

9.41 試薬・試液

以下の試薬・試液を次のように改める。

シノメニン，定量用 $C_{19}H_{23}NO_4$ シノメニン，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 本品5 mgを水/アセトニトリル混液(7:3) 10 mLに溶かし，試料溶液とする。試料溶液10 μ Lにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い，シノメニン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「防己黄耆湯エキス」の定量法(1)の条件を準用する。

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：261 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：試料溶液10 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，シノメニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である。

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- d_4 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アセトン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- d_4 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 5.42 ppmとし， δ 5.42 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。

シノメニン($C_{19}H_{23}NO_4$)の量(%)

$$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.4543$$

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- d_4 の秤取量(mg)

I : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 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- d_4 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：0.25 Hz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°

^{13}C 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 5.42 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 5.42 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。

10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸，定量用 $C_{10}H_{18}O_3$ 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸，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 本品1 mgをメタノール50 mLに溶かし，試料溶液とする。試料溶液10 μ Lにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い，10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン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「ローヤルゼリー」の定量法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：215 nm，スペクトル測定範囲：200 ~ 400 nm)

システム適合性

システムの性能：本品及び分離確認用パラオキシ安息香酸プロピル1 mgずつをメタノールに溶かし50 mLとする。この液10 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は1.5以上である。

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- d_4 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メタノール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- d_4 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 5.54 ppm及び δ 6.70 ppm付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)及び A_2 (水素数1に相当)を算出する。

10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸($C_{10}H_{18}O_3$)の量(%)

$$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 0.8223$$

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- d_4 の秤取

106 量(mg)

107 I : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 のシグナ

108 ルの面積強度を18.000としたときの各シグナルの面積強

109 度 A_1 及び A_2 の和

110 N : A_1 及び A_2 に由来する各シグナルの水素数の和

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

112 (%)

113 試験条件

114 装置: ^1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク

115 トル測定装置

116 測定対象とする核: ^1H

117 デジタル分解能: 0.25 Hz以下

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

119 ピニング: オフ

120 パルス角: 90°

121 ^{13}C 核デカップリング: あり

122 遅延時間: 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

123 積算回数: 8回以上

124 ダミースキャン: 2回以上

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

126 システム適合性

127 検出の確認: 試料溶液につき, 上記の条件で測定すると

128 き, $\delta 5.54$ ppm及び $\delta 6.70$ ppm付近の各シグナルの

129 SN比は100以上である.

130 システムの性能: 試料溶液につき, 上記の条件で測定す

131 るとき, $\delta 5.54$ ppm及び $\delta 6.70$ ppm付近のシグナル

132 について, 明らかな混在物のシグナルが重なっていない

133 ことを確認する. また, 試料溶液につき, 上記の条

134 件で測定するとき, 各シグナル間の面積強度比 A_1/A_2

135 は, $0.99 \sim 1.01$ である.

136 システムの再現性: 試料溶液につき, 上記の条件で測定

137 を6回繰り返し返すとき, 面積強度 A_1 又は A_2 のqNMR用基

138 準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%

139 以下である.

140 (E)-フェルラ酸, 定量用 $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_4$ (E)-フェルラ酸. た

141 だし, 以下の試験に適合するもの. なお, 本品は定量法で

142 求めた含量で補正して用いる.

143 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

144 行う. 本品5 mgを水/メタノール混液(1:1) 10 mLに溶か

145 し, 試料溶液とする. 試料溶液10 μL につき, 次の条件で液

146 体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, (E)-フェ

147 ルラ酸のピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの midpoint

148 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

149 pektルを比較するとき, スペクトルの形状に差がない.

150 試験条件

151 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「当帰葉散エキ

152 ス」の定量法(1)の条件を準用する.

153 検出器: フォトダイオードアレイ検出器(測定波長:

154 320 nm, スペクトル測定範囲: $220 \sim 400$ nm)

155 システム適合性

156 システムの性能: 試料溶液10 μL につき, 上記の条件で

157 操作するとき, (E)-フェルラ酸のピークの理論段数

158 及びシンメトリー係数は, それぞれ5000段以上, 1.5

159 以下である.

160 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

161 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 1 mgをそれ

162 ぞれ精密に量り, 核磁気共鳴スペクトル測定用重水酸化メタ

163 ノール1 mLに溶かし, 試料溶液とする. この液を外径5 mm

164 のNMR試料管に入れ, 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-

165 BTMSB- d_4 をqNMR用基準物質として, 次の試験条件で核

166 磁気共鳴スペクトル測定法((2.21) 及び (5.01))により, ^1H

167 NMRを測定する. qNMR用基準物質のシグナルを $\delta 0$ ppm

168 とし, $\delta 6.06$ ppm付近のシグナルの面積強度 A (水素数1に

169 相当)を算出する.

170 (E)-フェルラ酸($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_4$)の量(%)

171
$$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 0.8573$$

172 M : 本品の秤取量(mg)

173 M_S : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 の秤取

174 量(mg)

175 I : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 のシグナ

176 ルの面積強度を18.000としたときの面積強度 A

177 N : A に由来するシグナルの水素数

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

179 (%)

180 試験条件

181 装置: ^1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク

182 トル測定装置

183 測定対象とする核: ^1H

184 デジタル分解能: 0.25 Hz以下

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

186 スピニング: オフ

187 パルス角: 90°

188 ^{13}C 核デカップリング: あり

189 遅延時間: 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

190 積算回数: 8回以上

191 ダミースキャン: 2回以上

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

193 システム適合性

194 検出の確認: 試料溶液につき, 上記の条件で測定すると

195 き, $\delta 6.06$ ppm付近のシグナルのSN比は100以上で

196 ある.

197 システムの性能: 試料溶液につき, 上記の条件で測定す

198 るとき, $\delta 6.06$ ppm付近のシグナルについて, 明ら

199 かな混在物のシグナルが重なっていないことを確認す

200 る.

201 システムの再現性: 試料溶液につき, 上記の条件で測定

202 を6回繰り返し返すとき, 面積強度 A のqNMR用基準物質

203 の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下で

204 ある.