

1 ショウキョウ末

48

1.5以下である。

2 基原の項を次のように改める。

49

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件

50

で試験を6回繰り返すとき、[6]ーギングロールのピーク

51

ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

3 本品は「ショウキョウ」を粉末としたものである。

4 本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、[6]

5 ーギングロール0.20%以上を含む。

6 確認試験の項を次のように改める。

7 確認試験 本品2 gにジエチルエーテル5 mLを加え、10分間振

8 り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロ

9 マトグラフィー用[6]ーギングロール1 mgをメタノール2 mL

10 に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマ

11 トグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準

12 溶液10 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用

13 いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキ

14 サン混液(1:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板

15 を風乾する。これに噴霧用4-ジメチルアミノベンズアルデ

16 ヒド試液を均等に噴霧し、105°Cで5分間加熱した後、放冷

17 するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のス

18 ポットは、標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等

19 しい。

20 灰分の項の次に次を加える。

21 定量法 本品約1 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、メ

22 タノール/水混液(3:1)30 mLを加え、20分間振り混ぜた後、

23 遠心分離し、上澄液を分取する。残留物にメタノール/水混

24 液(3:1)30 mLを加えて、更にこの操作を2回繰り返す。全

25 抽出液を合わせ、メタノール/水混液(3:1)を加えて正確に

26 100 mLとし、試料溶液とする。別に定量用[6]ーギングロー

27 ル5 mgを精密に量り、メタノール/水混液(3:1)に溶かし、

28 正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶

29 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

30 ィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液の[6]ーギング

31 ロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

32 [6]ーギングロールの量(mg)=M_S × A_T/A_S

33 M_S：定量用[6]ーギングロールの秤取量(mg)

34 試験条件

35 検出器：紫外吸光度計(測定波長：205 nm)

36 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5

37 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル

38 化シリカゲルを充填する。

39 カラム温度：40°C付近の一定温度

40 移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液(3800：

41 2200：1)

42 流量：[6]ーギングロールの保持時間が約19分になるよ

43 うに調整する。

44 システム適合性

45 システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で

46 操作するとき、[6]ーギングロールのピークの理論段

47 数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、