

1 サイシン

2 純度試験の項を次のように改める。

3 純度試験

- 4 (1) 重金属 (1.07) 本品の粉末1.0 gをとり、第3法によ
5 り操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加え
6 る(20 ppm以下)。
- 7 (2) ヒ素 (1.11) 本品の粉末0.40 gをとり、第4法により
8 検液を調製し、試験を行う(5 ppm以下)。
- 9 (3) 地上部 本品は、異物 (5.01) に従い試験を行うとき、
10 地上部を含まない。
- 11 (4) 異物 (5.01) 本品は地上部以外の異物1.0 %以上を含
12 まない。
- 13 (5) アリストロキア酸 I 本品の粉末2.0 gを正確に量り、
14 薄めたメタノール(3→4) 50 mLを正確に加えて15分間振り
15 混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に生薬純度試
16 験用アリストロキア酸 I 1.0 mgを正確に量り、薄めたメタ
17 ノール(3→4)に溶かし、正確に100 mLとする。この液1 mL
18 を正確に量り、薄めたメタノール(3→4)を加えて正確に25
19 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μ Lず
20 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
21 (2.01) により試験を行うとき、試料溶液には標準溶液のア
22 リストロキア酸 I に対応する保持時間にピークを認めない。
23 アリストロキア酸 I に対応する保持時間にピークを認めた場
24 合は条件を変更して分析し、このピークがアリストロキア酸
25 I でないことを確認する。
- 26 試験条件
- 27 検出器：紫外又は可視吸光度計(測定波長：400 nm)
- 28 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
29 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
30 化シリカゲルを充填する。
- 31 カラム温度：40℃付近の一定温度
- 32 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8 g及びリ
33 ン酸2 mLを水に溶かし、1000 mLとした液/アセト
34 ニトリル混液(11：9)
- 35 流量：アリストロキア酸 I の保持時間が約15分になる
36 ように調整する。
- 37 システム適合性
- 38 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、薄めたメタ
39 ノール(3→4)を加えて正確に10 mLとする。この液20
40 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アリストロ
41 キア酸 I のSN比は3以上である。
- 42 システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
43 で試験を6回繰り返すとき、アリストロキア酸 I のビ
44 ーク面積の相対標準偏差は5.0 %以下である。
- 45 (6) 総BHCの量及び総DDTの量 (5.01) 各々0.2 ppm以
46 下。

47
48