

1 チョウトウコウ

2 定量法の項を次のように改める。

3 定量法 本品の中末約0.2 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管に
4 とり、メタノール／希酢酸混液(7：3) 30 mLを加えて30分間
5 振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物にメ
6 タノール／希酢酸混液(7：3) 10 mLを加えて更に2回、同様
7 に操作する。全抽出液を合わせ、メタノール／希酢酸混液
8 (7：3)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に定
9 量用リンコフィリン約5 mgを精密に量り、メタノール／希
10 酢酸混液(7：3)に溶かして正確に100 mLとする。この液1
11 mLを正確に量り、メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて
12 正確に10 mLとし、標準溶液(1)とする。別にヒルスチン1
13 mgをメタノール／希酢酸混液(7：3) 100 mLに溶かし、標準
14 溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 20
15 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
16 〈2.01〉により試験を行う。試料溶液のリンコフィリン及び
17 ヒルスチンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} 並びに標準溶液(1)のリ
18 ンコフィリンのピーク面積 A_{S} を測定する。

19 総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)の量(mg)
20 $=M_{\text{S}} \times (A_{\text{Ta}} + 1.23A_{\text{Tb}}) / A_{\text{S}} \times 1/20$

21 M_{S} ：定量用リンコフィリンの秤取量(mg)

22 試験条件

23 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245 nm)
24 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5 μm
25 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
26 カゲルを充填する。
27 カラム温度：40°C付近の一定温度
28 移動相：酢酸アンモニウム3.85 gを水200 mLに溶かし、
29 酢酸(100) 10 mLを加え、水を加えて1000 mLとする。
30 この液にアセトニトリル350 mLを加える。
31 流量：リンコフィリンの保持時間が約17分になるように
32 調整する。

33 システム適合性

34 システムの性能：定量用リンコフィリン5 mgをメタノー
35 ル／希酢酸混液(7：3) 100 mLに溶かす。この液5 mLに
36 アンモニア水(28) 1 mLを加えて50°Cで2時間加熱、又は
37 還流冷却器を付けて10分間加熱する。冷後、反応液1
38 mLを量り、メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて5
39 mLとする。この液20 μL につき、上記の条件で操作す
40 るとき、リンコフィリン以外にイソリンコフィリンのピ
41 ークを認め、リンコフィリンとイソリンコフィリンの分
42 離度は1.5以上である。

43 システムの再現性：標準溶液(1) 20 μL につき、上記の条
44 件で試験を6回繰り返すとき、リンコフィリンのピーク
45 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

46