

(4) アリストロキア酸 I 本品の粉末 2.0 g を正確に量り、薄めたメタノール (3 → 4) 50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に生薬純度試験用アリストロキア酸 I 1.0 mg を正確に量り、薄めたメタノール (3 → 4) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたメタノール (3 → 4) を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行うとき、試料溶液には標準溶液のアリストロキア酸 I に対応する保持時間にピークを認めない。アリストロキア酸 I に対応する保持時間にピークを認めた場合は条件を変更して分析し、このピークがアリストロキア酸 I でないことを確認する。

試験条件

検出器：紫外又は可視吸光光度計 (測定波長：400 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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カゲルを充てんする。

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g 及びリン酸 2 mL に水を加えて溶かし、1000 mL とした液/アセトニトリル混液 (11 : 9)

流量：アリストロキア酸 I の保持時間が約 15 分になるように調製する。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、薄めたメタノール (3 → 4) を加えて正確に 10 mL とする。この液 20 μ L を正確にとり、上記の条件で操作するとき、アリストロキア酸 I のシグナル S とノイズ N との比 (S/N 比) は 3 以上である。なお、シグナル S は検出器出力の平均値を線で結びノイズを含まないクロマトグラムを得て、ベースラインからピークの頂点までのピーク高さ、ノイズ N はピークの前後におけるベースラインの、ピーク半値幅の 20 倍の間における出力信号の最大値と最小値の差の振れ幅の 1/2 とする。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アリストロキア酸 I のピーク面積の相対標準偏差は 5.0% 以下である。

(5) 総 BHC の量及び総 DDT の量 (5.01) 各々 0.2 ppm 以下。

医薬品各条の部 サンキライの条生薬の性状の項の次に次の一項を加える。

サンキライ

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 サンキライ末の条純度試験の項を次のように改める。

サンキライ末

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

(3) 異物 本品を鏡検 (5.01) するとき、多量の石細胞及び厚膜繊維を認めない。

医薬品各条の部 サンキライ末の条の次に次の一条を加える。

サンザシ

Crataegus Fruit

CRATAEGI FRUCTUS

山査子

本品は1)サンザシ *Crataegus cuneata* Siebold et Zuccarini 又は 2)オオミサンザシ *Crataegus pinnatifida* Bunge var. *major* N. E. Brown (*Rosaceae*) の偽果をそのまま又は縦切もしくは横切したものである。

生薬の性状

1) *Crataegus cuneata* Siebold et Zuccarini 本品はほぼ球形で、径 8 ～ 14 mm である。外面は黄褐色～灰褐色を呈し、細かい網目状のしわがあり、一端には径 4 ～ 6 mm のくぼみがあって、その周辺にはしばしばがくの基部が残存し、他端には短い果柄又はその残基がある。真果は通例 5 室でしばしば 5 個に分裂する。この分果の長さは 5 ～ 8 mm、淡褐色を呈し、通例、各々 1 個の種子を含む。

本品はほとんどにおいがなく、わずかに酸味がある。

本品中央部の横切片を鏡検 (5.01) するとき、最外層は比較的厚いクチクラ層で被われた表皮からなる。クチクラは表皮細胞の側壁まで入り込み楔状を呈する。表皮細胞及びその直下の 2 ～ 3 層の柔細胞中には黄褐色～赤褐色の内容物が認められる。その内側は柔組織からなり、維管束が散在し、単独又は 2 ～ 数個集まった石細胞が多数出現する。シュウ酸カルシウムの集晶及び単晶が認められる。真果の果皮は主として厚壁細胞よりなる。種子は種皮で被われ、その内側に外胚乳、内胚乳、子葉を認める。真果の果皮の厚壁細胞中及び種皮の細胞中にシュウ酸カルシウム単晶が認められる。

2) *Crataegus pinnatifida* Bunge var. *major* N. E. Brown 本品は1)に似るが大形で、径 17 ～ 23 mm、外面は赤褐色でつやがあり、はん点状の毛の跡が明瞭である。一端にあるくぼみは径 7 ～ 9 mm、分果は長さ 10 ～ 12 mm、黄褐色を呈し、通例、成熟した種子を含まない。

本品は特異なおいがあり、酸味がある。

本品の中央部の横切片を鏡検 (5.01) するとき、本品は1)に似るが、柔組織中の石細胞は少ない。

確認試験 本品の粉末 1 g にメタノール 5 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ヒペロシド 1 mg をメタノール 20 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/2-ブタノン/水/ギ酸混液 (5 : 3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105℃で 5 分間加熱した後、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい。このスポットは放冷するとき徐々に消失し、再加熱により再び発光する。

