

1 ダイオウ末

2 確認試験及び純度試験(3)の項を次のように改める。

3 確認試験 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエ
4 チルエーテル10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液
5 を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用レイン1
6 mgをアセトン10 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの
7 液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行
8 う。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラ
9 フィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。
10 次に酢酸エチル/メタノール/水混液(20 : 3 : 2)を展開溶媒
11 として約7 cm展開した後、薄層板を風乾するとき、試料溶
12 液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、標準溶
13 液から得た黄色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。また、
14 このスポットは、炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、
15 赤色を呈する。

16 純度試験

17 (3) ラボンチシン 本品0.1 gにメタノール10 mLを正確
18 に加え、15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液と
19 する。別に薄層クロマトグラフィー用ラボンチシン1 mgを
20 メタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液に
21 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。
22 試料溶液及び標準溶液10 μ Lを薄層クロマトグラフィー用シ
23 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
24 る。次にギ酸エチル/2-ブタノン/水/ギ酸混液(10 : 7 :
25 1 : 1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾す
26 る。これに紫外線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶
27 液には、標準溶液から得た青色の蛍光を発するスポットと色
28 調及び R_f 値が等しいスポットを認めない。

29 -----

30 9.41 試薬・試液の項に次を追加する。

31 ラボンチシン、薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{24}O_9$ 白色
32 ~うすい黄褐色の結晶性の粉末で、においはない。メタノー
33 ルに溶けにくく、水、エタノール(99.5)にほとんど溶けない。

34 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25)
35 の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数1612 cm^{-1} 、
36 1577 cm^{-1} 、1513 cm^{-1} 、948 cm^{-1} 、831 cm^{-1} 及び798 cm^{-1} 付
37 近に吸収を認める。

38 純度試験 類縁物質 本品4 mgをメタノール2 mLに溶かし、
39 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを
40 加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標
41 準溶液10 μ Lにつき、「ダイオウ」の純度試験(3)を準用し、
42 試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約0.3の主スポット
43 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。

44

45