

## 9.41 試薬・試液等

### 以下の試薬・試液等を次のように改める。

3 シノブファギン、定量用  $C_{26}H_{34}O_6$  白色の結晶性の粉末で、  
4 においはない。

5 吸光度 (2.24)  $E_{1\text{cm}}^{1\%}(295\text{ nm})$ : 125 ~ 137 (10 mg, メタ  
6 ノール, 250 mL)。ただし、デシケーター(シリカゲル)で  
7 24時間乾燥したもの。

8 純度試験 類縁物質 本品16 mgをアセトン2 mLに溶かし、  
9 試料溶液とする。以下定量用ブファリンの純度試験を準用  
10 する。

11 含量 98.0%以上。定量法 本品をデシケーター(シリカ  
12 ゲル)で24時間乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタ  
13 ノールに溶かし、正確に10 mLとし、試料溶液とする。この  
14 液20  $\mu\text{L}$ につき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
15 (2.01)により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法  
16 により測定し、面積百分率法によりシノブファギンの量を  
17 求める。

#### 試験条件

19 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：295 nm)

20 カラム：内径4 ~ 6 mm, 長さ15 ~ 30 cmのステンレ  
21 ス管に5 ~ 10  $\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用オク  
22 タデシルシリル化シリカゲルを充填する。

23 カラム温度：40°C付近の一定温度

24 移動相：水/アセトニトリル混液(1:1)

25 流量：シノブファギンの保持時間が約7分になるよう  
26 に調整する。

27 面積測定範囲：溶媒のピークの後からシノブファギン  
28 の保持時間の約2倍の範囲

#### システム適合性

30 検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り、メタノール  
31 を加えて正確に100 mLとし、標準溶液(1)とする。  
32 この溶液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正  
33 確に20 mLとし、標準溶液(2)とする。標準溶液(2)  
34 20  $\mu\text{L}$ から得たシノブファギンのピーク面積が自動  
35 積分法により測定されるように調整する。また、標  
36 準溶液(1) 20  $\mu\text{L}$ から得たシノブファギンのピーク高  
37 さがフルスケールの20%前後となるように調整する。  
38 システムの性能：本品、定量用ブファリン及び定量用  
39 レジブフォゲニン10 mgずつをメタノールに溶かし  
40 て200 mLとする。この液20  $\mu\text{L}$ につき、上記の条件  
41 で操作するとき、ブファリン、シノブファギン、レ  
42 ジブフォゲニンの順に溶出し、それぞれの分離度は  
43 1.5以上である。

44 ブファリン、定量用  $C_{24}H_{34}O_4 \cdot xH_2O$  白色の結晶性の粉  
45 末で、においはない。

46 吸光度 (2.24)  $E_{1\text{cm}}^{1\%}(300\text{ nm})$ : 143 ~ 153 (10 mg, メタ  
47 ノール, 250 mL)。ただし、デシケーター(シリカゲル)で  
48 24時間乾燥したもの。

49 純度試験 類縁物質 本品16 mgをアセトン2 mLに溶かし、  
50 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、アセトンを加  
51 えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
52 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03)により試験を行う。

53 試料溶液及び標準溶液5  $\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフィー  
54 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次  
55 にシクロヘキサン/アセトン/クロロホルム混液(4:3:3)  
56 を展開溶媒として約14 cm展開した後、薄層板を風乾する。  
57 これに希硫酸を均等に噴霧し、100°Cで2 ~ 3分間加熱する  
58 とき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標  
59 準溶液から得たスポットより大きくなく、かつ濃くない。  
60 含量 99.0%以上。定量法 本品をデシケーター(シリカ  
61 ゲル)で24時間乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタ  
62 ノールを加えて溶かし、正確に10 mLとし、試料溶液とする。  
63 この液20  $\mu\text{L}$ につき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
64 (2.01)により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法  
65 により測定し、面積百分率法によりブファリンの量を求め  
66 る。

