

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

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

81 測定対象とする核: 1H

82 デジタル分解能: 0.25 Hz以下

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

85 パルス角: 90°

86 ^{13}C 核デカップリング: あり

87 遅延時間: 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

88 積算回数: 8回以上

89 ダミースキャン: 2回以上

90 測定温度: 20 ~ 30°Cの一定温度

システム適合性

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

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

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

105
106

1.0%以下である.