

# 長崎県内における医薬品の収去試験結果 (1999年度)

熊野 眞佐代・川口 治彦

## Survey Report on Random Examination of Drug in Nagasaki Prefecture (1999)

Masayo KUMANO and Haruhiko KAWAGUCHI

Key words : glycyrrhizic acid, Chinese Medicinal Prescriptions

キーワード : グリチルリチン酸, 漢方製剤

### はじめに

平成11年度医薬品等一斉監視指導の実施に伴い、県内で製造された医薬品の収去検査結果について報告する。

### 調査方法

#### 1 試料

県内2メーカーで製造された甘草配合の漢方製剤  
2製剤 それぞれ20検体

表1および表2に1包中の成分・分量を示す。

表1 A社の1包中成分・分量表示

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

表2 B社の1包中成分・分量表示

成分名	分量 (g)
日局 ダイオウ末	0.7
日局 カンゾウ末	0.2
日局 オウゴン末	0.05
日局 オウレン末	0.05
日局 ケイヒ末	0.05
日局 サンキライ末	0.2
乾燥硫酸ナトリウム	0.75
計	2.0

#### 2 検査項目

重量偏差試験、グリチルリチン酸 (以下GLA) 定量

#### 3 検査方法

##### (1)重量偏差試験

20包について、それぞれ1包ずつの重量を精密に量り、平均重量を計算する。

##### (2)HPLCによるGLA分析<sup>1) 2)</sup>

標準品はGLA (和光純薬 (株)) を50°Cで4時間乾燥したものを用いる。

標準溶液の調製・検量線用溶液の調製はGLA標準品10.0mgを秤り、50%メタノール溶液を加えて溶かし正確に100mlとした後、ろ過し、これを標準溶液とした。

HPLCによる分析フローを図1に、HPLCの分析条件を表3に示す。

試料を粉碎し 約 0.5gを精密に秤る

50%メタノール液を正確に50ml

10 分間江かて浸透

10 分間超音波をかける

ろ過 ろ液 5ml

セップパックQMA (0.5Mリン酸バッファ-10mlで洗浄) に通す

希エタノール3mlで洗浄

0.5Mリン酸水素ナトリウム・エタノール (1:1) で5mlになるまで溶出

HPLC

図1 分析フロー

表3 HPLC分析条件

HPLC装置	島津LC-10A
カラム	TSK-GEL120A 4.6mmφ×15cm
カラム温度	40°C
移動溶媒	リノ酸：アセトニル：水 (1：350：650)
流量	1.0 ml/min
検出器	UV検出器 (254nm)
ATTE	4
注入量	5μl

結果

表4、表5に示す。

表4 A社重量試験とGLA分析結果

番号	1包の重量 (g)	1包中GLA含量 (mg)
1	2.5527	5.3
2	2.5825	5.0
3	2.5496	5.5
4	2.6010	5.5
5	2.5878	5.0
6	2.5847	5.7
7	2.5542	4.4
8	2.5558	4.5
9	2.5911	4.8
10	2.5514	4.6
11	2.5777	4.6
12	2.5645	5.2
13	2.5572	5.3
14	2.5806	4.9
15	2.5673	4.5
16	2.5724	5.6
17	2.5780	5.3
18	2.5560	5.8
19	2.5582	4.6
20	2.5655	5.0
平均	2.5694	5.1
最大	2.6010	5.7
最小	2.5496	4.4

A社の重量は最小値が2.5496g、最大値が2.6010gで、GLA含量は最小値が4.4mg、最大値が5.7mgであった。B社の重量は最小値が1.9811g、最大値が2.0645gで、GLA含量は最小値が4.4mg、最大値が6.4mgであった。

表5 B社重量試験とGLA分析結果

番号	1包の重量 (g)	1包中GLA含量 (mg)
1	2.0052	5.9
2	2.0358	5.8
3	2.0645	5.9
4	1.9876	6.0
5	1.9811	5.9
6	2.0128	5.6
7	1.9990	5.5
8	2.0160	6.4
9	2.0378	6.0
10	2.0142	5.2
11	2.0006	4.9
12	2.0246	5.2
13	2.0222	4.7
14	2.0019	5.0
15	2.0431	4.4
16	1.9978	5.3
17	2.0568	4.5
18	1.9958	6.1
19	2.0041	5.3
20	1.9891	5.0
平均	2.0145	5.4
最大	2.0645	6.4
最小	1.9811	4.4

まとめ

(1) A社の場合、それぞれの重量は2.5496～2.6010gで、平均値2.5694gの±10%の範囲内にあり、規格に適合した。1包中のGLA含量は4.4～5.7mgの範囲にあり、製造承認書の規格(1包中3～9mg)に適合した。

(2) B社の場合、それぞれの重量は1.9811～2.0645gで、平均値2.0145gの±10%の範囲内にあり、規格に適合した。1包中のGLA含量は4.4～6.4mgの範囲にあり、製造承認書の規格(1包中3～9mg)に適合した。

参考文献)

- 1) 第13 改正日本薬局方解説書 生薬総則 カンゾウ～カンゾウエキス, D-227～D-241, 日本薬局方解説書編集委員会編
- 2) 荒木 信春, 他: 医薬品研究, 28(4), 297～303, (1997)