

# 医薬品の検査結果(2006 年度)

西川 徹、川口 喜之、村上 正文

## Survey Report of Medicine (2006)

Toru NISHIKAWA, Yoshiyuki KAWAGUCHI, Masafumi MURAKAMI

Key words: medicine, glycyrrhizic acid

キーワード: 医薬品、グリチルリチン酸

### はじめに

平成 18 年度医薬品等一斉監視指導の実施に伴う県内製造医薬品の収去検査において、重量偏差試験及びグリチルリチン酸の検査を行なったので報告する。

### 調査方法

#### 1 検体及び試薬

検体は県内の某メーカーで製造された甘草配合製剤 30 包であり、表 1 に 1 包中の成分を示す。

表1 検体 1 包中の各成分とその分量

| 成分名       | 分量 (g) |
|-----------|--------|
| 日局 ダイオウ末  | 1.0 g  |
| 日局 カンゾウ末  | 0.2 g  |
| 日局 センナ末   | 0.4 g  |
| 日局 センキュウ末 | 0.6 g  |
| 日局 サンキライ末 | 0.4 g  |
| 計         | 2.6 g  |

グリチルリチン酸は和光純薬(株)社製のものを使用した。標準溶液はグリチルリチン酸を 105°C で 1 時間乾燥後、10mg をメタノール 20ml に溶かして調製した。これを移動相で適宜希釈して検量線を作成した。

アセトニトリルや蒸留水は関東化学(株)の高速液体クロマトグラフ用を使用し、希エタノールは関東化学(株)の医薬品試験用を使用した。酢酸は特級品を用いた。

#### 2 分析方法

##### (1) 重量偏差試験法

メーカーの製造承認書に記載してある方法において行なった。本品の 20 包をとり、その重量を精密に量り、平均重量を算出した。

##### (2) グリチルリチン酸の定量

第十五改正日本薬局方のカンゾウ末定量法に準じた<sup>1)</sup>。

20 包をとり、それぞれの内容物の量を精密に量った後、均一になるよう混和した。その約 2.6g を精密に秤取し、希エタノール 70ml を加え、15 分間振とう抽出した後、遠心分離(2000rpm, 5min)後、上澄液を回収した。さらに残さへ希エタノール 25ml を加え、同様に抽出し、遠心分離後、上澄液をあわせ、希エタノールで 100ml に定容し、試験溶液とした。これを 0.45 μm フィルター (Millipore 社製) でろ過後、HPLC にて測定した。

#### 3 グリチルリチン酸の分析条件

HPLC: 島津製作所製 LC-10VP システム

分析カラム: GL Sciences (株)社製 Inertsil ODS-3V (4.6mm i.d. × 150mm, 粒子径 5 μm)

カラム温度: 40°C

検出波長: 254nm

移動相: 薄めた酢酸(1→15)/アセトニトリル(6:4)

流速: 1.0ml/min

試料注入量: 10 μl

### 検査結果

#### 1 重量偏差試験

製造承認書に従い行なったところ、平均重量値は 2.58g であり、この値と個々の包の重量との偏差は 0.1%~2.1% であり、規格に適合した。(規格: 10%未満)

#### 2 グリチルリチン酸の定量

HPLC による 1 包中のグリチルリチン酸含量は 8.21mg (n=5, RSD: 1.5%) であり、申請書記載の規格に適合した。(規格: グリチルリチン酸として 3~9mg)

### 参考文献

- 1) 第十五改正日本薬局方; カンゾウ末, 1998, 厚生労働省