

1 カンゾウ末

2 定量法の項を次のように改める。

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

14
$$\text{グリチルリチン酸}(\text{C}_{42}\text{H}_{62}\text{O}_{16})\text{の量}(\text{mg}) = M_S \times A_T / A_S$$

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

17 試験条件

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

28 システム適合性

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

39 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

40 グリチルリチン酸－アンモニウム，分離確認用
41 $\text{C}_{42}\text{H}_{61}\text{O}_{16}\text{NH}_4$ 主にグリチルリチン酸－アンモニウムにそ
42 の異性体を含む白色の結晶又は結晶性の粉末である。

43 確認試験 本品1 mgを薄めたエタノール(2→5) 2 mLに溶か
44 し、試料溶液とする。試料溶液2 μ Lにつき、次の条件で液
45 体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき、グリ
46 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、
47 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
48 (ESI法、ポジティブモード)により試験を行うとき、両ピー
49 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
50 に認める。

51 試験条件

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