

1 サイコ

2 定量法の項を次のように改める。

3 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
4 れ、薄めたメタノール(9→10) 20 mLを加えて15分間振り混
5 ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物に薄めたメ
6 タノール(9→10) 15 mLを加え、更に2回同様に操作する。
7 全抽出液を合わせ、薄めたメタノール(9→10)を加えて正確
8 に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、希水酸化ナト
9 リウム試液2.5 mLを加えて50°Cの水浴中で1時間加温し、サイ
10 コ定量用リン酸塩緩衝液7.5 mLを加える。この液をカラ
11 ム(55 ~ 105 μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲ
12 ル0.36 gを内径約10 mmのクロマトグラフィー管に注入し、
13 使用直前にメタノール10 mLを流し、次に水10 mLを流して
14 調製したもの)に入れて流出させる。薄めたメタノール(7→
15 20) 10 mLでカラムを洗い、次にメタノールで流出し、流出
16 液を正確に10 mLとし、試料溶液とする。また、定量用サイ
17 コサポニンa、d混合標準試液を標準溶液とする。試料溶液
18 及び標準溶液20 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ
19 マトグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の
20 サイコサポニンaのピーク面積 A_{TA} 及び A_{SA} 並びにサイコサポ
21 ニンdのピーク面積 A_{TD} 及び A_{SD} を測定する。次式によりサイ
22 コサポニンa及びサイコサポニンdの量を求め、それらの合
23 計を総サポニンの量とする。

$$24 \text{ サイコサポニンaの量(mg)} = M_{SA} \times A_{TA} / A_{SA} \times 1/2$$

$$25 \quad M_{SA} : \text{定量用サイコサポニンaの秤取量(mg)}$$

$$26 \text{ サイコサポニンdの量(mg)} = M_{SD} \times A_{TD} / A_{SD} \times 1/2$$

$$27 \quad M_{SD} : \text{定量用サイコサポニンdの秤取量(mg)}$$

28 試験条件

29 検出器：紫外吸光度計(測定波長：206 nm)

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

33 カラム温度：50°C付近の一定温度

34 移動相：水/アセトニトリル混液(3：2)

35 流量：サイコサポニンaの保持時間が約8分になるよう
36 に調整する。

37 システム適合性

38 システムの性能：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で
39 操作するとき、サイコサポニンa、サイコサポニンd
40 の順に溶出し、それらのピークの理論段数及びシンメ
41 トリー係数は、それぞれ4000段以上、1.4以下である。
42 システムの再現性：標準溶液20 μLにつき、上記の条件
43 で試験を6回繰り返すとき、サイコサポニンa及びサイ
44 コサポニンdのピーク面積の相対標準偏差は、いず
45 れも1.5%以下である。

46 -----

47 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

48 サイコサポニンa、d混合標準試液、定量用 以下の1)、2)–1、

49 2)–2により調製する。

50 1) 定量用サイコサポニンa(定量用1)及び定量用サイコサポ
51 ニンd(定量用1)をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し、
52 それぞれ約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かして正確
53 に200 mLとし、定量用サイコサポニンa、d混合標準試液と
54 する。

55 2)–1 定量用サイコサポニンa(定量用2)及び定量用サイコ
56 サポニンd(定量用2)それぞれ約10 mgを精密に量り、メタノ
57 ールに溶かし、正確に100 mLとする。この液500 μLを正確
58 に量り、減圧で溶媒を留去する。用時、これにメタノール1
59 mLを正確に加えて定量用サイコサポニンa、d混合標準試液
60 とする。本品はメタノール200 mL中に定量用サイコサポニ
61 ンa及び定量用サイコサポニンdそれぞれ10 mgを含む。なお、
62 本品は定量用サイコサポニンa及び定量用サイコサポニンd
63 の定量法(定量用2)で求めた含量で補正する。

64 2)–2 定量用サイコサポニンa(定量用2)及び定量用サイコ
65 サポニンd(定量用2)それぞれ約10 mgを精密に量り、メタノ
66 ールに溶かして正確に200 mLとし、定量用サイコサポニン
67 a、d混合標準試液とする。なお、本品は定量用サイコサポ
68 ニンa及び定量用サイコサポニンdの定量法(定量用2)で求め
69 た含量で補正する。

70

71