乾燥減量 (5.01) 17.0%以下。

灰分 (5.01) 4.0%以下。

エキス含量 (5.01) 希エタノールエキス 8.0%以上。

医薬品各条の部 サンヤクの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

サンヤク

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 サンヤク末の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

サンヤク末

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 ジオウの条生薬の性状の項を次のように改める。

ジオウ

生薬の性状 本品は、通例、細長い紡錘形を呈し、長さ 5 ～ 10 cm、径 0.5 ～ 3.0 cm、しばしば折れ、又は著しく変形している。外面は黄褐色又は黒褐色を呈し、深い縦みぞ及びくびれがある。質は柔らかく粘性である。横切面は黄褐色又は黒褐色で、皮部は木部より色が濃く、髄をほとんど認めない。

本品は特異なおいがあり、味は初めわずかに甘く、後にやや苦い。

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、コルク層は 7 ～ 15 層で、皮部はすべて柔細胞からなり、外皮部に褐色の分泌物を含む細胞が散在する。木部はほとんど柔組織からなり、道管は放射状に配列し、主として網紋道管である。

医薬品各条の部 ジコッピの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ジコッピ

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 シコンの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

シコン

純度試験 ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 ショウマの条純度試験の項を次のように改める。

ショウマ

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う（5 ppm 以下）。
- (3) アカショウマ 本品の粉末を鏡検〈5.01〉するとき、柔組織中に集晶を認めない。

医薬品各条の部 セネガの条純度試験の項を次のように改める。

セネガ

純度試験

- (1) 茎 本品は茎 2.0%以上を含まない。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり第 4 法により検液を調製し、試験を行う（5 ppm 以下）。
- (3) 異物〈5.01〉 本品は茎以外の異物 1.0%以上を含まない。

医薬品各条の部 セネガ末の条純度試験の項を次のように改める。

セネガ末

純度試験

- (1) ヒ素〈1.11〉 本品 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う（5 ppm 以下）。
- (2) 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき、石細胞、でんぷん粒又はシュウ酸カルシウムの結晶を認めない。

医薬品各条の部 センキュウの条生薬の性状の項の次に次の一項を加える。

センキュウ

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う（5 ppm 以下）。

医薬品各条の部 センキュウ末の条純度試験の項を次のように改める。

センキュウ末

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉本品 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉本品 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。
- (3) 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき、多量のでんぷん粒、石細胞、シュウ酸カルシウムの結晶及びその他の異物を認めない。

医薬品各条の部 センキュウ末の条の次に次の一条を加える。

ゼンコ

Peucedanum Root

PEUCEDANI RADIX

前胡

本品は1) *Peucedanum praeruptorum* Dunn 又は2) ノダケ *Angelica decursiva* Franchet et Savatier (*Peucedanum decursivum* Maximowicz) (*Umbelliferae*) の根である。

生薬の性状

1) *Peucedanum praeruptorum* Dunn 本品は細長い倒円すい形～円柱形を呈し、下部はときに二又になる。長さ 3 ～ 15 cm、根頭部の径は 0.8 ～ 1.8 cm である。外面は淡褐色～暗褐色を呈し、根頭部には多数の輪節状のしわがあり、毛状を呈する葉柄の残基を付けるものもある。根にはやや深い縦じわ及び側根を切除した跡がある。横切面は淡褐色～類白色を呈する。質はもろい。

本品は特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、最外層はコルク層からなり、一部のコルク細胞は内側の接線壁が肥厚する。その内側には厚角組織がある。皮部には多数の油道が散在し、空隙が認められる。師部の先端部には師部繊維が見られることがある。木部には道管が認められ、油道が散在する。柔組織中に認められるでんぷん粒は 2 ～ 10 数個の複粒である。

2) *Angelica decursiva* Franchet et Savatier 本品は1) に似るが、根頭部に毛状を呈する葉柄の残基をつけない。

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、本品は1) に似るが、コルク細胞の細胞壁は肥厚せず、師部の先端部には師部繊維を認めない。また、木部中には油道が認められない。

確認試験

(1) (*Peucedanum praeruptorum* Dunn) 本品の粉末 1 g にメタノール 10 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 (±) -プラエルプトリン A 1 mg をメタノール 1 mL に溶かして標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジエチルエーテル/ヘキサン混液 (3 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た青紫色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f が等しい。

(2) (*Angelica decursiva* Franchet et Savatier) 本品の粉末 1 g にメタノール 10 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ノダケニン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かして標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液 (12 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た紫色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい。

乾燥減量〈5.01〉 13.0%以下.

