

国立医薬品食品衛生研究所 *dl*-カンフル標準品 (Control 961)

北島 文・田頭 洋子・前川 京子・吉井 公彦  
小松 裕明・谷本 剛・岡田 敏史<sup>#</sup>

*dl*-Camphor Reference Standard (Control 961) of  
National Institute of Health Sciences

Aya Kitajima, Yoko Tagashira, Keiko Maekawa, Kimihiko Yoshii,  
Hiroaki Komatsu, Tsuyoshi Tanimoto and Satoshi Okada<sup>#</sup>

The raw material of *dl*-camphor was examined for the preparation of the "*dl*-Camphor Reference Standard (Control 961)" of National Institute of Health Sciences. Analytical data obtained are as follows: UV spectrum,  $\lambda_{\max}=290$  nm; IR spectrum, the same as that of the present JP Camphor Reference Standard (Control 953); melting point, 179.1°C; purity test by gas-chromatography (GC), three kinds of impurities were detected; assay by GC, 99.8%.

Based on the above results, the candidate raw material was authorized as the *dl*-Camphor Reference standard (Control 961) National Institute of Health Sciences (Japanese Pharmacopoeia).

**Keywords:** *dl*-camphor, quality evaluation, authorization, reference standard  
(Received May 30, 1997)

第十三改正日本薬局方に収載されている「*dl*-カンフル」の定量法に用いる国立医薬品食品衛生研究所(日本薬局方)*dl*-カンフル標準品(Control 961)を製造したので報告する。

### 1. 標準品原料

*dl*-カンフル標準品原料は、松浦薬業株式会社より購入した。同社による日本薬局方「*dl*-カンフル」の規格及び試験法に基づく、主な試験成績は以下のとおりである。比吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (289 nm), 2.04; 融点, 177~178°C; 旋光度, 0; 液体クロマトグラフ法 (HPLC) による純度試験, 不純物量 0.32%。

### 2. 参照物質及び試薬

参照物質には日本薬局方 *dl*-カンフル標準品 (Control 953; 以下, 日局標準品と略称)<sup>1)</sup>を用いた。試薬は試薬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には, 高津製作所製の GC-8A 及び資生堂製データ処理装置 S-MC を用いた。

### 4. 試験方法

別に記すもののほかは, 日局一般試験法及び医薬品各条「*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

標準品原料約 0.120 g を精密に量り, エタノールを加えて溶かし正確に 50 ml とし, エタノールを対照にして吸光度測定法により紫外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, 以下のようにして GC 法による純度試験を行った。

本品及び日局標準品約 0.040 g を精密に量り, エタノールを加えて溶かし正確に 2 ml とし, 試料溶液及び標準溶液とする。この液 2  $\mu$ l につき, 次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。

#### 操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: PEG 20 M10% Chromsorb WAW-DMCS (60/80 Mesh, 3.2 mm  $\phi$  x 3 m, 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, 酸及びジメチルジクロロ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

<sup>#</sup> To whom correspondence should be addressed: Satoshi Okada; 1-1-43 Houenzaka, Chuoh-ku, Osaka 540, Japan; Tel: 06-941-1533; Fax: 06-942-0716; E-mail: okada@nihns.go.jp

流量：*d,l*-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：標準溶液 1 ml を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 ml とした液 20  $\mu$ l から得た *d,l*-カンフルのピーク高さが記録紙のフルスケールの約 10% になるように検出器の出力あるいは記録計の感度を調整する。さらに、標準溶液 1 ml を正確に量り、移動相を加えて正確に 2000 ml とした液 20  $\mu$ l から得た *d,l*-カンフルのピーク面積が必ず検出されるように分析パラメーターを設定する。

## 5. 試験結果

### (1) 性状

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及び比吸光度

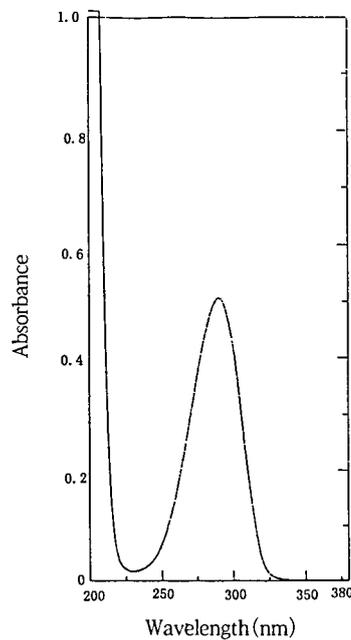


Fig. 1. Ultraviolet absorption spectrum of the raw material

波長 290 nm 付近に吸収の極大が観察され (Fig. 1), 吸収極大波長における比吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (290 nm) は 2.06 であった。

