

## 1 9.41 試薬・試液

### 2 以下の試薬・試液を次のように改める。

3 アミグダリン、定量用  $C_{20}H_{27}NO_{11}$  アミグダリン、薄層ク  
4 ロマトグラフィー用。ただし、以下の定量用1又は定量用2  
5 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの。なお、定量用1は  
6 デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥して用いる。定量用  
7 2は定量法で求めた含量で補正して用いる。

#### 8 1) 定量用1

9 吸光度 (2.24)  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (263 nm) : 5.2 ~ 5.8 (脱水物に換算  
10 したものの20 mg, メタノール, 20 mL)。ただし、別途水  
11 分 (2.48) を測定しておく (5 mg, 電量滴定法)。

12 純度試験 類縁物質 本品5 mgを移動相10 mLに溶かし、  
13 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加  
14 えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
15 標準溶液10  $\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ  
16 トグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の  
17 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  
18 溶液のアミグダリン以外のピークの合計面積は、標準溶液  
19 のアミグダリン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「桂  
22 枝茯苓丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用す  
23 る。

24 面積測定範囲 : アミグダリンの保持時間の約3倍の範  
25 囲

#### 26 システム適合性

27 検出の確認 : 標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を  
28 加えて正確に20 mLとする。この液10  $\mu\text{L}$ から得た  
29 アミグダリンのピーク面積が、標準溶液のアミグダ  
30 リンのピーク面積の3.5 ~ 6.5%になることを確認  
31 する。

32 システムの性能 : 標準溶液10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条  
33 件で操作するとき、アミグダリンのピークの理論  
34 段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以  
35 上、1.5以下である。

36 システムの再現性 : 標準溶液10  $\mu\text{L}$  につき、上記の  
37 条件で試験を6回繰り返すとき、アミグダリンの  
38 ピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

#### 39 2) 定量用2 (qNMR純度規定)

40 ピークの単一性 本品1 mgを薄めたメタノール(1→2) 5  
41 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液10  $\mu\text{L}$ につき、  
42 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を  
43 行い、アミグダリンのピークの頂点及び頂点の前後でピー  
44 ク高さの中間付近の2時点を含む少なくとも3時点以上で  
45 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  
46 形状に差がない。

#### 47 試験条件

48 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「桂枝茯苓  
49 丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する。

50 検出器 : フォトダイオードアレイ検出器(測定波長 :  
51 210 nm, スペクトル測定範囲 : 200 ~ 400 nm)

52 システム適合性

53 システムの性能 : 試料溶液10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件  
54 で操作するとき、アミグダリンのピークの理論段数  
55 及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、  
56 1.5以下である。

57 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  
58 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- $d_6$  1 mgをそれぞれ精密  
59 に量り、核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスル  
60 ホキシド1 mLに溶かし、試料溶液とする。この液を外径5  
61 mmのNMR試料管に入れ、核磁気共鳴スペクトル測定用  
62 DSS- $d_6$ をqNMR用基準物質として、次の試験条件で核磁気  
63 共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により、 $^1\text{H}$   
64 NMRを測定する。qNMR用基準物質のシグナルを $\delta$  0 ppm  
65 とし、 $\delta$  6.03 ppm付近のシグナルの面積強度 $A$  (水素数1に相  
66 当)を算出する。

67 アミグダリン( $C_{20}H_{27}NO_{11}$ )の量(%)

$$68 = M_S \times I \times P / (M \times N) \times 2.0388$$

69  $M$  : 本品の秤取量(mg)

70  $M_S$  : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- $d_6$ の秤取量(mg)

71  $I$  : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- $d_6$ のシグナルの面  
72 積強度を9.000としたときの面積強度 $A$

73  $N$  :  $A$ に由来するシグナルの水素数

74  $P$  : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- $d_6$ の純度(%)

#### 75 試験条件

76 装置 :  $^1\text{H}$ 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク  
77 トル測定装置

78 測定対象とする核 :  $^1\text{H}$

79 デジタル分解能 : 0.25 Hz以下

80 観測スペクトル幅 :  $-5 \sim 15$  ppmを含む20 ppm以上

81 スピニング : オフ

82 パルス角 :  $90^\circ$

83  $^{13}\text{C}$ 核デカップリング : あり

84 遅延時間 : 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

85 積算回数 : 8回以上

86 ダミーキャン : 2回以上

87 測定温度 :  $20 \sim 30^\circ\text{C}$ の一定温度

#### 88 システム適合性

89 検出の確認 : 試料溶液につき、上記の条件で測定すると  
90 き、 $\delta$  6.03 ppm付近のシグナルのSN比は100以上で  
91 ある。

92 システムの性能 : 試料溶液につき、上記の条件で測定す  
93 るとき、 $\delta$  6.03 ppm付近のシグナルについて、明ら  
94 かな混在物のシグナルが重なっていないことを確認す  
95 る。

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