灰分〈5.01〉 7.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0%以下.

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 20.0%以上.

医薬品各条の部 センコツの条純度試験の項を次のように改める.

センコツ

純度試験

- (1) 葉柄 本品は葉柄 3.0%以上を含まない.
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (5 ppm 以下).
- (3) 異物〈5.01〉 本品は葉柄以外の異物 1.0%以上を含まない.

医薬品各条の部 ソウハクヒの条純度試験の項を次のように改める.

ソウハクヒ

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり, 第 3 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下).
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり, 第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (5 ppm 以下).
- (3) 異物〈5.01〉 本品は根の木部及びその他の異物 1.0%以上を含まない.

医薬品各条の部 ソヨウの条純度試験の項を次のように改める.

ソヨウ

純度試験

- (1) 茎 本品は径 3 mm 以上の茎を含まない.
- (2) 異物〈5.01〉 本品は茎以外の異物 1.0%以上を含まない.
- (3) 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下.

医薬品各条の部 チクセツニンジン条の条確認試験の項の次に次の一項を加える.

チクセツニンジン

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり, 第 3 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下).
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり, 第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (5 ppm 以下).

医薬品各条の部 チクセツニンジン末の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

チクセツニンジン末

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 チモの条純度試験の項を次のように改める。

チモ

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。
- (3) 異物〈5.01〉 本品は葉の繊維及びその他の異物 3.0% 以上を含まない。

医薬品各条の部 チョレイの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

チョレイ

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 チョレイ末の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

チョレイ末

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 テンマの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

テンマ

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 テンモンドウの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

テンモンドウ

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 トウニンの条確認試験の項を次のように改める。

トウニン

確認試験 本品をすりつぶし、その 1.0 g をとり、メタノール 10 mL を加え、直ちに還流冷却器を付け、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用アミグダリン 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液 (20 : 5 : 4) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用チモール・硫酸・メタノール試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

医薬品各条の部 トウニン末の条確認試験の項を次のように改める。

トウニン末

確認試験

- (1) 本品に水を注加してつき砕くとき、ベンズアルデヒドのにおいを発する。
- (2) 本品 1.0 g にメタノール 10 mL を加え、直ちに還流冷却器を付け、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用アミグダリン 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液 (20 : 5 : 4) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用チモール・硫酸・メタノール試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

医薬品各条の部 トウヒチンキの条の次に次の一条を加える。

ドクカツ

Aralia Rhizome

ARALIAE CORDATAE RHIZOMA

独活

ドクカツ

本品はウド *Aralia cordata* Thunberg (*Araliaceae*) の、通例、根茎である。

生薬の性状 本品は湾曲した不整円柱状～塊状を呈する根茎で、ときに短い根を付けることがある。長さ4～12 cm、径2.5～7 cm、しばしば縦割又は横切されている。上部には茎の跡による大きなくぼみが1～数個あるか、又は径1.5～2.5 cmの茎の短い残基を1個付けるものがある。外面は暗褐色～黄褐色を呈し、縦じわがあり、根の基部又はその跡がある。横切面は灰黄褐色～黄褐色を呈し、油道による褐色の細点が散在し、多くの裂け目がある。

本品は特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、最外層はコルク層で、コルク石細胞からなる層がある。これに続き数層の厚角組織が認められる。維管束と放射組織は明瞭で、髄は広い。師部の外側に師部繊維群が認められることがある。皮部及び髄に離生細胞間隙からなる油道が認められる。木部は道管、木部繊維および厚壁化することがある木部柔組織からなる。髄中には維管束が散在する。また、柔細胞にはシュウ酸カルシウムの集晶が認められる。でんぷん粒は、単粒又は2～6個の複粒である。

確認試験 本品の粉末1 gにメタノール10 mLを加え、5分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液5 μ Lを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル/酢酸(100)混液(30:10:1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し、105°Cで5分間加熱するとき、 R_f 値0.6付近に紫色のスポットを認める。

乾燥減量〈5.01〉 12.0%以下。

灰分〈5.01〉 9.0%以下。

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5%以下。

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 15.0%以上。

医薬品各条の部 トコンの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

トコン

純度試験 ヒ素〈1.11〉 本品の粉末0.4 gをとり第4法により検液を調製し、試験を行う(5 ppm以下)。

医薬品各条の部 トコン末の条純度試験の項を次のように改める。

トコン末

純度試験

- (1) ヒ素 (I.II) 本品 0.4 g をとり, 第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (5 ppm 以下) .
(2) 異物 本品を鏡検 (5.0I) するとき, 石細胞群及び厚膜繊維を認めない.

