식품의약품안전처 공고 제2016 - 296호

대한민국약전 일부개정고시(안) 행정예고

2016. 8. 4.

식품의약품안전처

식품의약품안전처 공고 제2016 - 296호

「약사법」 제51조제1항에 따른 「대한민국약전」(식품의약품안전처 고시 제2016-57호, 2016. 6. 30.)을 일부 개정함에 있어 국민에게 미리 알려 의견을 수렴하고자 그 취지, 개정 이유 및 주요 내용을 「행정절차법」 제46조에 따라 다음과 같이 공고합니다.

2016년 8월 4일

식품의약품안전처장

대한민국약전 일부개정고시(안) 행정예고

1. 개정 이유

「대한민국약전」의 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 일부 기준·규격을 최신 과학수준 및 국제적 추세에 맞게 합리적으로 개선함으로서, 한약(생약) 등의 기준·규격을 선진화하고 우수한 품질의 의약품이 유통될 수 있도록 하고자 함

2. 주요 내용

가. 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 「관동화」 등 16품목의 확인시험 신설 및 「맥문동」등 11품목의 확인시험 개선 (별표 4)

1) 현행 대한민국약전 수재 생약 및 생약제제 중 박층크로마토그래프법을 이용한 확인시험법 신설

2) 표준생약 추가한 확인시험 및 확인시험 R_f값 개선

3) 유기용매 사용을 줄인 확인시험 개선 등

나. 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 「우슬」등 5품목의 함량기준 및 정량법 신설, 「치자」 등 2품목 함량기준 및 정량법 개선 (별표 4)

1) 액체크로마토그래프법을 이용한 함량기준 및 정량법 신설

2) 연구사업 결과 등을 반영한 현행 함량기준 및 정량법의 개선

다. 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 「가자」등 9품목의 성상 등 개선, 「백두구」 등 2품목의 순도시험 개선 (별표 4)

1) 기원종 및 사용부위에 따른 성상에 대한 기술 명확화

2) 국가표준식물목록에 따른 정의항의 과명, 학명 등 개선

3) 순도시험의 이물항 명확화, 농산물의 농약 잔류허용기준 적용

4) 기타 오기의 정정

3. 의견 제출

「대한민국약전」 일부개정고시(안)에 대하여 의견이 있는 단체 또는 개

인은 2016년 10월 4일까지 다음 사항을 기재한 의견서를 식품의약품안전처장(우편번호 : 28159, 주소 : 충청북도 청주시 흥덕구 오송읍 오송생명2로 187 식품의약품안전처, 참조 : 한약정책과, 전화 043-719-3356, 팩스 043-719-3350, 전자우편 : opharm@korea.kr)에게 제출하여 주시기 바랍니다.

가. 예고사항에 대한 의견(찬·반 여부와 그 사유)

나. 성명(단체인 경우 단체명과 그 대표자 성명), 주소 및 전화번호

다. 기타 참고사항

식품의약품안전처고시 제2016 - 호

「약사법」 제51조제1항에 따른 「대한민국약전」(식품의약품안전처고시 제2016-57호, 2016. 6. 30.)을 다음과 같이 개정 고시합니다.

2016년 월 일

식품의약품안전처장

대한민국약전 일부개정고시(안)

대한민국약전 일부를 다음과 같이 개정한다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 가자의 성상을 다음과 같이 개정한다.

성 상 가자 이 약은 열매로 긴 원형 ~ 달걀모양이며, 길이 20 ~ 40 mm, 지름 15 ~ 25 mm이다. 바깥 면은 황갈색 ~ 어두운 갈색으로 대개는 광택이 나며 5 ~ 6 개의 세로 능선과 불규칙한 주름이 있다. 아래쪽에는 원형의 열매꼭지 자국이 있다. 질은 단단하다. 과육은 두께 2 ~ 4 mm이고 황갈색이다. 과핵은 길이 15 ~ 25 mm, 지름 10 ~ 15 mm이고 연한 노란색이며 거칠고 딱딱하다. 씨는 좁고 긴 방추형이고 길이 약 10 mm, 지름 2 ~ 4 mm이다. 씨껍질은 황갈색이며 떡잎은 2 장이고 흰색이며 서로 중첩되어 말려있다.

이 약은 특유한 냄새가 약간 있고 맛은 시고 떫으며 후에 달다.

융모가자 이 약은 열매로 가자에 비해 세로 능선이 확실하지 않고 불규칙한 주름

이 많다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 관동화의 성상 다음에 확인시험을 다음과 같이 신설한다.

