

9.41 試薬・試液

以下の試薬・試液を次のように改める。

デヒドロコリダリン硝化物，定量用 $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_7$ デヒドロコリダリン硝化物，薄層ク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 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの。なお，定量用1はデシケーター(シリカゲル)で1時間以上乾燥して用いる。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

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (333 nm) : 577 ~ 642 (3 mg, 水, 500 mL)。ただし，デシケーター(シリカゲル)で1時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品5.0 mgに移動相10 mLを加え，60℃に加熱して溶かし，試料溶液とする。冷後，この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。それ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とき，試料溶液のデヒドロコリダリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデヒドロコリダリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エンゴサク」の定量法の試験条件を準用する。

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

面積測定範囲：硝酸のピークの後からデヒドロコリダリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mL とする。この液5 μL から得たデヒドロコリダリンのピーク面積が，標準溶液のデヒドロコリダリンのピーク面積の3.5 ~ 6.5%になることを確認する。

システムの性能：本品1 mg及びベルベリン塩化物水和物1 mgを水/アセトニトリル混液(20 : 9) 20 mLに溶かす。この液5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベルベリン，デヒドロコリダリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である。

システムの再現性：標準溶液5 μL につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，デヒドロコリダリン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)

ピークの単一性 本品1 mgをメタノール/希塩酸混液(3 : 1) 2 mLに溶かし，試料溶液とする。試料溶液5 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，デヒドロコリダリ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「エンゴサク」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：230 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：本品1 mg及びベルベリン塩化物水和物1 mgを水/アセトニトリル混液(20 : 9) 20 mLに溶かす。この液5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベルベリン，デヒドロコリダリンの順に溶出し，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DSS- d_6 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ジメチルスルホキシド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DSS- d_6 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 7.42 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。

デヒドロコリダリン硝化物($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_7$)の量(%)

$$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.9096$$

M : 本品の秤取量(mg)

M_S : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 の秤取量(mg)

I : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 のシグナルの面積強度を9.000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DSS- d_6 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℃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 7.42 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 7.42 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。