

サイコ

基原及び定量法の項を次のように改める。

本品はミシマサイコ *Bupleurum falcatum* Linné (*Umbelliferae*)の根である。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、総サポニン(サイコサポニンa及びサイコサポニンd) 0.30%以上を含む。

定量法 本品の粉末約1 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管にとり、薄めたメタノール(9→10) 20 mLを加えて15分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物に薄めたメタノール(9→10) 15 mLを加えて同様に操作し、これを2回繰り返す。全抽出液を合わせ、薄めたメタノール(9→10)を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、希水酸化ナトリウム試液2.5 mLを加えて50℃の水浴中で1時間加温し、サイコ定量用リン酸塩緩衝液7.5 mLを加える。この液をカラム(55 ～ 105 μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル0.36 gを内径約10 mmのクロマトグラフィー管に注入し、使用直前にメタノール10 mLを流し、次に水10 mLを流して調製したもの)に入れて流出させる。薄めたメタノール(7→20) 10 mLでカラムを洗い、次にメタノールで流出し、流出液を正確に10 mLとし、試料溶液とする。また、定量用サイコサポニンa、d混合標準試液を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 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〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液のサイコサポニンaのピーク面積 A_{TA} 及び A_{SA} 並びにサイコサポニンdのピーク面積 A_{TD} 及び A_{SD} を測定する。次式によりサイコサポニンa及びサイコサポニンdの量を求め、それらの合計を総サポニンの量とする。

サイコサポニンaの量(mg)= $M_{SA} \times A_{TA} / A_{SA} \times 1/2$

M_{SA} : qNMRで含量換算した定量用サイコサポニンaの秤取量(mg)

サイコサポニンdの量(mg)= $M_{SD} \times A_{TD} / A_{SD} \times 1/2$

M_{SD} : qNMRで含量換算した定量用サイコサポニンdの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：206 nm)

カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μm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カゲルを充填する。

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：2)

流量：サイコサポニンaの保持時間が約8分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、サイコサポニンa、サイコサポニンdの順に溶出し、それらのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.4以下である。

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で

試験を6回繰り返すとき、サイコサポニンa及びサイコサポニンdのピーク面積の相対標準偏差は、いずれも1.5%以下である。

53