확인시험 이 약의 가루 1 g을 달아 에탄올 20 mL를 넣어 1 시간 초음파 추출한 다음 여과한다. 여액을 감압농축하고 아세트산에틸 1 mL에 녹여 검액으로 한다. 따로 투씰라곤표준품 3 mg을 달아 아세트산에틸 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 5 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔 (형광제 첨가)을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 석유에테르·아세톤혼합액(9 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선 (주파장 254 nm)을 쪼일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 대복피의 정의 중 “야자과”를 “야자나무과”로 하고, 성상을 다음과 같이 개정한다.

성 상 대복피 ( ) 이 약은 열매껍질로 대개 타원형 또는 긴 달걀모양의 표주박 모양이며, 길이 40 ~ 70 mm, 너비 20 ~ 35 mm, 두께 2 ~ 5 mm 이다. 열매껍질은 진한 갈색 ~ 검은색에 가깝고 불규칙한 세로주름과 튀어나온 가로무늬가 있다. 맨 윗부분에는 암술대 자국이 있고 아래쪽에는 열매꼭지 및 꽃받침 조각이 남아있다. 내과피는 오목하게 들어가 있고 갈색 또는 진한 갈색

이며, 광택이 나고 매끄러우며 단단한 껍질모양이다. 무게는 가볍고 질은 단단하며, 세로로 찢으면 중과피에 의한 섬유를 볼 수 있다.

이 약은 약간 특유한 냄새가 있고 맛은 약간 떫다.

대복모 (　　) 이 약은 열매껍질로 대개 타원형 또는 표주박 모양이다. 열매껍질은 대부분 이미 탈락한 상태이지만 남아 있는 경우도 있다. 중과피는 종려털 모양으로 황백색 또는 연한 갈색이며 성글고 질은 유연하다. 내과피는 딱딱한 껍질 모양이고 황갈색 ~ 진한 갈색이다. 내표면은 광택이 나고 매끄러우며 때로 세로 방향으로 벌어져 있다.

이 약은 약간 특유한 냄새가 있고 맛은 담담하다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 맥문동의 확인시험을 다음과 같이 개정한다.

확인시험 이 약의 가루 및 맥문동표준생약 2 g을 달아 각각 메탄올 20 mL를 넣고 3 시간 방치한 다음 30 분 간 초음파 추출한 후, 여과한 여액을 증발건고한다. 잔류물을 메탄올 1 mL에 녹여 검액 및 맥문동표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 맥문동표준생약표준액 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 톨루엔·메탄올·아세트산(100)혼합액(800 : 50 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 분무용황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 맥문동표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같고, 그 중 1 개의 반점은 R_f 값 0.3 부근에서 적갈색 반점을 나타낸다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 박하의 “확인시험”을 “확인시험 1)”로 하고, 2)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 0.5 g을 달아 석유에테르 5 mL를 넣어 흔들어 섞고 30분간 방치한 다음 여과하여 검액으로 한다. 따로 *l*-멘톨표준품 1 mg을 달아 석유에테르 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 각각 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 시클로헥산·아세트산에틸혼합액(3 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 바닐린황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 10 분간 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1 개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 방기의 “확인시험”을 “확인시험 1)”로 하고, 2)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 및 방기표준생약 2 g을 각각 달아 에탄올 25 mL를 넣고 환류냉각기를 달아 1시간 가열한 다음 여과한다. 여액을 감압농축하고 에탄올 1 mL에 녹여 검액 및 방기표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 방기표준생약표준액 5 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔 (형광제 첨가)을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 메탄올·수산화암모늄혼합액(65 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선 (주파장 254 nm)을 쪼일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반

점은 방기표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 백두구의 순도시험 1) 이물을 다음과 같이 개정한다.

순도시험 **1) 이물** 이 약은 열매꼭지 및 그 밖의 이물이 2.0 % 이상 섞여 있지 않다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 백선피의 "확인시험"을 "확인시험 1)"로 하고, 2)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 1 g을 달아 메탄올 50 mL를 넣어 30분간 초음파 추출한 다음 여과한다. 여액을 감압농축하고 메탄올 1 mL에 녹여 검액으로 한다. 따로 프락시넬론표준품 1 mg을 달아 메탄올 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 5 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 시클로헥산·톨루엔·아세트산에틸혼합액(2 : 2 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 5 % 바닐린황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 복분자의 성상을 다음과 같이 개정한다.

성　　상 이 약은 열매로 소핵과가 여러 개 모인 취과이고 대체로 둥글며 지름 7 ～9 mm이다. 바깥 면은 연한 녹색, 회갈색 또는 적갈색 ~ 적자색이며 그 주위에는 많은 소핵과가 붙어있으며 털이 거의 없다. 꽃받침은 녹색 ~ 녹갈색으로 꽃자루 근처까지 깊게 5개로 갈라지며 아래에는 열매꼭지 자국이 있다. 개개의 소핵과는 잘 분리되고 초승달 모양이며 암술대가 남아있다. 아래쪽은 비교적 평탄하고, 지름 약 2 ~ 3 mm이다.

