9.41 試薬・試液

デヒドロコリダリン硝化物，薄層クロマトグラフィー用を次のように改める．

デヒドロコリダリン硝化物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{22}H_{24}N_2O_7$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．融点：約240℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品5.0 mgを水／メタノール混液(1：1) 1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50 mL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ィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5 μLずつを薄層クロマトグラ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し，速やかにメタノール／酢酸アンモニウム溶液(3→10)／酢酸(100)混液(20：1：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365 nm)を照射するとき，また，噴霧用ドラー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．

パラオキシ安息香酸イソブチルを次のように改める．

パラオキシ安息香酸イソブチル　$C_{11}H_{14}O_3$　無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．エタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　74～78℃

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約1 gを精密に量り，1 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え，約70℃で1時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝194.2 mg $C_{11}H_{14}O_3$

(E)−フェルラ酸，定量用を次のように改める．

(*E*)−フェルラ酸，定量用　$C_{10}H_{10}O_4$　(*E*)−フェルラ酸．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(320 nm)：878～969 (5 mg，メタノール，1000 mL)．

純度試験　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品5 mgを水／メタノール混液(1：1) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)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10 μL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(*E*)−フェルラ酸以外のピークの合計面積は，標準溶液の(*E*)−フェルラ酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「当帰芍薬散エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から(*E*)−フェルラ酸の保持時間の6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得た(*E*)−フェルラ酸のピーク面積が，標準溶液の(*E*)−フェルラ酸のピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，(*E*)−フェルラ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，(*E*)−フェルラ酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

以下の試薬・試液の追加を取り止める．

(*E*)−フェルラ酸，薄層クロマトグラフィー用

(E)−フェルラ酸の改正をとりやめ，次のように 16 局のままとする．

(*E*)−フェルラ酸　$C_{10}H_{10}O_4$　白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：173～176℃

確認試験　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長215～219 nm，231～235 nm及び318～322 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1 mgをメタノール1 mLに溶かした液2 μLにつき，「補中益気湯エキス」の確認試験(11)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.6の主スポット以外のスポットを認めない．