

## 1 ショウキョウ

### 2 確認試験の項を次のように改める。

3 確認試験 本品の粉末2 gにジエチルエーテル5 mLを加え、10  
4 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄  
5 層クロマトグラフィー用[6]ーギングロール1 mgをメタノー  
6 ル2 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄  
7 層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液  
8 及び標準溶液10 µLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
9 ゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチ  
10 ル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、  
11 薄層板を風乾する。これに噴霧用4ージメチルアミノベンズ  
12 アルデヒド試液を均等に噴霧し、105℃で5分間加熱した後、  
13 放冷するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち1個  
14 のスポットは、標準溶液から得たスポットと色調及びR<sub>f</sub>値  
15 が等しい。

### 16 灰分の項の次に次を加える

17 定量法 本品の粉末約1 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管に入  
18 れ、メタノール／水混液(3：1)30 mLを加え、20分間振り混  
19 ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物にメタノー  
20 ル／水混液(3：1)30 mLを加えて、更にこの操作を2回繰り  
21 返す。全抽出液を合わせ、メタノール／水混液(3：1)を加え  
22 て正確に100 mLとし、試料溶液とする。別に定量用[6]ーギ  
23 ングロール5 mgを精密に量り、メタノール／水混液(3：1)  
24 に溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
25 及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
26 マトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液の  
27 [6]ーギングロールのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

28 [6]ーギングロールの量(mg)=M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub>

29 M<sub>S</sub>：定量用[6]ーギングロールの秤取量(mg)

#### 30 試験条件

31 検出器：紫外吸光度計(測定波長：205 nm)

32 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5  
33 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル  
34 化シリカゲルを充填する。

35 カラム温度：40℃付近の一定温度

36 移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(3800：  
37 2200：1)

38 流量：[6]ーギングロールの保持時間が約19分になるよ  
39 うに調整する。

#### 40 システム適合性

41 システムの性能：標準溶液10 µLにつき、上記の条件で  
42 操作するとき、[6]ーギングロールのピークの理論段  
43 数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、  
44 1.5以下である。

45 システムの再現性：標準溶液10 µLにつき、上記の条件  
46 で試験を6回繰り返すとき、[6]ーギングロールのピー  
47 ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

48