

9.41 試薬・試液

以下の試薬・試液を次のように改める。

安息香酸，定量用 $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ 白色の結晶性の粉末又は粉末で，エタノール(95)又はメタノールに溶けやすく，水に溶けにくい。なお，本品は定量法で求めた含量で補正して用いる。

確認試験 本品につき，定量法を準用するとき， δ 7.46 ppm付近に三重線様の2水素分のシグナル， δ 7.58 ppm付近に三重の三重線様の1水素分のシグナル， δ 8.02 ppm付近に二重の二重線様の2水素分のシグナルを示す。

ピークの単一性 本品1 mgをブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液(183:17) 100 mLに溶かし，試料溶液とする。試料溶液20 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，安息香酸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「牛車腎気丸エキス」の定量法(3)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：231 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：分離確認用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン，14-アニソイルアコニンの順に溶出し，ベンゾイルメサコ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。

ただし，安息香酸($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$)の量(%)が99.5 ~ 100.5%に入るものは，ピークの単一性は不要とする。

定量法 ウルトラマイクロ化学はかりを用い，本品10 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，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 7.43 ~ 7.60 ppm及び δ 8.00 ~ 8.03 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度 A_1 (水素数3に相当)及び A_2 (水素数2に相当)を算出する。

安息香酸($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$)の量(%)

$$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 0.5443$$

M : 本品の秤取量(mg)

M_S : 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9.000としたときの各シグナルの面積強度 A_1 及び A_2 の和

N : A_1 及び A_2 に由来する各シグナルの水素数の和

P : qNMR用基準物質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 デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間70秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：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 7.43 ~ 7.48 ppm， δ 7.55 ~ 7.60 ppm及び δ 8.00 ~ 8.03 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 7.43 ~ 7.60 ppm及び δ 8.00 ~ 8.03 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。また，試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度比($A_1/3$)/($A_2/2$)は，0.99 ~ 1.01である。

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_1 又は A_2 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。