이 약은 냄새가 거의 없으며 맛은 시고 달다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 산조인의 "확인시험"을 "확인시험 1)"로 하고, 확인시험 2)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 1 g을 달아 메탄올 30 mL를 넣어 환류냉각기를 달고 수욕에서 1 시간 가온한 다음 여과한 여액을 증발건고한다. 잔류물을 메탄올 0.5 ml에 녹여 검액으로 한다. 따로 주주보시드 A 표준품 10 mg을 달아 메탄올 10 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액을 5 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 수포화부탄올을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 바닐린·황산·에탄올시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 10 분간 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1 개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 세신의 성상 다음에 확

인시험을 다음과 같이 신설한다.

확인시험 이 약의 가루 및 세신표준생약 1 g을 각각 달아 메탄올 10 mL를 넣어 30 분간 초음파 추출한 다음 여과하여 검액 및 세신표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 세신표준생약표준액 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 톨루엔·아세트산에틸혼합액(4 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 분무용황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 10 분 간 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 세신표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 소목의 “확인시험”을 “확인시험 1)”로 하고, 2)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 1 g을 달아 에탄올 10 mL를 넣고 30분 간 초음파 추출한 다음 여과하여 검액으로 한다. 따로 브라질린표준품 1 mg을 달아 에탄올 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 각각 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 디클로로메탄·아세톤·포름산혼합액(15 : 5 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선 (주파장 254 nm)을 쪼일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1 개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 아출의 확인시험을 다음과 같이 개정한다.

확인시험 이 약의 가루 및 아출표준생약 1 g을 달아 각각 석유에테르 50 mL를 넣고 1 시간 동안 초음파 추출한 다음 여과한 여액을 증발건고한다. 잔류물을 석유에테르 2 mL에 녹여 검액 및 아출표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 아출표준생약표준액 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 석유에테르·아세트산에틸혼합액(9 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 바닐린황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 아출표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같고, 그 중 1 개의 반점은 R_f 값 0.7 부근에서 보라색 반점을 나타낸다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 오매의 확인시험 3)을 다음과 같이 신설한다.

확인시험 3) 이 약의 가루 5 g을 달아 메탄올 30 mL를 넣어 30분간 초음파 추출한 다음 여과한다. 여액을 감압농축하고 메탄올 2 mL에 녹여 검액으로 한다. 따로 우르솔산표준품 1 mg을 달아 메탄올 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 2 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 시클로헥산·아세트산에틸·포름산혼합액(200 : 100 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 10 % 황산에탄올시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에

서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 오미자의 정의 중 "*Schisandra chinensis* Baillon"을 "*Schisandra chinensis* (Turcz.) Baillon"으로 하고 성상과 순도시험 3) 잔류농약을 다음과 같이 개정한다.

성 상 이 약은 열매로 고르지 않은 구형 ~ 납작한 구형이며 지름 5 ~ 8 mm이다. 바깥 면은 어두운 붉은색 ~ 적자색으로 주름이 있고, 때로 흰 가루가 묻어 있기도 하다. 과육은 유연하고, 과육을 벗기면 콩팥 모양의 씨가 1 ~ 2 개 들어 있다. 씨는 길이 2 ~ 5 mm이고, 바깥 면은 광택이 있는 황갈색 ~ 어두운 적갈색이며 등 쪽에는 봉선이 뚜렷하다.

이 약은 냄새가 약간 있으며 맛은 처음에 시고 후에 떫으면서 쓰다.

3) **잔류농약** 이 약을 가지고 식품의약품안전처 고시 "식품의 기준 및 규격" 중 [별표 3] 농산물의 농약 잔류허용기준의 '오미자(건조)'에 따른다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 오배자의 "확인시험"을 "확인시험 1)"로 하고, 2)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 0.5 g을 각각 달아 메탄올 5 mL에 넣어 30분간 초음파 추출한 다음 여과하여 검액으로 한다. 따로 갈릭산표준품 1 mg을 달아 메탄올 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시

험한다. 검액 및 표준액 각각 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 디클로로메탄·포름산에틸·포름산혼합액(7 : 5 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선(주파장 254 nm)을 쪼일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1 개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 우슬의 함량기준을 "이 약은 정량할 때 환산한 건조물에 대하여 20-히드록시엑디손 ($C_{27}H_{44}O_7$: 480.63) 0.03 % 이상을 함유한다."로 신설하고, 정량법을 다음과 같이 신설한다.

