

1 9.41 試薬・試液

2 以下の試薬を次のように改める。

3 **ゲニポシド**、定量用 $C_{17}H_{24}O_{10}$ ゲニポシド、薄層クロマト
4 グラフィー用。ただし、以下の定量用1又は定量用2 (qNMR
5 純度規定)の試験に適合するもの。なお、定量用1は乾燥(減
6 圧・0.67 kPa以下、酸化リン(V)、24時間)して用い、定量
7 用2は定量法で求めた含量を補正して用いる。

8 1)定量用1

9 **吸光度** (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (240 nm) : 249~269 (10 mg, 薄めた
10 メタノール(1→2), 500 mL)。ただし、デシケーター(減圧・
11 0.67 kPa以下、酸化リン(V))で24時間乾燥したもの。

12 **純度試験** 類縁物質 本品5 mgを薄めたメタノール(1→2)
13 50 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量
14 り、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100 mLとし、
15 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確に
16 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試
17 験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法に
18 より測定するとき、試料溶液のゲニポシド以外のピークの合
19 計面積は、標準溶液のゲニポシドのピーク面積より大きくない。

20 試験条件

21 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「サン
22 シシ」の定量法の試験条件を準用する。

23 面積測定範囲：溶媒のピークの後からゲニポシドの保持
24 時間の約3倍の範囲

25 システム適合性

26 システムの性能及びシステムの再現性は「サンシシ」の
27 定量法のシステム適合性を準用する。

28 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、薄めたメタ
29 ノール(1→2)を加えて正確に20 mLとする。この液10
30 μ Lから得たゲニポシドのピーク面積が、標準溶液の
31 ゲニポシドのピーク面積の3.5~6.5 %になることを
32 確認する。

33 2) 定量用2 (qNMR純度規定)

34 **ピークの単一性** 本品5 mgを薄めたメタノール(1→2) 50
35 mLに溶かす。この液1 mLを正確に量り、薄めたメタノール
36 (1→2)を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。試料
37 溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
38 (2.01) により試験を行い、ゲニポシドのピークの頂点及び
39 頂点の前後でピーク高さの midpoint 付近の2点を含む少なくとも
40 3点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき、スペ
41 クトルの形状に差がない。

42 試験条件

43 カラム、カラム温度、移動相及び流量は「サンシシ」の
44 定量法の試験条件を準用する。

45 検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長240
46 nm, スペクトル測定範囲：220~400 nm)

47 システム適合性

48 システムの性能は「サンシシ」の定量法のシステム適合
49 性を準用する。

50 **定量法** ウルトラマイクロ化学はかりを用い、本品10 mg及び
51 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 1 mgをそれぞ

52 れ精密に量り、核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノ
53 ール1 mLに溶かし、試料溶液とする。この液を外径5 mm
54 のNMR試料管に入れ、核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-
55 BTMSB- d_4 を内標準物質として、次の試験条件で核磁気共鳴
56 スペクトル測定法 (2.21) により、 1H を測定し、内標準物質
57 のシグナルを δ 0 ppmとし、 δ 3.93 ppm及び δ 4.06 ppm付近
58 のそれぞれのシグナルの面積強度A1 (水素数1に相当)及び
59 A2 (水素数1に相当)を測定する。

60 61 **ゲニポシド($C_{17}H_{24}O_{10}$)の量(%)**

$$62 = M_s \times I \times P / (M \times N) \times 1.7147$$

63 M : 本品の秤取量(mg)

64 M_s : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 の秤取量
65 (mg)

66 I : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 のシグナル
67 の面積強度を18.000としたときの各シグナルの面積強度
68 A1及びA2の和

69 N : A1及びA2に由来する各シグナルの水素数の和

70 P : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 の純度(%)

71 試験条件

72 装置： 1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク
73 トル測定装置

74 測定対象とする核： 1H

75 デジタル分解能：0.25以下

76 観測スペクトル幅：-5~15 ppmを含む20 ppm以上
77 スピニング：オフ

78 パルス角：90°

79 ^{13}C 核デカップリング：あり

80 取り込み時間：4秒以上

81 遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

82 積算回数：8回以上

83 ダミーキャン：2回以上

84 測定温度：20~30 °Cの一定温度

85 システム適合性

86 検出の確認：試料溶液につき、上記の条件で測定すると
87 き、 δ 3.93 ppm及び δ 4.06 ppm付近の各シグナルの
88 SN比は100以上である。

89 システムの性能：試料溶液につき、上記の条件で測定す
90 るとき、 δ 3.93 ppm及び δ 4.06 ppm付近のシグナル
91 について、明らかな混在物のシグナルが重なっていない
92 ことを確認する。また、試料溶液につき、上記の条
93 件で測定するとき、各シグナル間の面積強度比A1/
94 A2は、それぞれ0.99~1.01である。

95 システムの再現性：試料溶液につき、上記の条件で測定
96 を6回繰り返すとき、面積強度A1又はA2の内標準物質
97 の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0 %以下
98 である。

99 **ゲニポシド**、薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{24}O_{10}$ 白色の
100 結晶又は結晶性の粉末である。水又はメタノールに溶けやす
101 く、エタノール(99.5)にやや溶けやすい。融点：約160 °C

