

既収載品目（9.41 試薬・試液）における試薬の
名称の変更について（意見募集）

第十九改正日本薬局方第一追補において、試薬の試験で使われる以下の既収載試薬の名称を改めます（意見募集締切：令和7年12月31日）。

1. 改正内容

- (1) 「核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 」を「qNMR用基準物質DSS- d_6 」に改める。
(2) 「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1,4-BTMSB- d_4 」に改める。

2. 1. - (1)に伴う改正

1. - (1)に伴い、以下の試薬・試液で使われる試薬名を改める。
アミグダリン, 定量用
エボジアミン, 定量用
ジフェニルスルホン, 定量用
デヒドロコリダリン硝化物, 定量用
ヘスペリジン, 定量用
マグノフロリンヨウ化物, 定量用
マンギフェリン, 定量用
レイン, 定量用
ロスマリン酸, 定量用

改正案（アミグダリン, 定量用の例）

アミグダリン, 定量用 $C_{20}H_{27}NO_{11}$ アミグダリン, 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24時間乾燥して用いる。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) $E_{1\text{cm}}^{1\%}(263\text{ nm}) : 5.2 \sim 5.8$ (脱水物に換算したものの20 mg, メタノール, 20 mL)。ただし、別途水分 (2.48) を測定しておく(5 mg, 電量滴定法)。

純度試験 類縁物質 本品5 mgを移動相10 mLに溶かし、試料溶液とする。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10 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、試料溶液のアミグダリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアミグダリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「桂枝茯苓丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する。
面積測定範囲：アミグ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10 μL から得たアミグダリンのピーク面積が、標準溶液のアミグ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：標準溶液10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アミグダリ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。

システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、アミグ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を薄めたメタノール(1 \rightarrow 2) 5 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液10 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、アミグ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「桂枝茯苓丸エキス」の定量法(3)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：210 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：試料溶液10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アミグダリ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qNMR用基準物質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、qNMR用基準物質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 6.03 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。

アミグダリン($C_{20}H_{27}NO_{11}$)の量(%)

$$= Ms \times I \times P / (M \times N) \times 2.0388$$

M ：本品の秤取量(mg)

Ms ：qNMR用基準物質DSS- d_6 の秤取量(mg)

I ：qNMR用基準物質DSS- d_6 のシグナルの面積強度を

89 9.000としたときの面積強度 A
 90 N : A に由来するシグナルの水素数
 91 P : qNMR用基準物質DSS- d_6 の純度(%)
 92 試験条件
 93 装置: ^1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクト
 94 ル測定装置
 95 測定対象とする核: ^1H
 96 デジタル分解能: 0.25 Hz以下
 97 観測スペクトル幅: $-5 \sim 15$ ppmを含む20 ppm以上
 98 スピニング: オフ
 99 パルス角: 90°
 100 ^{13}C 核デカップリング: あり
 101 遅延時間: 繰り返しパルス待ち時間60秒以上
 102 積算回数: 8回以上
 103 ダミースキャン: 2回以上
 104 測定温度: $20 \sim 30^\circ\text{C}$ の一定温度
 105 システム適合性
 106 検出の確認: 試料溶液につき, 上記の条件で測定すると
 107 き, δ 6.03 ppm付近のシグナルのSN比は100以上であ
 108 る。
 109 システムの性能: 試料溶液につき, 上記の条件で測定す
 110 るとき, δ 6.03 ppm付近のシグナルについて, 明らか
 111 な混在物のシグナルが重なっていないことを確認す
 112 る。
 113 システムの再現性: 試料溶液につき, 上記の条件で測定
 114 を6回繰り返し返すとき, 面積強度 A のqNMR用基準物質の
 115 面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下であ
 116 る。
 117

118 3. 1. - (2)に伴う改正

119 1. - (2)に伴い, 以下の試薬・試液で使われる試薬名を改める。
 120 アトラクチレノリドIII, 定量用
 121 アトラクチロジン, 定量用
 122 アルブチン, 定量用
 123 安息香酸, 定量用
 124 [6]-ギンゲロール, 定量用
 125 (E)-ケイ皮酸, 定量用
 126 ゲニポシド, 定量用
 127 サイコサポニンa, 定量用
 128 サイコサポニンb₂, 定量用
 129 サイコサポニンd, 定量用
 130 シノメニン, 定量用
 131 [6]-ショウガオール, 定量用
 132 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸, 定量用
 133 ヒルスチン, 定量用
 134 (E)-フェルラ酸, 定量用
 135 ペオノール, 定量用
 136 マグノロール, 定量用
 137 リンコフィリン, 定量用
 138 ログニン, 定量用
 139
 140 改正案 (アトラクチレノリドIII, 定量用の例)

