

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 μL 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 μm 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 μL 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 μL 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 μL 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 μL 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 μL 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 μm 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 μL 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 μL 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 μL 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 μL 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 μm 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 μL 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 μL 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 μL 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