102 **純度試験** 類縁物質 本品1.0 mgをとり、メタノール1 mL
103 を正確に加えて溶かした液20 μ Lにつき、「サンシシ」の確
104 認試験(2)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約0.3の主スポッ

105 ト以外のスポットを認めない。

106 **マグノロール、定量用** $C_{18}H_{18}O_2$ マグノロール、薄層クロ
107 マトグラフィー用。ただし、以下の定量用1又は定量用2
108 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの。なお、定量用1は
109 デシケーター(シリカゲル)で1時間乾燥し、用いる。定量用2
110 は定量法で求めた含量を補正して用いる。

111 1)定量用1

112 **吸光度** (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (290 nm) : 270~293 (10 mg, メタノ
113 ール, 500 mL)。ただし、デシケーター(シリカゲル)で1時
114 間以上乾燥したもの。

115 **純度試験** 類縁物質 本品5.0 mgを移動相10 mLに溶かし、
116 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加え
117 て正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
118 溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
119 フィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピ
120 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマグ
121 ノロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のマグノロー
122 ルのピーク面積より大きくない。

123 **試験条件**

124 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は、「コ
125 ウボク」の定量法の試験条件を準用する。

126 **面積測定範囲** : マグノロールの保持時間の約3倍の範囲
127 システム適合性

128 システムの性能及びシステムの再現性は「コウボク」の
129 定量法のシステム適合性を準用する。

130 **検出の確認** : 標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
131 えて正確に20 mLとする。この液10 μ Lから得たマグ
132 ノロールのピーク面積が、標準溶液のマグノロールの
133 ピーク面積の3.5~6.5 %になることを確認する。

134 2)定量用2 (qNMR純度規定)

135 **ピークの単一性** 本品5 mgを移動相10 mLに溶かす。この
136 液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、
137 試料溶液とする。試料溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体ク
138 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、マグノロール
139 のピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの midpoint 付近の2
140 点を含む少なくとも3点以上でのピークの吸収スペクトルを
141 比較するとき、スペクトルの形状に差がない。

142 **試験条件**

143 カラム、カラム温度、移動相及び流量は「コウボク」の
144 定量法の試験条件を準用する。

145 **検出器** : フォトダイオードアレイ検出器(測定波長 :
146 289 nm, スペクトル測定範囲 : 220~400 nm)

147 **システム適合性**

148 システムの性能は「コウボク」の定量法のシステム適合
149 性を準用する。

150 **定量法** ウルトラマイクロ化学はかりを用い、本品5 mg及び
151 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 1 mgをそれぞ
152 れ精密に量り、核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロ
153 ホルム1 mLを加えて溶かし、試料溶液とする。この液を外
154 径5 mmのNMR試験管に入れ、核磁気共鳴スペクトル測定
155 用1,4-BTMSB- d_4 を内標準物質として、次の試験条件で核磁
156 気共鳴スペクトル測定法 (2.21) により、 1H を測定し、内標
157 準物質のシグナルを δ 0 ppmとし、 δ 6.70 ppm及び δ 6.81
158 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A1(水素数2に相

159 当)及びA2(水素数2に相当)を測定する。

160 マグノロール($C_{18}H_{18}O_2$)の量(%)

161 $= Ms \times I \times P / (M \times N) \times 1.1758$

162 M : 本品の秤取量(mg)

163 Ms : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 の秤取量
164 (mg)

165 I : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 のシグナル
166 の面積強度を18.000としたときの各シグナルの面積強度
167 A1及びA2の和

168 N : A1及びA2に由来する各シグナルの水素数の和

169 P : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 の純度(%)

170 **試験条件**

171 装置 : 1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク
172 トル測定装置

173 測定対象とする核 : 1H

174 デジタル分解能 : 0.25以下

175 観測スペクトル幅 : -5~15 ppmを含む20 ppm以上
176 スピニング : オフ

177 パルス角 : 90°

178 ^{13}C 核デカップリング : あり

179 取り込み時間 : 4秒以上

180 遅延時間 : 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

181 積算回数 : 8回以上

182 ダミーキャン : 2回以上

183 測定温度 : 20~30 $^\circ C$ の一定温度

184 **システム適合性**

185 検出の確認 : 試料溶液につき、上記の条件で測定すると
186 き、 δ 6.70 ppm及び δ 6.81 ppm付近の各シグナルの
187 SN比は100以上である。

188 システムの性能 : 試料溶液につき、上記の条件で測定す
189 るとき、 δ 6.70 ppm及び δ 6.81 ppm付近のシグナル
190 について、明らかな混在物のシグナルが重なっていない
191 ことを確認する。また、試料溶液につき、上記の条
192 件で測定するとき、各シグナル間の面積強度比A1/
193 A2は0.99~1.01である。

194 システムの再現性 : 試料溶液につき、上記の条件で測定
195 を6回繰り返すとき、面積強度A1又はA2の内標準物
196 質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0 %以下
197 である。