医薬品各条の部 バイモの条確認試験の項の次に次の一項を加える.

バイモ

純度試験

- (1) 重金属 (I.07) 本品の粉末 3.0 g をとり, 第 3 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下) .
(2) ヒ素 (I.II) 本品の粉末 0.4 g をとり, 第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (5 ppm 以下).

医薬品各条の部 ハマボウフウの条生薬の性状の項の次に次の一項を加える.

ハマボウフウ

純度試験

- (1) 重金属 (I.07) 本品の粉末 3.0 g をとり, 第 3 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下) .
(2) ヒ素 (I.II) 本品の粉末 0.4 g をとり, 第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (5 ppm 以下).

医薬品各条の部 ハンゲの条の次に次の二条を加える.

半夏厚朴湯エキス

Hangkobokuto Extract

本品は定量するとき, 製法の項に規定した分量で製したエキス当たり, マグノロール 2 ~ 6 mg, ロスマリン酸 4 mg 以上 (ソヨウ 2 g の処方), 6 mg 以上 (ソヨウ 3 g の処方) 及び[6]-ギンゲロール 0.6 ~ 2.4 mg (ショウキョウ 1 g の処方), 0.8 ~ 3.2 mg (ショウキョウ 1.3 g の処方), 0.9 ~ 3.6 mg (ショウキョウ 1.5 g の処方) を含む.

製法 「ハンゲ」6g, 「ブクリョウ」5g, 「コウボク」3g, 「ソヨウ」2g 及び「ショウキョウ」1g 又は「ハンゲ」6g, 「ブクリョウ」5g, 「コウボク」3g, 「ソヨウ」3g 及び「ショウキョウ」1g 又は「ハンゲ」6g, 「ブクリョウ」5g, 「コウボク」3g, 「ソヨウ」2g 及び「ショウキョウ」1.3g 又は「ハンゲ」6g, 「ブクリョウ」5g, 「コウボク」3g, 「ソヨウ」2g 及び「ショウキョウ」1.5g の生薬をとり, エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする.

性状 本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで, 特異なおいがあり, 味は初め苦く, 渋く, 後に辛い.

確認試験

(1) 乾燥エキス 1.0 g (軟エキスは 3.0 g) をとり, 水 10 mL を加えて振り混ぜた後, ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる. ジエチルエーテル層を分取し, 減圧で溶媒を留去した後, 残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする. 別に薄層クロマトグラフィー用マグノロール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし, 標準溶液とする. これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする. 次に酢酸

エチル/ヘキサン混液 (1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (コウボク)。

(2) 乾燥エキス 1.0 g (軟エキスは 3.0 g) をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にメタノール 1 mL を加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ロスマリン酸 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (60:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄 (III) 試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ソヨウ)。

(3) 乾燥エキス 1.0 g (軟エキスは 3.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 [6]-ギングロール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱した後、放冷するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ショウキョウ)。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 乾燥エキス 1.0 g (軟エキスは乾燥物として 1.0 g に対応する量) をとり、エキス剤 (4) により検液を調製し、試験を行う (30 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 乾燥エキス 0.67 g (軟エキスは乾燥物として 0.67 g に対応する量) をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (3 ppm 以下)。

乾燥減量 (2.41) 乾燥エキス 11.0%以下 (1 g, 105°C, 5 時間)。

軟エキス 66.7%以下 (1 g, 105°C, 5 時間)。

灰分 (5.01) 換算した乾燥物に対し、14.0%以下。

定量法

(1) マグノロール 乾燥エキス約 0.5 g (軟エキスは乾燥物として約 0.5 g に対応する量) を精密に量り、薄めたメタノール (7→10) 50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に成分含量測定用マグノロールをデシケーター (シリカゲル) で 1 時間以上乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (7→10) に溶かして正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、薄めたメタノール (7→10) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のマグノロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{マグノロールの量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/8)$$

