

国立衛生試験所 *dl*-カンフル標準品 (Control 951)

北島 文・前川 京子・吉井 公彦・小松 裕明
谷本 剛・岡田 敏史

dl-Camphor Reference Standard (Control 951) of the
National Institute of Health Sciences

Aya Kitajima, Keiko Maekawa, Kimihiko Yoshi, Hiroaki Komatsu,
Tsuyoshi Tanimoto and Satoshi Okada

The raw material of *dl*-camphor was examined for the preparation of the “*dl*-Camphor Reference Standard”. Analytical data obtained are as follows: ultraviolet spectrum, $\lambda_{\max}=290$ nm; infrared spectrum, the same as that of the present JP Camphor Reference Standard; melting point, 179.6°C; purity test by gas-chromatography (GC), three kinds of impurities were detected; assay by GC, 99.0%.

Based on the above results, the candidate raw material was authorized as the JP Reference Standard (Control 951).

Keywords : *dl*-camphor, quality evaluation, authorization, JP reference standard

(Received May 31, 1996)

第十二および第十三改正日本薬局方「*dl*-カンフル」の定量法に用いる国立衛生試験所標準品（日本薬局方標準品）“*dl*-カンフル標準品 (Control 951)”を製造したので報告する。

1. 標準品原料

本標準品原料は、松浦薬業(株)より購入した。

2. 参照物質および試薬

第十二改正日本薬局方 *dl*-カンフル標準品 (Control 912; 日局標準品と略称)¹⁾を対照に試験を行った。試薬および溶媒類は、特級品または特級相当品を用いた。

3. 装置

本品の品質評価試験にあたり、以下の測定装置を用いた。セミマイクロ上皿電子天秤 (メトラー, AE-240型), 自記分光光度計 (日本分光, Ubest-50型), 赤外分光光度計 (日本分光, FT-IR VAROL-III), 融点測定器 (宮本理研工業, PA-20S型), 旋光計 (日本分光, DIP-370型)。また, ガスクロマトグラフ装置は, 島津製作所製の GC-8A およびデータ処理装置 C-R6A を用いた。

4. 試験方法

特に記すもののほかは, 日局一般試験法および医薬品各条「*dl*-カンフル」の試験法を準用した。

4.1 紫外吸収スペクトル

本候補品約 0.120 g を精密に量り, エタノールを加えて正確に 50 ml とし, エタノールを対照に吸光度測定法により, 本品の紫外外部吸収スペクトルを測定する。

4.2 ガスクロマトグラフ (GC) 法による純度試験

日局「*dl*-カンフル」の定量法を準用し, 以下のように GC 法による純度試験を行った。本品約 0.040 g を精密に量り, エタノールに溶かして正確に 2 ml とし, 試料溶液とする。この液 2 μ l につき, 次の条件でガスクロマトグラフ法による純度試験を行った。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: PEG 20 M 10%/Chromsorb W AW-DMCS (60/80 Mesh, 3.2 mm ϕ \times 3 ml, ガスクロ工業)。なお, ガスクロマトグラフ用ケイソウ土 (Chromsorb W) は, 酸およびジメチルジクロルシラン処理されている。

カラム温度: 110°C

キャリアーガス: 窒素

流量: *dl*-カンフルの保持時間が約 13 分になるように調整する。

検出感度: 試料注入量 (μ g) の 1/100 に相当する量を注入するとき, 得られる主ピークの高さが, フルスケールの約 1/10 になるように記録計の感度を調整する。さらに, この条件で試料注入量の 1/2000 に相当する量を注入するとき, 主ピークが必ず検出されるように分析パラメーターを設定する²⁾。

5. 試験結果

(1) 性状

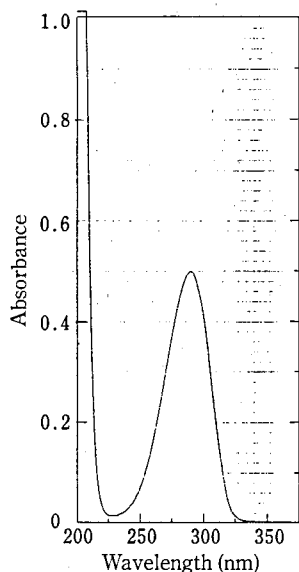


Fig. 1. Ultraviolet absorption spectrum for the candidate *dl*-camphor Reference Standard

