

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 サイコサポニンa, 定量用 $C_{42}H_{68}O_{13}$ サイコサポニンa, 薄
4 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
5 の。なお, 本品は定量法で求めた含量で補正して用いる。

6 **ピークの単一性** 本品1 mgをメタノール2 mLに溶かし, 試
7 料溶液とする。試料溶液20 μ Lにつき, 次の条件で液体クロ
8 マトグラフィー (2.0I) により試験を行い, サイコサポニンa
9 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
10 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
11 ルを比較するとき, スペクトルの形状に差がない。

12 試験条件

13 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「サイコ」の定
14 量法の条件を準用する。

15 検出器: フォトダイオードアレイ検出器(測定波長:
16 206 nm, スペクトル測定範囲: 200 ~ 400 nm)

17 システム適合性

18 システムの性能: 試料溶液1 mL及び定量用サイコサポ
19 ニンd 1 mgをメタノール2 mLに溶かした液1 mLをとり,
20 メタノールを加えて10 mLとする。この液20 μ L
21 につき, 上記の条件で操作するとき, サイコサポニン
22 a, サイコサポニンdの順に溶出し, それらのピーク
23 の理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ4000
24 段以上, 1.4以下である。

25 **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
26 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 1 mgをそれ
27 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
28 ノール1 mLに溶かし, 試料溶液とする。この液を外径5 mm
29 のNMR試料管に入れ, 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-
30 BTMSB- d_4 をqNMR用基準物質として, 次の試験条件で核
31 磁気共鳴スペクトル測定法(2.2I)及び(5.0I)により, 1H
32 NMRを測定する。qNMR用基準物質のシグナルを δ 0 ppm
33 とし, δ 5.70 ppm付近のシグナルの面積強度A(水素数1に相
34 当)を算出する。

35 サイコサポニンa ($C_{42}H_{68}O_{13}$)の量(%)

$$36 = M_S \times I \times P / (M \times N) \times 3.4480$$

37 M : 本品の秤取量(mg)

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

40 I : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 のシグ
41 ナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A

42 N : Aに由来するシグナルの水素数

43 P : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 の純度
44 (%)

45 試験条件

46 装置: 1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク
47 トル測定装置

48 測定対象とする核: 1H

49 デジタル分解能: 0.25 Hz以下

50 観測スペクトル幅: -5 ~ 15 ppmを含む20 ppm以上

51 スピニング: オフ

52 パルス角: 90°

53 ^{13}C 核デカップリング: あり

54 遅延時間: 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

55 積算回数: 8回以上

56 ダミースキャン: 2回以上

57 測定温度: 20 ~ 30°Cの一定温度

58 システム適合性

59 検出の確認: 試料溶液につき, 上記の条件で測定すると
60 き, δ 5.70 ppm付近のシグナルのSN比は100以上で
61 ある。

62 システムの性能: 試料溶液につき, 上記の条件で測定す
63 るとき, δ 5.70 ppm付近のシグナルについて, 明らか
64 な混在物のシグナルが重なっていないことを確認する。

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

69 サイコサポニンa, d混合標準試液, 定量用 以下の1)又は2)に
70 より調製する。

71 1) 定量用サイコサポニンa及び定量用サイコサポニンd
72 それぞれ約10 mgを精密に量り, メタノールに溶かし, 正確に
73 100 mLとする。この液500 μ Lを正確に量り, 低圧(真空)で
74 溶媒を留去する。用時, これにメタノール1 mLを正確に加
75 えて定量用サイコサポニンa, d混合標準試液とする。本品
76 はメタノール200 mL中に定量用サイコサポニンa及び定量用
77 サイコサポニンdそれぞれ10 mgを含む。なお, 本品は定量
78 用サイコサポニンa及び定量用サイコサポニンdの定量法で
79 求めた含量で補正する。

80 2) 定量用サイコサポニンa及び定量用サイコサポニンd
81 それぞれ約10 mgを精密に量り, メタノールに溶かして正確に
82 200 mLとし, 定量用サイコサポニンa, d混合標準試液とす
83 る。なお, 本品は定量用サイコサポニンa及び定量用サイコ
84 サポニンdの定量法で求めた含量で補正する。

85 サイコサポニンd, 定量用 $C_{42}H_{68}O_{13}$ 白色の結晶性の粉末又
86 は粉末である。メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやす
87 く, 水にほとんど溶けない。融点: 約240°C。ただし, 以下
88 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
89 補正して用いる。

90 **ピークの単一性** 本品1 mgをメタノール2 mLに溶かし, 試
91 料溶液とする。試料溶液20 μ Lにつき, 次の条件で液体クロ
92 マトグラフィー (2.0I) により試験を行い, サイコサポニンd
93 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
94 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
95 ルを比較するとき, スペクトルの形状に差がない。

96 試験条件

97 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「サイコ」の定
98 量法の条件を準用する。

99 検出器: フォトダイオードアレイ検出器(測定波長:
100 206 nm, スペクトル測定範囲: 200 ~ 400 nm)

101 システム適合性

102 システムの性能: 試料溶液1 mL及び定量用サイコサポ
103 ニンa 1 mgをメタノール2 mLに溶かした液1 mLをとり,
104 メタノールを加えて10 mLとする。この液20 μ L

105 につき、上記の条件で操作するとき、サイコサポニン
 106 a、サイコサポニンdの順に溶出し、それらのピーク
 107 の理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000
 108 段以上、1.4以下である。

109 **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
 110 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 1 mgをそれ
 111 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
 112 ノール1 mLに溶かし、試料溶液とする。この液を外径5 mm
 113 のNMR試料管に入れ、核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-
 114 BTMSB- d_4 をqNMR用基準物質として、次の試験条件で核
 115 磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により、 ^1H
 116 NMRを測定する。qNMR用基準物質のシグナルを δ 0 ppm
 117 とし、 δ 5.70 ppm付近のシグナルの面積強度A(水素数1に相
 118 当)を算出する。

119 サイコサポニンd ($\text{C}_{42}\text{H}_{68}\text{O}_{13}$)の量(%)
 120 $= M_S \times I \times P / (M \times N) \times \times 3.4480$

121 M : 本品の秤取量(mg)

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

124 I : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 のシグ
 125 ナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A

126 N : Aに由来するシグナルの水素数

127 P : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- d_4 の純度
 128 (%)

129 **試験条件**

130 装置: ^1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク
 131 トル測定装置

132 測定対象とする核: ^1H

133 デジタル分解能: 0.25 Hz以下

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

135 スピニング: オフ

136 パルス角: 90°

137 ^{13}C 核デカップリング: あり

138 遅延時間: 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

139 積算回数: 8回以上

140 ダミースキャン: 2回以上

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

142 **システム適合性**

143 検出の確認: 試料溶液につき、上記の条件で測定すると
 144 き、 δ 5.70 ppm付近のシグナルのSN比は100以上で
 145 ある。

146 システムの性能: 試料溶液につき、上記の条件で測定す
 147 るとき、 δ 5.70 ppm付近のシグナルについて、明らか
 148 な混在物のシグナルが重なっていないことを確認する。

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

153