

1 マオウ

2 定量法の項を次のように改める。

3 定量法 本品の中末約0.5 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管に
4 入れ、薄めたメタノール(1→2) 20 mLを加え、30分間振り
5 混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は薄めたメタ
6 ノール(1→2) 20 mLずつを用いて、更にこの操作を2回行う。
7 全抽出液を合わせ、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に
8 100 mLとし、試料溶液とする。別に生薬定量用エフェドリン
9 塩酸塩を105℃で3時間乾燥し、その約50 mgを精密に量り、
10 薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に20 mLとする。
11 この液2 mLを正確に量り、薄めたメタノール(1→2)を加え
12 て正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
13 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
14 フィー(2.01)により試験を行う。試料溶液のエフェドリン
15 及びプソイドエフェドリン(エフェドリンに対する相対保持
16 時間約0.9)のピーク面積 A_{TE} 及び A_{TP} 並びに標準溶液のエフェ
17 ドリンのピーク面積 A_S を測定する。

18 総アルカロイド(エフェドリン及びプソイドエフェドリン)の
19 量(mg)

$$20 = M_S \times (A_{TE} + A_{TP}) / A_S \times 1 / 10 \times 0.819$$

21 M_S : 生薬定量用エフェドリン塩酸塩の秤取量(mg)

22 試験条件

23 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210 nm)
24 カラム : 内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
25 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
26 化シリカゲルを充填する。
27 カラム温度 : 40℃付近の一定温度
28 移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム5 gにアセトニトリル
29 350 mLを加えて振り混ぜた後、水650 mL及びリン
30 酸1 mLを加えて溶かす。
31 流量 : エフェドリンの保持時間が約27分になるように
32 調整する。

33 システム適合性

34 システムの性能 : 生薬定量用エフェドリン塩酸塩及びプ
35 ソイドエフェドリン塩酸塩1 mgずつを薄めたメタノ
36 ール(1→2)に溶かして10 mLとする。この液10 µLに
37 つき、上記の条件で操作するとき、プソイドエフェド
38 リン、エフェドリンの順に溶出し、その分離度は1.5
39 以上である。

40 システムの再現性 : 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
41 で試験を6回繰り返すとき、エフェドリンのピーク面
42 積の相対標準偏差は1.5%以下である。

43 -----

44 9.41 試薬・試液の項に次を追加する。

45 エフェドリン塩酸塩、生薬定量用 $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ 定量用
46 エフェドリン塩酸塩又は次の試験に適合するもの。

47 白色の結晶又は結晶性粉末で、水に溶けやすく、エタノ
48 ール(99.5)にやや溶けやすい。

49 確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法

50 (2.25)の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のス
51 ペクトルと「エフェドリン塩酸塩」の参照スペクトルを比較
52 するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強
53 度の吸収を認める。

54 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -33.0~-36.0°(乾燥後、0.1 g,
55 水、2 mL、100 mm)。

56 融点(2.60) 218~222℃

57 純度試験 類縁物質 本品10 mgを移動相10 mLに溶かし、
58 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加え
59 て正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
60 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
61 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピ
62 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエフ
63 ェドリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のエフェドリン
64 のピーク面積より大きくない。

65 試験条件

66 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「マオウ
67 ウ」の定量法の試験条件を準用する。

68 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からエフェドリンの保
69 持時間の約3倍の範囲

70 システム適合性

71 システムの性能及びシステムの再現性は「マオウ」の定
72 量法のシステム適合性を準用する。

73 検出の確認 : 標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
74 えて正確に20 mLとする。この液10 µLから得たエフ
75 ェドリンのピーク面積が、標準溶液のエフェドリンの
76 ピーク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

77 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.1 g、105℃、3時間)。

78

79