

1 カンゾウ

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0.5 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管に
4 入れ、希エタノール70 mLを加えて15分間振り混ぜた後、
5 遠心分離し、上澄液を分取する。残留物に希エタノール25
6 mLを加え、同様に操作する。全抽出液を合わせ、希エタノ
7 ールを加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。別にグ
8 リチルリチン酸標準品(別途10 mgにつき、電量滴定法によ
9 り水分〈2.48〉を測定しておく)約25 mgを精密に量り、希エ
10 タノールに溶かして正確に100 mLとし、標準溶液とする。
11 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
12 液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞ
13 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
14 る。

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

16 M_S : 脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の称取
17 量(mg)

18 試験条件

19 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)
20 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
21 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ
22 ル化シリカゲルを充填する。
23 カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度
24 移動相：酢酸アンモニウム3.85 gを水720 mLに溶か
25 し、酢酸(100) 5 mL及びアセトニトリル280 mLを
26 加える。
27 流量：グリチルリチン酸の保持時間が約15分になる
28 ように調整する。

29 システム適合性

30 システムの性能：分離確認用グリチルリチン酸一アン
31 モニウム5 mgに希エタノール20 mLを加えて15分
32 間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。
33 この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、
34 グリチルリチン酸に対する相対保持時間約0.9のピー
35 クとグリチルリチン酸の分離度は1.5以上である。
36 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条
37 件で試験を6回繰り返すとき、グリチルリチン酸の
38 ピーク面積の相対標準偏差は1.5 %以下である。
39 -----

40 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

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

44 確認試験 本品1 mgを薄めたエタノール(2 \rightarrow 5) 2 mLに溶か
45 し、試料溶液とする。試料溶液2 μ Lにつき、次の条件で液
46 体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき、グ
47 リ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、
48 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
49 (ESI法、ポジティブモード)により試験を行うとき、両ピー
50 クの質量電荷比はともに m/z 823又は840若しくはこの両方

51 に認める。

52 試験条件

53 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)及び質
54 量分析計
55 カラム：内径2 mm、長さ15 cmのステンレス管に3
56 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ
57 ル化シリカゲルを充填する。
58 カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度
59 移動相：ギ酸アンモニウム0.63 gを水に溶かし1000
60 mLとする。この液800 mLにアセトニトリル200
61 mLを加える。
62 流量：毎分0.5 mL
63
64