

1 シャカンゾウ

2 基原及び定量法の項を次のように改める。

3 本品は「カンゾウ」を煎ったものである。

4 本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、グリ
5 チルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93) 2.0 %以上を含む。

6 定量法 本品の粉末約0.5 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管に
7 入れ、希エタノール70 mLを加え、15分間振り混ぜた後、
8 遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は、希エタノール
9 25 mLを加え、同様に操作する。全抽出液を合わせ、希エタ
10 ノールを加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。別に
11 グリチルリチン酸標準品(別途10 mgにつき、電量滴定法に
12 より水分(2.48)を測定しておく)約25 mgを精密に量り、希
13 エタノールに溶かして正確に100 mLとし、標準溶液とする。
14 試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で
15 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ
16 れの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定す
17 る。

18
$$\text{グリチルリチン酸}(C_{42}H_{62}O_{16})\text{の量(mg)} = M_S \times A_T / A_S$$

19 M_S : 脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量
20 (mg)

21 試験条件

22 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)

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

26 カラム温度: 40 °C付近の一定温度

27 移動相: 酢酸アンモニウム3.85 gを水720 mLに溶かし、
28 酢酸(100) 5 mL及びアセトニトリル280 mLを加える。

29 流量: グリチルリチン酸の保持時間が約15分になるよ
30 うに調整する。

31 システム適合性

32 システムの性能: 分離確認用グリチルリチン酸一アンモ
33 ニウム5 mgに希エタノール20 mLを加えて15分間振
34 り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。この液
35 10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、グリチル
36 リチン酸に対する相対保持時間約0.9のピークとグリ
37 チルリチン酸の分離度は1.5以上である。

38 システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき上記の条件で
39 試験を6回繰り返すとき、グリチルリチン酸のピーク
40 面積の相対標準偏差は1.5 %以下である。

41

42 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

43 グリチルリチン酸一アンモニウム, 分離確認用
44 $C_{42}H_{61}O_{16}NH_4$ 主にグリチルリチン酸一アンモニウムにそ
45 の異性体を含む白色の結晶又は結晶性の粉末である。

46 確認試験 本品1 mgを薄めたエタノール(2→5) 2 mLに溶か
47 し、試料溶液とする。試料溶液2 μ Lにつき、次の条件で液
48 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行うとき、グリ
49 チルリチン酸に対する相対保持時間約0.9にピークを認め、

50 それぞれのピークにつき、液体クロマトグラフィー質量分析
51 (ESI法, ポジティブモード)により試験を行うとき、両ピー
52 クの質量電荷比は共にm/z 823又は840若しくはこの両方に
53 認める。

54 試験条件

55 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)及び質
56 量分析計

57 カラム: 内径2 mm, 長さ15 cmのステンレス管に3
58 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ
59 ル化シリカゲルを充填する。

60 カラム温度: 40 °C付近の一定温度

61 移動相: ギ酸アンモニウム0.63 gを水に溶かし1000
62 mLとする。この液800 mLにアセトニトリル200
63 mLを加える。

64 流量: 毎分0.5 mL

65

66