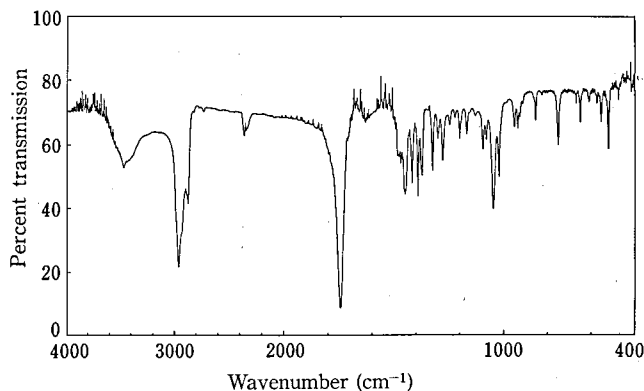


Fig. 2. Infrared absorption spectrum for the candidate *dl*-camphor Reference Standard

無色の結晶性の粉末で、特異な芳香があり、味はわずかに苦い。

(2) 紫外吸収スペクトルおよび比吸光度

波長 290 nm 付近に吸収の極大が観察され、極大吸収波長における比吸光度、 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (290 nm) は 2.00 であった。本品の紫外吸収スペクトルを Fig. 1 に示す。

(3) 赤外吸収スペクトル

本品および日局標準品の赤外吸収スペクトルを臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同様の位置に同様の強度の吸収が認められた (Fig. 2)。

(4) 旋光度

本品の比旋光度は、 $[\alpha]_{20}^D = +0.2^\circ$ (0.2 g, 無水エタノール, 100 mm) であり、日局規格に適合する (日局: $[\alpha]_{20}^D - 1.5^\circ \sim +1.5^\circ$)。

(5) 融点

本品の融点は、179.6°C であり、日局規格に適合する

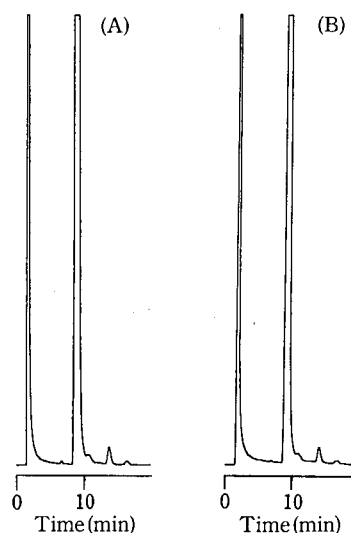


Fig. 3. Gas chromatograms for the candidate and the JP *dl*-camphor Reference Standard

(A): The candidate

(B): The JP *dl*-camphor Reference Standard

Conditions: column, 10% PEG 20 M on Chromsorb WAW-DMCS (60/80 mesh), 3.2 mm ϕ × 3 m; column temp., 110°C; carrier gas, N₂; detector, FID.

(日局: 175~180°C)。

(6) GC法による純度試験

本品および日局標準品につき、GC法による純度試験で得られたクロマトグラムを Fig. 3 に示した。Fig. 3 のクロマトグラムから明らかなように、本品および日局標準品とも主ピークの前後に微量不純物ピークが 3~4 個検出されており、それらは同種の不純物とみなすことができる。面積百分率法により、相対含量 0.05% 以上の不純物の総量を求めるとき、本候補品で 0.65 ± 0.004%、日局標準品で 0.64 ± 0.007% と推定された。

この結果、本品は GC 法による定量用の標準品として必要な純度を有していることが明らかになった。

(7) 定量

日局「*dl*-カンフル」の定量法を準用し、日局標準品を対照として GC 法による定量を行った結果、99.0 ± 1.80% (n=5) の値が得られた。

結 論

標準品原料として入手した *dl*-カンフルにつき、日局 *dl*-カンフル標準品を対照に比較検討した結果、本候補品は国立衛生試験所標準品 (日本薬局方標準品) として十分な品質を有することが認められた。

終わりに、本標準品の製造にあたり、ご協力いただきました松浦薬業(株)に深謝いたします。

文 献

- 1) 泉 若江, 村井真美, 小松裕明, 石光 進, 岡田敏史: 国立

衛生試験所 *d*-カンフル標準品 (Control 911) および *dl*-
カンフル標準品 (Control 911), 衛生試験, **110**, 116~118
(1992)

2) 木村俊夫, 網川延孝, 中守律夫: 副腎皮質ステロイドの標
準品について, 医薬品研究, **17**, 143~173 (1986)