

9.41 試薬・試液

以下の項を次のように改める。

シノブファギン，定量用 $\text{C}_{26}\text{H}_{34}\text{O}_6$ 白色の結晶性の粉末で，
 においては。
 吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (295 nm) : 125 ~ 137 (10 mg, メタノール, 250 mL). ただし，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥したもの。
 純度試験 類縁物質 本品16 mgをアセトン2 mLに溶かし，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する。
 含量 98.0%以上。 定量法 本品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約10 mgを量り，メタノールを加えて10 mLとし，試料溶液とする。この液20 μL につき，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。各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりシノブファギンの量を求める。
 試験条件
 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：295 nm)
 カラム：内径4 ~ 6 mm，長さ15 ~ 30 cmのステンレス管に5 ~ 10 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：40℃付近の一定温度
 移動相：水／アセトニトリル混液(1 : 1)
 流量：シノブファギンの保持時間が約7分になるように調整する。
 面積測定範囲：溶媒のピークの後からシノブファギンの保持時間の約2倍までの範囲
 システム適合性
 検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとし，標準溶液(1)とする。この溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20 mLとし，標準溶液(2)とする。標準溶液(2) 20 μL から得たシノブファギンのピーク面積が標準溶液(1) 20 μL から得たシノブファギンのピーク面積の3.5 ~ 6.5%になることを確認する。
 システムの性能：本品，定量用ブファリン及び定量用レジブフォゲニン10 mgずつをメタノールに溶かして200 mLとする。この液20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である。
 ブファリン，定量用 $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{O}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 白色の結晶性の粉末で，においては。
 吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (300 nm) : 143 ~ 153 (10 mg, メタノール, 250 mL). ただし，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥したもの。
 純度試験 類縁物質 本品16 mgをアセトン2 mLに溶かし，試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100 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する。次

にシクロヘキサン／アセトン／クロロホルム混液(4 : 3 : 3)を展開溶媒として約14 cm展開した後，薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し，100℃で2 ~ 3分間加熱するとき，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大きくなく，かつ濃くない。
 含量 99.0%以上。 定量法 本品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約10 mgを量り，メタノールを加えて10 mLとし，試料溶液とする。この液20 μL につき，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。各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりブファリンの量を求める。

試験条件
 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300 nm)
 カラム：内径4 ~ 6 mm，長さ15 ~ 30 cmのステンレス管に5 ~ 10 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：40℃付近の一定温度
 移動相：水／アセトニトリル混液(1 : 1)
 流量：ブファリンの保持時間が約6分になるように調整する。
 面積測定範囲：溶媒のピークの後からブファリンの保持時間の約2倍までの範囲
 システム適合性
 検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとし，標準溶液(1)とする。この溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20 mLとし，標準溶液(2)とする。標準溶液(2) 20 μL から得たブファリンのピーク面積が標準溶液(1) 20 μL から得たブファリンのピーク面積の3.5 ~ 6.5%になることを確認する。
 システムの性能：本品，定量用シノブファギン及び定量用レジブフォゲニン10 mgずつをメタノールに溶かして200 mLとする。この液20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である。

レジブフォゲニン，定量用 $\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_4$ 白色の結晶性の粉末で，においては。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (300 nm) : 131 ~ 145 (10 mg, メタノール, 250 mL). ただし，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥したもの。
 純度試験 類縁物質 本品16 mgをアセトン2 mLに溶かし，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する。
 含量 98.0%以上。 定量法 本品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約10 mgを量り，メタノールを加えて10 mLとし，試料溶液とする。この液20 μL につき，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。各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりレジブフォゲニンの量を求める。

試験条件
 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300 nm)

105 カラム：内径4 ～ 6 mm，長さ15 ～ 30 cmのステンレ
106 ス管に5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オク
107 タデシルシリル化シリカゲルを充填する。

108 カラム温度：40℃付近の一定温度

109 移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

110 流量：レジブフォゲニンの保持時間が約9分になるよ
111 うに調整する。

112 面積測定範囲：溶媒のピークの後からレジブフォゲニ
113 ンの保持時間の約2倍までの範囲

114 システム適合性

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

117 この溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正
118 確に20 mLとし，標準溶液(2)とする。標準溶液(2)
119 20 μL から得たレジブフォゲニンのピーク面積が標
120 準溶液(1) 20 μL から得たレジブフォゲニンのピーク
121 面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する。

122 システムの性能：本品，定量用プファリン及び定量用
123 シノプファギン10 mgずつをメタノールに溶かして
124 200 mLとする。この液20 μL につき，上記の条件で
125 操作するとき，プファリン，シノプファギン，レジ
126 ブフォゲニンの順に溶出し，それぞれの分離度は
127 1.5以上である。