

# 1 サンシシ末

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

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

29 ゲニボシドの量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S \times 2$

30  $M_S$ : 定量用ゲニボシドの秤取量(mg)

### 31 試験条件

32 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 240 nm)

33 カラム: 内径6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5  $\mu\text{m}$   
34 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
35 リカゲルを充填する。

36 カラム温度: 30 °C付近の一定温度

37 移動相: 水/アセトニトリル混液(22:3)

38 流量: ゲニボシドの保持時間が約15分になるように調  
39 整する。

### 40 システム適合性

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

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

49

50