W_S : 成分含量測定用マグノロールの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 289 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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カゲルを充てんする。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（50：50：1）

流量：毎分 1.0 mL（マグノロールの保持時間約 15 分）

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用マグノロール及びホノキオール 1 mg ずつを薄めたメタノール（7 → 10）に溶かして 10 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ホノキオール、マグノロールの順に溶出し、その分離度は 2.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、マグノロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

(2) ロスマリン酸 乾燥エキス約 0.5 g（軟エキスは乾燥物として約 0.5 g に対応する量）を精密に量り、薄めたメタノール（7 → 10）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に成分含量測定用ロスマリン酸約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール（7 → 10）に溶かして正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のロスマリン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ロスマリン酸の量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/4)$$

W_S ：成分含量測定用ロスマリン酸の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：330 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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カゲルを充てんする。

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（800：200：1）

流量：毎分 1.0 mL（ロスマリン酸の保持時間約 11 分）

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロスマリン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロスマリン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

(3) [6]-ギンゲロール 乾燥エキス約 0.5 g（軟エキスは乾燥物として約 0.5 g に対応する量）を精密に量り、薄めたメタノール（7 → 10）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に成分含量測定用[6]-ギンゲロール約 10 mg を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液の[6]-ギンゲロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{[6]-ギンゲロールの量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/20)$$

W_S ：成分含量測定用[6]-ギンゲロールの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：282 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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カゲルを充てんする。

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（620：380：1）

流量：毎分 1.0 mL（[6]-ギンゲロールの保持時間約 15 分）

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、[6]-ギンゲロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、[6]-ギンゲロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である。

貯 法 容器 気密容器。

ビヤクゴウ

Lilium Bulb

LILII BULBUS

百合

本品はオニユリ *Lilium lancifolium* Thunberg, ハカタユリ *Lilium brownii* F. E. Brown var. *colchesteri* Wilson, *Lilium brownii* F. E. Brown 又は *Lilium pumilum* De Candolle (*Liliaceae*) のりん片葉を、通例、蒸したものである。

生薬の性状 本品は頂端の細まった長だ円形、ひ針形又は長三角形の舟形を呈し、半透明で長さ 1.3 ~ 6 cm、幅 0.5 ~ 2.0 cm である。外面は乳白色～淡黄褐色、ときに紫色を帯び、ほぼ平滑である。中央部はやや厚く、周辺部は薄くてわずかに波状、ときに内巻に曲がる。数条の縦に平行な維管束が、通例、透けて見える。質は堅いが折りやすく、折面は角質ようで滑らかである。

本品はにおいがなく、わずかに酸味及び苦味がある。

本品の表面を鏡検〈5.01〉するとき、表皮細胞は長方形からほぼ正方形、気孔は類円形、気孔に接する細胞は多くは 4 個である。本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、最外層は滑らかなクチクラで被われた表皮細胞からなり、その下には円形から四角形の柔細胞が等しく分布し、柵状組織は認められない。葉肉の柔組織中には、りん片葉の向軸側から背軸側へ縦長に伸びる並列維管束が、ほぼ横一列に並ぶ。柔細胞に含まれるでんぷん粒は、通例、糊化している。

確認試験 本品の粉末 3 g に 1-ブタノール 10 mL を加えて振り混ぜ、水 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。この液の溶媒を減圧下で留去し、残留物にメタノール 1 mL を加え、静かに振り混ぜた後、上澄液を試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液（12 : 2 : 1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、 R_f 値 0.3 付近に 2 つのスポットを認める。また、これに炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧した後、紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、これらのスポットは青紫色の蛍光を発する。

乾燥減量 〈5.01〉 16.0%以下。

灰 分 〈5.01〉 4.5%以下。

エキス含量 〈5.01〉 希エタノールエキス 8.0%以上。

医薬品各条の部 ビヤクシの条純度試験の項を次のように改める。

ビヤクシ

純度試験

- (1) 葉しょう 本品は葉しょう 3.0% 以上を含まない。
- (2) 重金属 (1.07) 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 (1.11) 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。
- (4) 異物 (5.01) 本品は葉しょう以外の異物 1.0% 以上を含まない。

医薬品各条の部 バクジュツの条純度試験の項を次のように改める。

バクジュツ

純度試験

- (1) ヒ素 (1.11) 本品の粉末 0.4 g をとり第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。
- (2) ソウジュツ 本品の粉末 2.0g をとり、ヘキサン 5mL を正確に加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (7:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、100°C で 5 分間加熱するとき、 R_f 値 0.3 ~ 0.6 に緑色~灰緑色のスポットを認めない。

