオキシ安息香酸イソブチル 5mg を移動相に溶かし, 正確に 100mL とする. この液 0.5mL を正確に量り, 標準溶液を加えて正確に 50mL とし, システム適合性試験用溶液(2)とする. システム適合性試験用溶液(1)及びシステム適合性試験用溶液(2)それぞれ 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, パラオキシ安息香酸, パラオキシ安息香酸プロピル, パラオキシ安息香酸イソブチル, パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し, パラオキシ安息香酸ブチルに対するパラオキシ安息香酸及びパラオキシ安息香酸プロピルの保持時間の比は約 0.1 及び約 0.5 であり, パラオキシ安息香酸プロピルとパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は 5.0 以上であり, パラオキシ安息香酸イソブチルとパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は 1.5 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, パラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積の相対標準偏差は 0.85% 以下である.

68 ◆貯法 容器 密閉容器. ◆

69 -----

70 9.01 標準品の(1)の項に次を追加する.

71 パラオキシ安息香酸ブチル標準品

72 9.41 試薬・試液のプロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・エタノール試液の項を次のように改める.

73 **プロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・エタノール試液** プロモクレゾールグリーン 50mg を 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 0.72mL 及びエタノール(95)20mL に溶かし, 水を加えて 100mL とする.

74 感度試験 本品 0.2mL に新たに煮沸して冷却した水 100mL を加えるとき, 液の色は青色である. この液に液の色が黄色に変化するまで 0.02mol/L 塩酸を加えるとき, その量は 0.2mL 以下である.

75 変色点 pH3.6(黄色)~pH5.2(青色)

76

77

78

79