정 량 법 이 약의 가루 약 2 g을 정밀하게 달아 묽은에탄올 100 mL를 넣고 90 분간 초음파 추출한 다음 여과한다. 여액에 묽은에탄올을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 20-히드록시엑디손표준품 (미리 실리카겔데시케이터에서 12 시간 이상 건조한다) 약 10 mg을 정밀하게 달아 메탄올에 녹여 정확하게 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 정확하게 취하여 이동상을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μL씩을 가지고 다음의 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 검액 및 표준액의 피크면적 A_T 및 A_S를 측정한다.

20-히드록시엑디손($C_{27}H_{44}O_7$)의 양 (mg)

$$= \text{20-히드록시엑디손표준품의 양(mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10}$$

조작조건

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 245 nm)

칼 럼 : 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 15 ~ 25 cm인 스테인레스강관에 5 ~ 10 μm의 액체크로마토그래프용옥타데실릴실리카겔을 충전한다.

칼럼온도 : 30 ℃ 부근의 일정 온도

이동상 : 0.08% 포름산·아세토니트릴혼합액(17 : 3)

유 량 : 1.0 mL/분 또는 20-히드록시엑디손의 유지시간이 약 15분이 되도록 조정한다.

시스템적합성

시스템의 재현성 : 표준액 10 μL를 가지고 위의 조건으로 시험을 6회 반복할 때 20-히드록시엑디손 피크면적의 상대표준편차는 1.5 % 이하이다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 원지의 함량기준을 "이 약을 건조한 것은 정량할 때 테뉴이폴린 ($C_{36}H_{56}O_{12}$: 680.37) 2.0 % 이상을 함유한다."로 신설하고, 정량법을 다음과 같이 신설한다.

정 량 법 이 약의 가루 약 1 g을 정밀하게 달아 메탄올·물혼합액(7 : 3) 50 mL를 넣어 1 시간 초음파 추출한 다음 여과한다. 여액에 메탄올·물혼합액(7 : 3)을 넣어 정확하게 50 mL로 한다. 이 액 25 mL를 정확하게 취하여 증발건고 한 다음 잔류물에 10 % 수산화나트륨용액 50 mL을 넣고 환류냉각기를 달아 2시간 가열한 다음 여과한다. 여액을 식혀서 염산을 넣어 pH를 4~5로 조정하고, 여기에 수포화부탄올 50 mL씩 3회 추출하여 수포화부탄올층을 합해서 감압농축한

다. 잔류물에 메탄올을 넣어 정확하게 25 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 테뉴이폴린표준품 (미리 실리카겔데시케이터에서 12시간 이상 건조한다) 약 10 mg을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 정확하게 25 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μL씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험할 때 검액 및 표준액의 피크면적 A_T 및 A_S를 측정한다.

테뉴이폴린($C_{36}H_{56}O_{12}$)의 양 (mg)

$$= \text{테뉴이폴린표준품의 양(mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

조작조건

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 210 nm)

칼 럼 : 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 15 ~ 25 cm인 스테인레스강관에 5 ~ 10 μm의 액체크로마토그래프용옥타데실릴실리카겔을 충전한다.

칼럼온도 : 25 ℃ 부근의 일정 온도

이동상 : 메탄올·인산이수소나트륨 1.2 g을 물 1000 mL를 넣고 인산을 넣어 pH를 2.0으로 조정한 혼합액(7 : 3)

유 량 : 0.5 mL/분

시스템적합성

시스템의 재현성 : 표준액 10 μL를 가지고 위의 조건으로 시험을 6회 반복할 때 테뉴이폴린 피크면적의 상대표준편차는 1.5% 이하이다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 의이인의 정의 중 "*Coix lacryma-jobi* Linné var. *ma-yuen* Stapf"를 "*Coix lacryma-jobi* var.

ma-yuen (Rom.Caill.) Stapf"로 하고, "씨로서 씨껍질을 제거한 것이다."를 "씨이다."로 하며, 확인시험 중 "내유는"을 "배젖은"으로 하고, 성상을 다음과 같이 개정한다.

성 상 이 약은 씨로 달걀모양 ~ 넓은 달걀모양이며 양끝은 약간 오목하고 길이 약 6 mm, 너비 약 5 mm이다. 등 쪽은 둥글게 부풀어 있고 아래쪽 중앙에는 세로로 깊은 홈이 있다. 바깥 면은 적갈색이고, 씨껍질을 제거한 것의 바깥 면은 흰색에 가깝고 가루성이다. 횡단면을 확대경으로 보면 등 쪽은 흰색의 배젖이고 아래쪽의 오목한 곳은 연한 노란색의 배반이 있다.