141 アトラクチレノリドIII, 定量用 $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_3$ アトラクチレノリ
 142 ドIII, 薄層クロマトグラフィー用。ただし, 以下の定量用1又
 143 は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの。なお, 定
 144 量用1はデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し用い
 145 る。定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる。
 146 1) 定量用1
 147 吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (219 nm): 446 ~ 481 (5 mg, メタノ
 148 ール, 500 mL)。
 149 純度試験 類縁物質 本品5 mgをメタノール50 mLに溶か
 150 し, 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り, メタノール
 151 を加えて正確に100 mLとし, 標準溶液とする。試料溶液及び
 152 標準溶液10 μL ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマト
 153 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
 154 ピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のア
 155 トラクチレノリドIII以外のピークの合計面積は, 標準溶液の
 156 アトラクチレノリドIIIのピーク面積より大きくない。
 157 試験条件
 158 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「当帰芍薬散エキ
 159 ス」の定量法(3)の試験条件を準用する。
 160 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 220 nm)
 161 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からアトラクチレノリ
 162 ドIIIの保持時間の約5 倍までの範囲
 163 システム適合性
 164 検出の確認: 標準溶液1 mL を正確に量り, メタノール
 165 を加えて正確に20 mLとする。この液10 μL から得
 166 たアトラクチレノリドIIIのピーク面積が, 標準溶液の
 167 アトラクチレノリドIIIのピーク面積の3.5 ~ 6.5%に
 168 なることを確認する。
 169 システムの性能: 標準溶液10 μL につき, 上記の条件で
 170 操作するとき, アトラクチレノリドIIIのピークの理論
 171 段数及びシンメトリー係数は, それぞれ5000段以上,
 172 1.5以下である。
 173 システムの再現性: 標準溶液10 μL につき, 上記の条件
 174 で試験を6回繰り返し返すとき, アトラクチレノリドIIIの
 175 ピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。
 176 2) 定量用2 (qNMR純度規定)
 177 ピークの単一性 本品5 mgをメタノール50 mLに溶かし, 試
 178 料溶液とする。試料溶液10 μL につき, 次の条件で液体クロマ
 179 トグラフィー (2.01) により試験を行い, アトラクチレノリド
 180 IIIのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の
 181 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
 182 トルを比較するとき, スペクトルの形状に差がない。
 183 試験条件
 184 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「当帰芍薬散エキ
 185 ス」の定量法(3)の試験条件を準用する。
 186 検出器: フォトダイオードアレイ検出器(測定波長: 220
 187 nm, スペクトル測定範囲: 200 ~ 400 nm)
 188 システム適合性
 189 システムの性能: 試料溶液10 μL につき, 上記の条件で操
 190 作するとき, アトラクチレノリドIIIのピークの理論段
 191 数及びシンメトリー係数は, それぞれ5000段以上, 1.5
 192 以下である。
 193 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
 194 qNMR用基準物質1,4-BTMSB- d_4 1 mgをそれぞれ精密に

195 量り、核磁気共鳴スペクトル測定用重水酸化メタノール1 mL
196 に溶かし、試料溶液とする。この液を外径5 mmのNMR試料
197 管に入れ、qNMR用基準物質1,4-BTMSB- d_4 をqNMR用基
198 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
199 (〈2.2I〉及び〈5.0I〉)により、 ^1H NMRを測定する。qNMR用
200 基準物質のシグナルを δ 0 ppmとし、 δ 1.97 ppm及び δ 2.42
201 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
202 当)及び A_2 (水素数1に相当)を算出する。

203 アトラクチレノリドIII($\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_3$)の量(%)

$$204 = M_s \times I \times P / (M \times N) \times 1.0963$$

205 M : 本品の秤取量(mg)

206 M_s : qNMR用基準物質1,4-BTMSB- d_4 の秤取量(mg)

207 I : qNMR用基準物質1,4-BTMSB- d_4 のシグナルの面積強度
208 を18.000としたときの各シグナルの面積強度 A_1 及び A_2 の
209 和

210 N : A_1 及び A_2 に由来する各シグナルの水素数の和

211 P : qNMR用基準物質1,4-BTMSB- d_4 の純度(%)

212 試験条件

213 装置: ^1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクト
214 ル測定装置

215 測定対象とする核: ^1H

216 デジタル分解能: 0.25 Hz以下

217 観測スペクトル幅: -5 ~ 15 ppmを含む20 ppm以上

218 スピニング: オフ

219 パルス角: 90°

220 ^{13}C 核デカップリング: あり

221 遅延時間: 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

222 積算回数: 8回以上

223 ダミースキャン: 2回以上

224 測定温度: 20 ~ 30°Cの一定温度

225 システム適合性

226 検出の確認: 試料溶液につき、上記の条件で測定すると
227 き、 δ 1.97 ppm及び δ 2.42 ppm付近の各シグナルのSN
228 比は100以上である。

229 システムの性能: 試料溶液につき、上記の条件で測定す
230 るとき、 δ 1.97 ppm及び δ 2.42 ppm付近のシグナルに
231 ついて、明らかな混在物のシグナルが重なっていない
232 ことを確認する。また、試料溶液につき、上記の条件
233 で測定するとき、各シグナル間の面積強度比 A_1/A_2 は、
234 0.99 ~ 1.01である。

235 システムの再現性: 試料溶液につき、上記の条件で測定
236 を6回繰り返すとき、面積強度 A_1 又は A_2 のqNMR用基
237 準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%
238 以下である。

239

240