

既記載品目 (9.41 試薬・試液) における 「定量用1」の削除について (意見募集)

以下の既記載試薬・試液で規定する「定量用1」を削除する改正を行うとともに、「内部基準物質」の用語を「qNMR用基準物質」に改めます。

1. 対象品目

(E)-ケイ皮酸, 定量用
ゲニポシド, 定量用
サイコサポニン_{b2}, 定量用
ペオノール, 定量用
マグノロール, 定量用
ロスマリン酸, 定量用

2. 改正案 ((E)-ケイ皮酸, 定量用の例)

以下の試薬・試液を次のように改める。

(E)-ケイ皮酸, 定量用 C₉H₈O₂ (E)-ケイ皮酸, 薄層クロマトグラフィー用。ただし, 以下の試験に適合するもの。なお, 本品は定量法で求めた含量で補正して用いる。

ピークの単一性 本操作は光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品1 mgを移動相50 mLに溶かし, 試料溶液とする。試料溶液10 μLにつき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, (E)-ケイ皮酸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時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき, スペクトルの形状に差がない。

試験条件

カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「荅桂朮甘湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する。

検出器: フォトダイオードアレイ検出器(測定波長: 273 nm, スペクトル測定範囲: 220 ~ 400 nm)

システム適合性

システムの性能は「荅桂朮甘湯エキス」の定量法(1)のシステム適合性を準用する。

定量法 ウルトラマイクロ化学はかりを用い, 本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d₄ 1 mgをそれぞれ精密に量り, 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム1 mLに溶かし, 試料溶液とする。この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ, 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d₄をqNMR用基準物質として, 次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)及び(5.01)により, ¹H NMRを測定する。qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし, δ 6.20 ppm付近のシグナルの面積強度*A* (水素数1に相当)を算出する。

(E)-ケイ皮酸(C₉H₈O₂)の量(%)

$$= M_s \times I \times P / (M \times N) \times 0.6541$$

M: 本品の秤取量(mg)

M_s: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d₄の秤取量(mg)

I: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d₄のシグナルの面積強度を18.000としたときの面積強度*A*
N: *A*に由来するシグナルの水素数
P: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d₄の純度(%)

試験条件

装置: ¹H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核: ¹H

デジタル分解能: 0.25Hz以下

観測スペクトル幅: -5 ~ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング: オフ

パルス角: 90°

¹³C核デカップリング: あり

遅延時間: 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数: 8回以上

ダミーキャン: 2回以上

測定温度: 20 ~ 30°Cの一定温度

システム適合性

検出の確認: 試料溶液につき, 上記の条件で測定するとき, δ 6.20 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である。

システムの性能: 試料溶液につき, 上記の条件で測定するとき, δ 6.20 ppm付近のシグナルについて, 明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する。

システムの再現性: 試料溶液につき, 上記の条件で測定を6回繰り返すとき, 面積強度*A*のqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である。

また, 上記改正に伴い, 以下の試薬・試液を次のように改めます。

サイコサポニン_{b2}標準試液, 定量用 以下の1)又は2)により調製する。

1) 定量用サイコサポニン_{b2}約10 mgを精密に量り, メタノールに溶かし, 正確に250 mLとする。この液 500 μLを正確に量り, 減圧で溶媒を留去する。用時, これに水/メタノール混液(1:1) 2 mLを正確に加えて定量用サイコサポニン_{b2}標準試液とする。本品は水/メタノール混液(1:1) 1000 mL中に定量用サイコサポニン_{b2} 10 mgを含む。なお, 本品は定量用サイコサポニン_{b2}の定量法で求めた含量で補正する。
2) 定量用サイコサポニン_{b2}約10 mgを精密に量り, メタノール50 mLに溶かし, 水を加えて正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り, 水/メタノール混液(1:1)を加え

98 て正確に100 mLとし、定量用サイコサポニンb₂標準試液と
99 する。なお、本品は定量用サイコサポニンb₂の定量法で求め
100 た含量で補正する。
101
102