

1 抑肝散エキス

2 定量法(1)の項を次のように改める。

3 定量法

4 (1) 総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン) 乾
5 燥エキス約1 g (乾エキスは乾燥物として約1 gに対応する量)
6 を精密に量り、ジエチルエーテル20 mLを加えて振り混ぜた
7 後、1 mol/L塩酸試液3 mL及び水7 mLを加えて10分間振り
8 混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を除く。水層にジエ
9 チルエーテル20 mLを加えて同様に操作する。水層に水酸化
10 ナトリウム試液10 mL及びジエチルエーテル20 mLを加えて
11 10分間振り混ぜた後、遠心分離し、ジエチルエーテル層を
12 分取する。水層にジエチルエーテル20 mLを加えて同様に操
13 作し、これを2回繰り返す。全抽出液を合わせ、40℃以下の
14 低圧(真空)で溶媒を留去した後、残留物を移動相に溶かして
15 正確に10 mLとし、試料溶液とする。別に定量用インドメタ
16 シン約10 mgを精密に量り、メタノール／希酢酸混液(7：3)
17 に溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量
18 り、メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて正確に100 mL
19 とし、標準溶液(1)とする。別に薄層クロマトグラフィー用
20 リンコフィリン及び薄層クロマトグラフィー用ヒルスチン1
21 mgずつを、メタノール／希酢酸混液(7：3) 100 mLに溶かし、
22 標準溶液(2)とする。試料溶液及び標準溶液(1) 10 µLずつを
23 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に
24 より試験を行い、試料溶液のリンコフィリン及びヒルスチン
25 のピーク面積 A_{TR} 及び A_{TH} 並びに標準溶液(1)のインドメタシ
26 ンのピーク面積 A_S を測定する。ただし、試料溶液の各ピー
27 クは、標準溶液(2) 10 µLにつき、下記の条件で操作したと
28 きの保持時間との比較によりリンコフィリン及びヒルスチン
29 を同定する。

30 総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)の量(mg)
31
$$=(M_S \times A_{TR} / A_S \times 1.02 + M_S \times A_{TH} / A_S \times 1.27)$$

32
$$\times 1 / 100$$

33 M_S : qNMRで含量換算した定量用インドメタシンの秤取量
34 (mg)

35 試験条件

36 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 245 nm)
37 カラム : 内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 µm
38 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
39 カゲルを充填する。
40 カラム温度 : 40℃付近の一定温度
41 移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム1 gにメタノール600 mL
42 を加えて振り混ぜた後、水400 mL及びリン酸1 mLを加
43 えて溶かす。

44 流量 : 毎分1.0 mL

45 システム適合性

46 システムの性能 : 標準溶液(2) 10 µLにつき、上記の条件
47 で操作するとき、リンコフィリン、ヒルスチンの順に溶
48 出し、それらのピークの理論段数及びシンメトリー係数
49 は、それぞれ5000段以上、1.5以下である。また、標準
50 溶液(1) 10 µLにつき、上記の条件で操作するとき、イ

51 ンドメタシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数
52 は、それぞれ5000段以上、1.5以下である。
53 システムの再現性 : 標準溶液(2) 10 µLにつき、上記の条
54 件で試験を6回繰り返すとき、リンコフィリン及びヒル
55 スチンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以
56 下である。
57
58