이 약은 특유한 냄새가 약간 있고 맛은 약간 달며 이 사이에 점착한다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 자완의 확인시험 4)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 4) 이 약의 가루 1 g을 달아 메탄올 25 mL를 넣어 30분간 초음파 추출한 다음 여과한다. 여액을 감압농축하고 아세트산에틸 2 mL에 녹여 검액으로 한다. 따로 시오논표준품 1 mg을 달아 아세트산에틸 2 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 3 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔 (형광제 첨가)을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 석유에테르·아세트산에틸혼합액(20 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 10 % 황산에탄올시액을 고르게 뿌린 다음 자외선 (주파장 365 nm)을 쪼일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1개의 반점

은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 작약의 확인시험 2)를 다음과 같이 개정한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 및 작약표준생약 2 g을 달아 각각 메탄올 10 mL를 넣고 수욕에서 5 분 간 가온하고 식힌 다음 여과한 액을 검액 및 작약표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 작약표준생약표준액 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 아세톤·아세트산에틸·아세트산(100)혼합액(10 : 10 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 p-아니스알데히드·황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 10 분 간 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 작약표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같고, 그 중 1 개의 반점은 R_f 값 0.4 부근에서 보라색 반점을 나타낸다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 저령의 “확인시험”을 “확인시험 1)”로 하고, 2)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 1 g을 달아 메탄올 20 mL를 넣어 30분간 초음파 추출한 다음 여과하여 검액으로 한다. 따로 에르고스테롤표준품 1 mg을 달아 메탄올 5 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 20 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박

층판에 점적한다. 다음에 석유에테르·아세트산에틸혼합액(3 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 2 % 바닐린황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 절패모의 확인시험 4)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 4) 이 약의 가루 5 g을 달아 암모니아수 5 mL와 디클로로메탄 20 mL를 넣고 24시간 방치한 다음 여과한다. 여액을 감압농축하고 메탄올 1 mL에 녹여 검액으로 한다. 따로 베르티신(페이민)표준품 1 mg을 달아 디클로로메탄 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 각각 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 n-부탄올·아세트산(100)·물혼합액(6 : 2 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 드라겐도르프시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1 개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 정향의 “확인시험”을 “확인시험 1)”로 하고, 2)를 다음과 같이 신설한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 0.5 g을 각각 달아 에탄올 5 mL를 넣고 흔들어 섞고 30분간 방치한 다음 여과하여 검액으로 한다. 따로 유게놀표준품 1 mg을 달아 에탄

올 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 각각 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 석유에테르·아세트산에틸혼합액(9 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 바닐린황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 10 분간 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 차전자의 확인시험 3)을 다음과 같이 신설한다.

확인시험 3) 이 약의 가루 1 g을 달아 메탄올 10 mL를 넣어 30 분간 초음파 추출한 다음 여과한다. 여액을 감압농축하고 메탄올 2 mL에 녹여 검액으로 한다. 따로 게니포시드산표준품 및 액테오시드표준품 1 mg씩을 각각 달아 메탄올 2 mL에 녹여 표준액(1) 및 표준액(2)로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액, 표준액(1) 및 표준액(2) 5 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔(형광제 첨가)을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 아세트산에틸·메탄올·포름산·물혼합액(36 : 4 : 3 : 2)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선 (주파장 254 nm)을 쪼일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 2개의 반점은 표준액(1) 및 표준액(2)에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 창출의 확인시험을 다음과 같이 개정한다.

확인시험 이 약의 가루 및 창출표준생약 0.5 g을 달아 각각 헥산 2 mL를 넣고 15 분간 초음파 추출한 다음 여과한 액을 검액 및 창출표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 창출표준생약표준액 5 μL 씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 석유에테르·아세트산에틸혼합액(50 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 묽은황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 창출표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같고, 그 중 1 개의 반점은 R_f 값 0.5 부근에서 짙은 녹색의 반점을 나타낸다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 천마의 함량기준을 "이 약을 건조한 것은 정량할 때 가스트로딘($C_{13}H_{18}O_7$: 286.28), 가스트로디게닌($C_7H_8O_2$: 124.14)의 합 0.20 % 이상을 함유한다."로 신설하고, 정량법을 다음과 같이 신설한다.

정 량 법 이 약의 가루 약 1.0 g을 정밀하게 달아 메탄올(7 → 10) 100 mL를 넣고 45 분간 초음파 추출한 다음 여과한다. 여액에 메탄올(7 → 10)을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 가스트로딘표준품 약 10 mg 및 가스트로디게닌표준품 약 10 mg을 정밀하게 달아 메탄올(7 → 10)을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μL씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 검액의 가스트로딘 및 가스트로디게닌의 피크면적 A_{Ta} 및 A_{Tb}와 표준액의 가스트로딘 및 가스트로디게닌의 피크면적 A_{Sa} 및 A_{Sb}를 측정한다.

