

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約10 mgを精密に量り、メタノール
10 に溶かして正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、
11 薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に10 mLとし、標準溶
12 液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、
13 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
14 い、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
15 測定する。

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

17 M_S : 定量用ヘスペリジンの秤取量(mg)

18 試験条件

19 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 285 nm)
20 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μ m
21 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
22 カゲルを充填する。
23 カラム温度: 40°C付近の一定温度
24 移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(82: 18: 1)
25 流量: ヘスペリジンの保持時間が約15分になるように調
26 整する。

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