

1 サンシシ

51

2 確認試験(2)及び定量法の項を次のように改める。

3 確認試験

4 (2) 本品の粉末1.0 gにメタノール20 mLを加え、水浴上
 5 で3分間加温し、冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別
 6 に薄層クロマトグラフィー用ゲンボシド1 mgをメタノール1
 7 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク
 8 ロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び
 9 標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル
 10 を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/
 11 メタノール混液(3 : 1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、
 12 薄層板を風乾する。これに4-メトキシベンズアルデヒド・
 13 硫酸試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ Cで10分間加熱するとき、
 14 試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、
 15 標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等し
 16 い。

17 定量法 本品の粉末約0.5 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管に
 18 入れ、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2) 40 mLを加え、15分間振り
 19 混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は、薄めたメ
 20 タノール(1 \rightarrow 2) 40 mLを加え、同様に操作する。全抽出液
 21 を合わせ、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)を加えて正確に100 mL
 22 とする。この液5 mLを正確に量り、メタノールを加えて正
 23 確に20 mLとし、試料溶液とする。別に定量用ゲンボシド約
 24 10 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100 mL
 25 とする。この液5 mLを正確に量り、メタノールを加えて正
 26 確に10 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
 27 10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
 28 (2.01) により試験を行い、それぞれの液のゲンボシドの
 29 ピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

30 ゲンボシドの量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 2$

31 M_S : 定量用ゲンボシドの秤取量(mg)

32 試験条件

33 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 240 nm)
 34 カラム : 内径6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μ m
 35 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
 36 リカゲルを充填する。
 37 カラム温度 : 30 $^{\circ}$ C付近の一定温度
 38 移動相 : 水/アセトニトリル混液(22 : 3)
 39 流量 : ゲンボシドの保持時間が約15分になるように調
 40 整する。

41 システム適合性

42 システムの性能 : 定量用ゲンボシド及びカフェイン1
 43 mgずつをメタノールに溶かして15 mLとする。この
 44 液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、カフェ
 45 イン、ゲンボシドの順に溶出し、その分離度は3.5以
 46 上である。

47 システムの再現性 : 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
 48 で試験を6回繰り返すとき、ゲンボシドのピーク面積
 49 の相対標準偏差は1.5 %以下である。

50