가스트로딘($C_{13}H_{18}O_7$)의 양(mg)

$$= \text{가스트로딘표준품의 양(mg)} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}}$$

가스트로디게닌($C_7H_8O_2$)의 양(mg)

$$= \text{가스트로디게닌표준품의 양(mg)} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}}$$

조작조건

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 270 nm)

칼 럼 : 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 15 ~ 25 cm인 스테인레스강관에 5 ~ 10 μm의 액체크로마토그래프용 옥타데실실릴실리카겔을 충전한다.

칼럼온도 : 30 ℃

이동상 : 이동상A 및 이동상B를 가지고 아래와 같이 단계적 또는 농도기울기적으로 제어한다.

이동상A - 포름산용액(1 → 1000)

이동상B - 포름산아세토니트릴혼합액(1 → 1000)

시간(분)	이동상A (vol %)	이동상B (vol %)
0	98	2
25	90	10
30	85	15

유 량 : 1.0 mL/분

시스템적합성

시스템의 재현성 : 표준액 10 μL씩을 가지고 위의 조건으로 시험을 6회 반복할 때 가스트로딘 및 가스트로디게닌 각각의 피크면적의 상대표준편차는 1.5 % 이

하이다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 청피의 확인시험 2)를 다음과 같이 개정한다.

확인시험 2) 1)에서 얻은 여액 5 mL를 증발건고하고 잔류물을 메탄올 1 mL에 녹여 검액으로 한다. 따로 청피표준생약 0.3 g을 달아 메탄올 10 mL를 넣고 환류냉각기를 달고 20 분 간 가열한 다음 여과한 여액 5 mL를 취해 증발건고하고 잔류물을 메탄올 1 mL에 녹여 청피표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 청피표준생약표준액 각각 5 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 아세트산에틸·메탄올·포름산혼합액(960 : 100 : 7)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 묽은황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 청피표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같고, 그 중 1 개의 반점은 R_f 값 0.2 부근에서 갈색의 반점을 나타낸다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 치자의 정의 중 “게니포시드($C_{17}H_{24}O_{10}$: 388.37) 3.0 % 이상 및 가르데노시드($C_{17}H_{24}O_{11}$: 404.37) 1.8 % 이상을 함유한다.”를 “게니포시드($C_{17}H_{24}O_{10}$: 388.37) 3.0 % 이상을 함유한다.”로 하고, 정량법을 다음과 같이 개정한다.

정 량 법 이 약의 가루 약 1.0 g을 정밀하게 달아 희석시킨 메탄올(7 → 10) 50 mL를

넣고 1 시간 초음파 추출한 다음 여과하여 검액으로 한다. 따로 게니포시드표준품 약 1.0 mg을 정밀하게 달아 희석시킨 메탄올(7 →10)을 넣어 정확하게 1 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 20 μL씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 검액 및 표준액의 게니포시드의 피크면적 A_T 와 As를 측정한다.

$$\text{게니포시드 } (C_{17}H_{24}O_{10})\text{의 양 (mg)}$$

$$= \text{게니포시드표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 50$$

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 택사의 성상 다음에 확인시험을 다음과 같이 신설한다.

확인시험 이 약의 가루 및 택사표준생약 1 g을 달아 각각 메탄올 10 mL를 넣어 30 분간 초음파 추출한 다음 여과하여 검액 및 택사표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 택사표준생약표준액 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 디클로로메탄·메탄올혼합액(17 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 분무용황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 택사표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 파두의 성상을 다음과

같이 개정한다.

성　　상 이 약은 씨로 약간 납작한 타원형이고, 길이 12 ~ 15 mm, 지름 7 ~ 9 mm이다. 바깥 면은 갈색 또는 회갈색이고, 한쪽 끝에는 배꼽점과 종부가 있거나 종부가 탈락한 흔적이 작게 남아 있다. 씨껍질은 얇고 단단하나 부서지기 쉽다. 종인은 황백색이고, 기름기가 많다.

이 약은 냄새가 약간 있고 맛은 처음에 부드러운 기름 같으나 후에 아주 맵다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 팔각회향의 성상을 다음과 같이 개정한다.

성　　상 이 약은 열매로 대개 8 개의 골돌과가 중심에서 방사상으로 배열되어 있는 취과이다. 각 골돌과는 길이 10 ~ 20 mm, 너비 3 ~ 5 mm, 높이 6 ~ 10 mm이다. 바깥 면은 적갈색으로 불규칙한 주름이 있으며, 위 끝은 짧은 새부리 모양이고 위쪽은 대부분 벌어져 있다. 안쪽 면은 연한 갈색이고 매끄러우며 광택이 있다. 질은 딱딱하고 잘 부서진다. 열매꼭지는 길이 30 ~ 40 mm이고 열매 아래쪽의 중앙으로 이어지며 구부러져 있고 보통은 탈락되어 있다. 각 골돌과에는 씨가 1 개씩 들어 있다. 씨는 납작한 달걀모양으로 길이 약 6 mm이고 적갈색 ~ 황갈색을 띠며 광택이 있고 끝부분에는 씨눈이 있다. 배젖은 흰색이고 기름기가 많다.

