

1 抑肝散加陳皮半夏エキス

2 定量法(4)の項を次のように改める。

3 定量法

4 (4) 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 (軟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)に溶かし、正確に100
19 mLとし、標準溶液(1)とする。別に薄層クロマトグラフィー
20 用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
21 1 mgずつを、メタノール／希酢酸混液(7：3) 100 mLに溶か
22 し、標準溶液(2)とする。試料溶液及び標準溶液(1) 10 µLず
23 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
24 (2.01) により試験を行い、試料溶液のリンコフィリン及びヒ
25 ルスチンのピーク面積 A_{TR} 及び A_{TH} 並びに標準溶液(1)のイン
26 ドメタシンのピーク面積 A_S を測定する。ただし、試料溶液
27 の各ピークは、標準溶液(2) 10 µLにつき、下記の条件で操
28 作したときの比較によりリンコフィリン及びヒルスチンを同
29 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
$$=(M_S \times A_{TR} / A_S \times 1.02 + M_S \times A_{TH} / A_S \times 1.28)$$

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)

36 試験条件

37 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245 nm)
38 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 µm
39 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
40 カゲルを充填する。
41 カラム温度：40℃付近の一定温度
42 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1 gにメタノール600 mL
43 を加えて振り混ぜた後、水400 mL及び酢酸(100) 5 mL
44 を加えて溶かす。
45 流量：毎分1.0 mL
46 システム適合性

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

51 溶液(1) 10 µLにつき、上記の条件で操作するとき、イン
52 ドメタシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数
53 は、それぞれ5000段以上、1.5以下である。
54 システムの再現性：標準溶液(2) 10 µLにつき、上記の条
55 件で試験を6回繰り返すとき、リンコフィリン及びヒル
56 スチンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以
57 下である。
58
59