198 **ペオノール、定量用** $C_9H_{10}O_3$ ペオノール、薄層クロマトグ
199 ラフィー用。ただし、以下の定量用1又は定量用2 (qNMR純
200 度規定)の試験に適合するもの。なお、定量用1はデシケータ
201 ー(シリカゲル)で1時間乾燥し、用いる。定量用2は定量法で
202 求めた含量を補正して用いる。

203 1)定量用1

204 **吸光度** (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (274 nm) : 853~934 (5 mg, メタノー
205 ル, 1000 mL)。ただし、デシケーター(シリカゲル)で1時間
206 以上乾燥したもの。

207 **純度試験** 類縁物質 本品5.0 mgを移動相50 mLに溶かし、
208 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加え
209 て正確に100 mLとし、標準溶液(1)とする。試料溶液及び標
210 準溶液(1) 10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ

211	トグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の	263	装置： ¹ H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク
212	各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶	264	トル測定装置
213	液のペオノール以外のピークの合計面積は、標準溶液(1)の	265	測定対象とする核： ¹ H
214	ペオノールのピーク面積より大きくない。	266	デジタル分解能：0.25以下
215	試験条件	267	観測スペクトル幅：-5~15 ppmを含む20 ppm以上
216	検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は、「ボタン	268	スピニング：オフ
217	ピ」の定量法の試験条件を準用する。	269	パルス角：90°
218	検出感度：標準溶液(1) 1 mLを正確に量り、移動相を加	270	¹³ C核デカップリング：あり
219	えて正確に20 mLとし、標準溶液(2)とする。標準溶	271	取り込み時間：4秒以上
220	液(2)10 µLから得たペオノールのピーク面積が自動積	272	遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
221	分法により測定されるように調整する。また、標準溶	273	積算回数：8回以上
222	液(1) 10 µLから得たペオノールのピーク高さがフル	274	ダミーキャン：2回以上
223	スケールの約20%になるように調整する。	275	測定温度：20~30℃の一定温度
224	面積測定範囲：溶媒のピークの後からペオノールの保持	276	システム適合性
225	時間の約3倍の範囲	277	検出の確認：試料溶液につき、上記の条件で測定すると
226	2)定量用2 (qNMR純度規定)	278	とき、δ 6.17~δ 6.25 ppm及びδ 7.54 ppm付近の各シグ
227	ピークの単一性 本品5 mgを移動相50 mLに溶かす。この	279	ナルのSN比は100以上である。
228	液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとし、	280	システムの性能：試料溶液につき、上記の条件で測定す
229	試料溶液とする。試料溶液10 µLにつき、次の条件で液体ク	281	るとき、δ 6.17~δ 6.25 ppm及びδ 7.54 ppm付近のシグ
230	ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、ペオノールの	282	ナルについて、明らかな混在物のシグナルが重なっ
231	ピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2点	283	ていないことを確認する。また、試料溶液につき、上
232	を含む少なくとも3点以上でのピークの吸収スペクトルを比	284	記の条件で測定するとき、各シグナル間の面積強度比
233	較するとき、スペクトルの形状に差がない。	285	(A1/2)/A2は0.99~1.01である。
234	試験条件	286	システムの再現性：試料溶液につき、上記の条件で測定
235	カラム、カラム温度、移動相及び流量は「ボタンピ」の	287	を6回繰り返すとき、面積強度A1又はA2の内標準物
236	定量法の試験条件を準用する。	288	質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下
237	検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長274	289	である。
238	nm、スペクトル測定範囲：220~400 nm)	290	以下の試薬を追加する。
239	システム適合性	291	1,4-BTMSB-d ₄ , 核磁気共鳴スペクトル測定用 C ₁₂ H ₁₈ D ₄ Si ₂
240	システムの性能は「ボタンピ」の定量法のシステム適合	292	国際単位系へのトレーサビリティが確保された1,4-ビス(ト
241	性を準用する。	293	リメチルシリル)ベンゼン-d ₄ .
242	定量法 ウルトラマイクロ化学はかりを用い、本品5 mg及び	294	
243	核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d ₄ 1 mgをそれぞ	295	
244	れ精密に量り、核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノ	296	
245	ール1 mLを加えて溶かし、試料溶液とする。この液を外径5		
246	mmのNMR試料管に入れ、核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-		
247	BTMSB-d ₄ を内標準物質として、次の試験条件で核磁気共鳴		
248	スペクトル測定法 (2.21) により、 ¹ Hを測定し、内標準物質		
249	のシグナルをδ 0 ppmとし、δ 6.17~δ 6.25 ppm及びδ 7.54		
250	ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A1 (水素数2に相		
251	当)及びA2 (水素数1に相当)を測定する。		
252	ペオノール(C ₉ H ₁₀ O ₃)の量(%)		
253	= $M_s \times I \times P / (M \times N) \times 0.7336$		
254	M: 本品の秤取量(mg)		
255	M _s : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d ₄ の秤取量		
256	(mg)		
257	I: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d ₄ のシグナル		
258	の面積強度を18.000としたときの各シグナルの面積強度		
259	A1及びA2の和		
260	N: A1及びA2に由来する各シグナルの水素数の和		
261	P: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d ₄ の純度(%)		
262	試験条件		