이 약은 특유한 향기가 있고 맛은 맵고 달다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 해동피의 확인시험 2)를 다음과 같이 개정한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 1 g을 달아 메탄올·물혼합액(7 : 3) 10 mL를 넣고 20 분간 초음파 추출한 다음 여과하여 검액으로 한다. 따로 헤데라코시드 C 1 mg을 달아 메탄올 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 부탄올·물·아세트산혼합액(6 : 3 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 바닐린황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 ℃에서 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1 개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 형개의 확인시험 2)를 다음과 같이 개정한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 및 형개표준생약 0.8 g을 달아 각각 석유에테르 20 mL를 넣고 밀봉하여 때때로 흔들고 실온에서 10시간 방치한 다음 여과한 여액을 증발건고한다. 잔류물을 석유에테르 1 mL에 녹여 검액 및 형개표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 형개표준생약표준액 10 μL 씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 헥산·아세트산에틸혼합액(17 : 3)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 그늘에서 말린다. 여기에 분무용황산시액을 고르게 뿌린 다음 자외선 (주파장 365 nm)을 쪼일 때, 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 형개표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같고, 그 중 1 개의 반점은 R_f 값 0.3 부근에서 녹색의 형광반점을 나타낸다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 호미카의 한글명 “호미카(　　)”을 “마전자(　　)”로 하고, 한글별명 또는 라틴명 “Strychni Semen”을 “호미카, Strychni Semen”로 하며, 성상을 다음과 같이 개정하고, 확인시험 3)을 다음과 같이 신설한다.

성　　상 이 약은 씨로 둥근 단추모양이며 한 면은 솟아 있고 다른 면은 약간 밑으로 꺼져 있다. 지름 10 ~ 30 mm, 두께 3 ~ 5 mm이며 연한 회록색 ~ 연한 회갈색을 띤다. 바깥 면은 중앙에서 주변으로 향하여 누운 광택이 있는 털로 덮여 있고 양면의 주변 및 중앙부는 약간 두드러지며 주변의 한쪽에 점모양의 주공이 있고 한쪽 면의 중심점과의 사이에 때로 두드러진 선을 나타낸다. 질은 매우 단단하고 물에 담갔다가 쪼개면 씨껍질은 얇고 안쪽은 연한 회황색으로 각질의 배젖 2 개로 되고 중앙부는 좁고 비어 있다. 배젖 안쪽의 한쪽에 길이 약 7 mm의 흰색의 배가 있다.

이 약은 냄새가 약간 있고 맛은 매우 쓰며 오래 남는다.

확인시험 3) 이 약의 가루 1 g을 달아 에탄올 10 mL를 넣어 1시간 초음파 추출한 다음 여과한 후 검액으로 한다. 따로 스트리크닌표준품 1 mg을 달아 메탄올 1 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 각각 10 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 아세트산에틸·이소프로필알콜·암모니아수혼합액(10 : 5 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선 (주파장 254 nm)을 쪼일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1개의 반점

은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 호미카엑스의 한글명 “호미카엑스”를 “마전자엑스”로 하고, 한글별명 “호미카엑스”를 신설하며, 제법 중 “호미카의”를 “마전자의”로 하고, 확인시험 및 정량법 중 “「호미카」의”를 “「마전자」의”로 한다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 홍화의 함량기준을 “이 약은 정량할 때 환산한 건조물에 대하여 캠페롤 ($C_{15}H_{10}O_6$: 286.23) 0.05 % 이상을 함유한다.”로 신설하고, 확인시험 2) 중 “여과한 여액을”를 “여과하여”로, “아세트산에틸·물·포름산·메탄올혼합액(7 : 3 : 2 : 0.4)”을 “아세트산에틸·물·포름산·메탄올혼합액(35 : 15 : 10 : 2)”으로 하고, “여기에 자외선 (주파장 365 nm)을 쪼일 때”를 “박층판을 그대로 관찰할 때”로 하며, 정량법을 다음과 같이 신설한다.

정 량 법 이 약의 가루 약 1 g을 정밀하게 달아 에탄올·물·염산혼합액(25 : 10 : 4) 50 mL를 넣어 환류냉각기를 달아 135분간 가열하고 여과한 다음 에탄올을 넣어 정확하게 50 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 캠페롤 표준품 (미리 실리카겔데시케이터에서 12 시간 이상 건조한다) 약 10 mg을 정밀하게 달아 메탄올에 녹여 정확하게 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 정확하게 취하여 이동상을 넣어 정확하게 50 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μL씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 검액 및 표준액의 피크면적

A_T 및 A_S를 측정한다.