### (3) 赤外吸収スペクトル

本品及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、 $[\alpha]_D^{20} = -0.4^\circ$  (0.2 g, 無水エタノール, 100 mm) であり、日局規格に適合した (日局： $[\alpha]_D^{20} -1.5^\circ \sim +1.5^\circ$ )。

### (5) 融点

本品の融点は、179.1 $^\circ\text{C}$  であり、日局規格に適合した (日局：175 $^\circ\text{C}$ ~180 $^\circ\text{C}$ )。

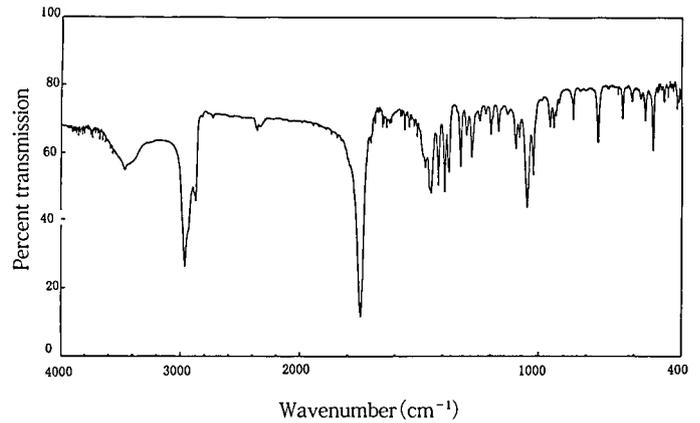


Fig. 2. Infrared absorption spectrum of the raw material

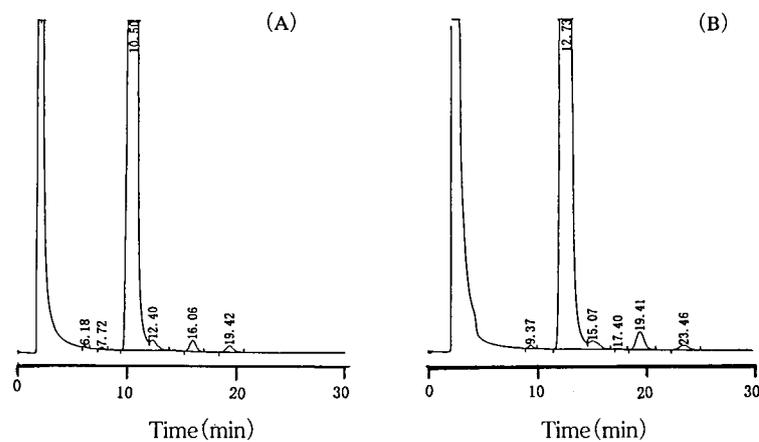


Fig. 3. Gas chromatograms of the raw material and the JP *d,l*-camphor Reference Standard

(A) : The raw material

(B) : The JP *d,l*-camphor Reference Standard

#### (6) GC法による純度試験

本品及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に示す。このクロマトグラムから明らかなように、本品及び日局標準品とも主ピークの前後に微量の不純物ピークが3個検出され、それらは同種の不純物とみなすことができた。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、標準品原料では $0.55 \pm 0.005\%$ 、日局標準品では $0.81 \pm 0.001\%$ と推定された。

#### (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、 $99.8 \pm 0.284\%$  ( $n=4$ ) 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、本品は *dl*-カンフルの定量用標準品として十分な品質を有するものと判断し、これを国立医薬品食品衛生研究所衛生試験所（日本薬局方）*dl*-カンフル標準品（Control 961）として配布することとした。

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式会社に深謝いたします。

## 文 献

- 1) 北島 文, 前川京子, 吉井公彦, 小松裕明, 谷本 剛, 岡田敏史: 衛生試験, 114, 125~127 (1996)