

1 エンゴサク

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1 gを精密に量り、メタノール／希塩酸
4 混液(3 : 1) 30 mLを加え、還流冷却器を付けて30分間加熱し、
5 冷後、ろ過する。残留物にメタノール／希塩酸混液(3 : 1)
6 15 mLを加え、同様に操作する。全ろ液を合わせ、メタノー
7 ル／希塩酸混液(3 : 1)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液
8 とする。別に定量用デヒドロコリダリン硝化物約10 mgを精
9 密に量り、メタノール／希塩酸混液(3 : 1)に溶かして正確に
10 200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μ L
11 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
12 〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のデヒドロコリダ
13 リンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

14 デヒドロコリダリン[デヒドロコリダリン硝化物

15 ($C_{22}H_{24}N_2O_7$)として]の量(mg)

16 $=M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

17 M_S : 定量用デヒドロコリダリン硝化物の秤取量(mg)

18 試験条件

19 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 340 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ル
22 化シリカゲルを充填する。

23 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

24 移動相 : 過塩素酸ナトリウム14 gを水1000 mLに溶かし、
25 アセトニトリル450 mLを加える。

26 流量 : デヒドロコリダリンの保持時間が約20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 : ベルベリン塩化物水和物1 mgを標準
30 溶液20 mLに溶かす。この液5 μ Lにつき、上記の条件
31 で操作するとき、ベルベリン、デヒドロコリダリンの
32 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5 μ Lにつき、上記の条件
34 で試験を6回繰り返すとき、デヒドロコリダリンのピ
35 ーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

36

37