#### 試験条件

68 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300 nm)

69 カラム：内径4 ~ 6 mm, 長さ15 ~ 30 cmのステンレ  
70 ス管に5 ~ 10  $\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用オク  
71 タデシルシリル化シリカゲルを充填する。

72 カラム温度：40°C付近の一定温度

73 移動相：水/アセトニトリル混液(1:1)

74 流量：ブファリンの保持時間が約6分になるように調  
75 整する。

76 面積測定範囲：溶媒のピークの後からブファリンの保  
77 持時間の約2倍の範囲

#### システム適合性

79 検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り、メタノール  
80 を加えて正確に100 mLとし、標準溶液(1)とする。

81 この溶液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正  
82 確に20 mLとし、標準溶液(2)とする。標準溶液(2)  
83 20  $\mu\text{L}$ から得たブファリンのピーク面積が自動積分  
84 法により測定されるように調整する。また、標準溶  
85 液(1) 20  $\mu\text{L}$ から得たブファリンのピーク高さがフル  
86 スケールの20%前後となるように調整する。

87 システムの性能：本品、定量用シノブファギン及び定  
88 量用レジブフォゲニン10 mgずつをメタノールに溶  
89 かし200 mLとする。この液20  $\mu\text{L}$ につき、上記の  
90 条件で操作するとき、ブファリン、シノブファギン、  
91 レジブフォゲニンの順に溶出し、それぞれの分離度  
92 は1.5以上である。

93 レジブフォゲニン、定量用  $C_{24}H_{32}O_4$  白色の結晶性の粉末  
94 で、においはない。

95 吸光度 (2.24)  $E_{1\text{cm}}^{1\%}(300\text{ nm})$ : 131 ~ 145 (10 mg, メタ  
96 ノール, 250 mL)。ただし、デシケーター(シリカゲル)で  
97 24時間乾燥したもの。

98 純度試験 類縁物質 本品16 mgをアセトン2 mLに溶かし、  
99 試料溶液とする。以下定量用ブファリンの純度試験を準用  
100 する。

101 含量 98.0%以上。定量法 本品をデシケーター(シリカ  
102 ゲル)で24時間乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタ  
103 ノールを加えて溶かし、正確に10 mLとし、試料溶液とする。  
104 この液20  $\mu\text{L}$ につき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
105 (2.01)により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法  
106 により測定し、面積百分率法によりレジブフォゲニンの量

- 107 を求める。
- 108 試験条件
- 109 検出器：紫外吸光度計(測定波長：300 nm)
- 110 カラム：内径 4～6 mm，長さ 15～30 cm のステン
- 111 レス管に 5～10  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用
- 112 オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。
- 113 カラム温度：40℃付近の一定温度
- 114 移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)
- 115 流量：レジブフォゲニンの保持時間が約 9 分になるよ
- 116 うに調整する。
- 117 面積測定範囲：溶媒のピークの後からレジブフォゲニ
- 118 ンの保持時間の約 2 倍の範囲
- 119 システム適合性
- 120 検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノー
- 121 ルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液(1)とす
- 122 る。この溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加
- 123 えて正確に 20 mL とし，標準溶液(2)とする。標準
- 124 溶液(2) 20  $\mu\text{L}$  から得たレジブフォゲニンのピーク
- 125 面積が自動積分法により測定されるように調整す
- 126 る。また，標準溶液(1) 20  $\mu\text{L}$  から得たレジブフォ
- 127 ゲニンのピーク高さがフルスケールの 20%前後とな
- 128 るように調整する。
- 129 システムの性能：本品，定量用ブファリン及び定量用
- 130 シノブファギン 10 mg ずつをメタノールに溶かして
- 131 200 mL とする。この液 20  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件
- 132 で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レ
- 133 ジブフォゲニンの順に溶出し，それぞれの分離度は
- 134 1.5 以上である。
- 135
- 136