캠페롤($C_{15}H_{10}O_6$)의 양 (mg)

$$= \text{캠페롤표준품의 양(mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10}$$

조작조건

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 365 nm)

칼 럼 : 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 15 ~ 25 cm인 스테인레스강관에 5 ~ 10 μm의 액체크로마토그래프용옥타데실릴실리카겔을 충전한다.

칼럼온도 : 30 ℃ 부근의 일정 온도

이동상 : 메탄올·0.4 %인산혼합액(13 : 12)

유 량 : 1.0 mL/분

시스템적합성

시스템의 재현성 : 표준액 10 μL를 가지고 위의 조건으로 시험을 6 회 반복할 때 캠페롤 피크면적의 상대표준편차는 1.5 % 이하이다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 황기의 확인시험을 다음과 같이 개정한다.

확인시험 이 약의 가루 및 황기표준생약 3 g을 달아 각각 메탄올 20 mL를 넣어 환류냉각기를 달고 1시간 가열한 다음 여과한 액을 증발건고한다. 잔류물에 메탄올 0.5 mL를 넣어 녹인 액을 검액 및 황기표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박

층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 황기표준생약표준액 5 μL 씩을 박층크로마토그래프용실리카겔(형광제 첨가)을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 톨루엔·메탄올혼합액(9 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선 (주파장 254 nm)을 쪼일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 황기표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f값이 같고, 그 중 1 개의 반점은 R_f 값 0.2 부근에서 반점을 나타낸다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 황련의 확인시험 2)를 다음과 같이 개정한다.

확인시험 2) 이 약의 가루 및 황련표준생약 0.5 g을 달아 각각 메탄올 20 mL를 넣고 2 분 간 흔들어 섞은 다음 여과한 여액을 검액 및 황련표준생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 황련표준생약표준액 5 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 n-부탄올·물·아세트산(100)혼합액(7 : 2 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선 (주파장 365 nm)을 쪼일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 황련표준생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같고, 그 중 1 개의 반점은 R_f 값 0.4 부근에서 노란색 ~ 황록색의 형광반점을 나타낸다.

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 회향의 함량기준을 “이 약은 정량할 때 환산한 건조물에 대하여 트랜스아네톨 ($C_{10}H_{12}O$: 148.2) 1.4 % 이상을 함유한다.”로 신설하고, 확인시험 중 “회향표준표준액”을

“회향표준생약표준액”으로 하며, 정량법을 다음과 같이 신설한다.

정 량 법 이 약의 가루 약 0.5 g을 정밀하게 달아 아세트산에틸 25 mL를 넣어 초음파 추출한 다음 여과한다. 여액에 아세트산에틸을 넣어 정확하게 25 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 트랜스아네톨표준품 약 10 mg을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 정확하게 25 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 2 μL씩을 가지고 다음의 조건으로 기체크로마토그래프법에 따라 시험하여 검액 및 표준액의 피크면적 AT 및 AS를 측정한다.

트랜스아네톨($C_{10}H_{12}O$)의 양 (mg)

$$= \text{트랜스아네톨표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

조작조건

검출기 : 불꽃이온화검출기

칼 럼 : 안지름 약 0.32 mm, 길이 30 ~ 60 m인 관에 5 % 페닐메틸실록산폴리머로 피복한 모세관칼럼

칼럼온도 : 145 ℃를 20분간 유지한다.

검체도입부온도 : 230 ℃

검출기온도 : 230 ℃

운반기체 : 질소

유량 : 1.0 mL/분

시스템적합성

시스템의 재현성 : 표준액 2 μL를 가지고 위의 조건으로 시험을 6 회 반복할 때

트랜스아네톨 피크면적의 상대표준편차는 1.5 % 이하이다

별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 중 후박의 정량법에서 “물·아세토니트릴·아세트산(100)혼합액(70 : 30 : 1)”을 “아세토니트릴·물·아세트산(100)혼합액(70 : 30 : 1)”로 한다.

부칙

제1조(시행일) 이 고시는 고시 후 3개월이 경과한 날부터 시행한다.

제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 후 최초로 제조업자가 제조하거나 수입자가 수입한 의약품부터 적용한다.

제3조(경과조치) 이 고시 시행 당시 이미 허가를 받거나 신고가 된 별표 4 의약품각조 제2부 1) 생약 및 생약제제 품목이 개정규정에 적합하지 아니한 경우에는 이 고시 시행일로부터 3개월 이내에 위 개정규정에 적합하도록 하여야 한다.