

1 チンピ

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0.1 gを精密に量り、メタノール30 mL
4 を加え、還流冷却器を付けて15分間加熱し、冷後、遠心分
5 離し、上澄液を分取する。残留物にメタノール20 mLを加え
6 て同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノールを加えて
7 正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、薄めたメ
8 タノール(1→2)を加えて正確に10 mLとし、試料溶液とする。
9 別に定量用ヘスペリジンをデシケーター(シリカゲル)で24時
10 間以上乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタノールに溶
11 かして正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、薄
12 めたメタノール(1→2)を加えて正確に10 mLとし、標準溶液
13 とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次
14 の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、
15 それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定
16 する。

17 ヘスペリジンの量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

18 M_S ：定量用ヘスペリジンの秤取量(mg)

19 試験条件

20 検出器：紫外吸光度計(測定波長：285 nm)
21 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μ m
22 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ
23 カゲルを充填する。
24 カラム温度：40℃付近の一定温度
25 移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(82：18：1)
26 流量：毎分1.0 mL (ヘスペリジンの保持時間約15分)

27 システム適合性

28 システムの性能：定量用ヘスペリジン及び薄層クロマトグ
29 ラフィー用ナリンギン1 mgずつをメタノール10 mLに
30 溶かし、水を加えて20 mLとする。この液10 μ Lにつき、
31 上記の条件で操作するとき、ナリンギン、ヘスペリジン
32 の順に溶出し、その分離度は1.5以上である。
33 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
34 試験を6回繰り返すとき、ヘスペリジンのピーク面積の
35 相対標準偏差は1.5%以下である。

36

37