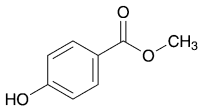
パラオキシ安息香酸メチル

Methyl Parahydroxybenzoate

次のように改める.



$C_8H_8O_3$：152.15

Methyl 4-hydroxybenzoate

[*99-76-3*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である.

なお，三薬局方で調和されていない部分のうち，調和合意において，調和の対象とされた項中非調和となっている項の該当箇所は「◆　◆」で，調和の対象とされた項以外に日本薬局方が独自に規定することとした項は「◇　◇」で囲むことにより示す.

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している.

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸メチル($C_8H_8O_3$) 98.0 ～ 102.0%を含む.

◆**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，エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に溶けにくい.◆

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メ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*〉　125 ～ 128℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gをエタノール(95)に溶かして10 mLとするとき，液は澄明で，液の色はエタノール(95)又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5.0 mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液12.0 mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.0 mLをとり，薄めた希塩酸(1→10)を加えて1000 mLとする.

（2）　酸　(1)の液2 mLにエタノール(95) 3 mLを加えた後，新たに煮沸して冷却した水5 mL及びブ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0.1 mLを加える.この液に液の色が青色に変化するまで0.1 mol/L水酸化ナトリウム液を加えるとき，その量は0.1 mL以下である.

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

（4）　類縁物質　本品50.0 mgをメタノール2.5 mLに溶かした後，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 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，試料溶液のパラオキシ安息香酸メチルに対する相対保持時間約0.6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メ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メ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メ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メチル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メ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メチルのピーク面積の1／5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メチルの保持時間の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2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たパラオキシ安息香酸メチルのピーク面積が，標準溶液のパラオキシ安息香酸メ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10 μL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メ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(1 g).

定量法　本品及びパラオキシ安息香酸メチル標準品約50 mgずつを精密に量り，それぞれメタノール2.5 mLに溶かし，移動相を加えて正確に50 mLとする．それぞれの液10 mLを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に100 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*〉により試験を行い，それぞれの液のパラオキシ安息香酸メチルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

パラオキシ安息香酸メチル($C_8H_8O_3$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：パラオキシ安息香酸メチル標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する.

◇カラム温度：35℃付近の一定温度◇

移動相：メタノール／リン酸二水素カリウム溶液(17→2500)混液(13：7)

流量：毎分1.3 mL

システム適合性

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸それぞれ5 mgを移動相に溶かし，正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 mLとした液10 μL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メチルの順に溶出し，パラオキシ安息香酸メチルに対するパラオキシ安息香酸の相対保持時間は約0.6であり，その分離度は2.0以上である．

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，パラオキシ安息香酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は0.85%以下である．

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