

9.41 試薬・試液

2 次の試薬・試液を次のように改める。

3 アトラクチレノリドⅢ，定量用 $C_{15}H_{20}O_3$ アトラクチレノ
4 リドⅢ，薄層クロマトグラフィー用。ただし，以下の定量用
5 1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの。な
6 お，定量用1はデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥
7 し用いる。定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる。

1) 定量用1

9 吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (219 nm) : 446 ~ 481 (5 mg, メタ
10 ノール, 500 mL)。
11 純度試験 類縁物質 本品5 mgをメタノール50 mLに溶
12 かし，試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り，メタ
13 ノールを加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする。試
14 料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり，次の条件で
15 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。それ
16 ぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する
17 とき，試料溶液のアトラクチレノリドⅢ以外のピークの合
18 計面積は，標準溶液のアトラクチレノリドⅢのピーク面積
19 より大きくない。

試験条件

21 カラム，カラム温度，移動相及び流量は「当帰芍薬散
22 エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する。

23 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)

24 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアトラクチレノ
25 リドⅢの保持時間の約5倍の範囲

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，メタノ
28ールを加えて正確に20 mLとする。この液10 μ Lから
29得たアトラクチレノリドⅢのピーク面積が，標準
30溶液のアトラクチレノリドⅢのピーク面積の3.5 ~
316.5%になることを確認する。

32 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき，上記の条件
33で操作するとき，アトラクチレノリドⅢのピークの
34理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000
35段以上，1.5以下である。

36 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき，上記の条
37件で試験を6回繰り返すとき，アトラクチレノリド
38Ⅲのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

2) 定量用2 (qNMR純度規定)

40 ピークの単一性 本品5 mgをメタノール50 mLに溶かし，
41 試料溶液とする。試料溶液10 μ Lにつき，次の条件で液体
42 クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い，アトラク
43 チレノリドⅢのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さ
44 の中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピー
45 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
46 差がない。

試験条件

48 カラム，カラム温度，移動相及び流量は「当帰芍薬散
49 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：
51 220 nm, スペクトル測定範囲：200 ~ 400 nm)

システム適合性

53 システムの性能：試料溶液10 μ Lにつき，上記の条件
54 で操作するとき，アトラクチレノリドⅢのピークの
55 理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000
56 段以上，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
58 び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 1 mgを
59 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
60 化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする。この液を
61 外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル
62 測定用1,4-BTMSB- d_4 をqNMR用基準物質として，次
63 の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)及び
64 (5.01)により， 1H NMRを測定する。qNMR用基準物質
65 のシグナルを δ 0 ppmとし， δ 1.97 ppm及び δ 2.42 ppm付
66 近のそれぞれのシグナルの面積強度 A_1 (水素数1に相当)及
67 び A_2 (水素数1に相当)を算出する。

68 アトラクチレノリドⅢ($C_{15}H_{20}O_3$)の量(%)

$$69 = M_5 \times I \times P / (M \times N) \times 1.0963$$

70 M ：本品の秤取量(mg)

71 M_5 ：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 の秤
72 取量(mg)

73 I ：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 のシグ
74 ナルの面積強度を18.000としたときの各シグナルの面
75 積強度 A_1 及び A_2 の和

76 N ： A_1 及び A_2 に由来する各シグナルの水素数の和

77 P ：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 の純度
78 (%)

試験条件

80 装置： 1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペ
81 クトル測定装置

82 測定対象とする核： 1H

83 デジタル分解能：0.25 Hz以下

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

86 パルス角：90°

87 ^{13}C 核デカップリング：あり

88 遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

89 積算回数：8回以上

90 ダミースキャン：2回以上

91 測定温度：20 ~ 30°Cの一定温度

システム適合性

93 検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定する
94 とき， δ 1.97 ppm及び δ 2.42 ppm付近の各シグナル
95 のSN比は100以上である。

96 システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定
97 するとき， δ 1.97 ppm及び δ 2.42 ppm付近のシグナル
98 について，明らかな混在物のシグナルが重なって
99 いないことを確認する。また，試料溶液につき，上
100 記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度
101 比 A_1/A_2 は，0.99 ~ 1.01である。

102 システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測
103 定を6回繰り返すとき，面積強度 A_1 又は A_2 のqNMR
104 用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は

105
106

1.0%以下である.