医薬品各条の部 バクジュツ末の条純度試験の項を次のように改める。

バクジュツ末

純度試験

- (1) ヒ素 (1.11) 本品 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。
- (2) ソウジュツ 本品 2.0 g をとり、ヘキサン 5 mL を正確に加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (7:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、100°C で 5 分間加熱するとき、 R_f 値 0.3 ~ 0.6 に緑色~灰緑色のスポットを認めない。

医薬品各条の部 ブシの条純度試験の項を次のように改める。

ブシ

純度試験

- (1) 重金属 (1.07) 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 (1.11) 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。
- (3) ブシジエステルアルカロイド (アコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチン) 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、水 3.0 mL を加えてよく振り混ぜた後、アンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物はアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。全抽出液を合わせ、40°C 以下で溶媒を減圧留去した後、残留物にブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) 10 mL を正確に加えて溶か

し、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンに対応する各ピーク高さ、 H_{TA} 及び H_{SA} 、 H_{TJ} 及び H_{SJ} 、 H_{TH} 及び H_{SH} 、 H_{TM} 及び H_{SM} を測定する。次式により換算した生薬の乾燥物 1 g に対し、アコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンの量を求めるとき、それぞれ 60 μg 以下、60 μg 以下、280 μg 以下及び 140 μg 以下で、更にこれら 4 成分の総量は 450 μg 以下である。

$$\text{アコニチン (C}_{34}\text{H}_{47}\text{NO}_{11}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = (C_{SA}/W) \times (H_{TA}/H_{SA}) \times 10$$

$$\text{ジェサコニチン (C}_{35}\text{H}_{49}\text{NO}_{12}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = (C_{SJ}/W) \times (H_{TJ}/H_{SJ}) \times 10$$

$$\text{ヒパコニチン (C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{10}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = (C_{SH}/W) \times (H_{TH}/H_{SH}) \times 10$$

$$\text{メサコニチン (C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{11}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = (C_{SM}/W) \times (H_{TM}/H_{SM}) \times 10$$

C_{SA} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用アコニチンの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

C_{SJ} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ジェサコニチンの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

C_{SH} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ヒパコニチンの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

C_{SM} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用メサコニチンの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

W : 乾燥物に換算した本品の秤取量 (g)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：アコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンは 231 nm、ジェサコニチンは 254 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm 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カゲルを充てんする。

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液（183：17）

流量：メサコニチンの保持時間が約 31 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μL につき、検出器の測定波長を 254 nm とし、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒパコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 1 mL をとり、ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて 10 mL とする。この液 20 μL につき、検出器の測定波長を 231 nm とし、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は 1.5% 以下である。

医薬品各条の部 ブシ末の条純度試験の項を次のように改める。

ブシ末

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

(3) ブシジエステルアルカロイド (アコニチン, ジェサコニチン, ヒパコニチン及びメサコニチン) 本品約 0.5 g を精密に量り, 共栓遠心沈殿管に入れ, 水 3.0 mL を加えてよく振り混ぜた後, アンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ, 遠心分離し, 上澄液を分取する. 残留物はアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて, 更にこの操作を 2 回行う. 全抽出液を合わせ 40°C 以下で溶媒を減圧留去した後, 残留物にブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) 10 mL を正確に加えて溶かし, この液を遠心分離し, 上澄液を試料溶液とする. 試料溶液及び純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, それぞれの液のアコニチン, ジェサコニチン, ヒパコニチン及びメサコニチンに対応する各ピーク高さ, H_{TA} 及び H_{SA} , H_{TJ} 及び H_{SJ} , H_{TH} 及び H_{SH} , H_{TM} 及び H_{SM} を測定する. 次式により換算した生薬の乾燥物 1 g に対し, アコニチン, ジェサコニチン, ヒパコニチン及びメサコニチンの量を求めるとき, それぞれ 55 μ g 以下, 40 μ g 以下, 55 μ g 以下及び 120 μ g 以下で, 更にこれら 4 成分の総量は 230 μ g 以下である.

$$\text{アコニチン (C}_{34}\text{H}_{47}\text{NO}_{11}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = (C_{SA}/W) \times (H_{TA}/H_{SA}) \times 10$$

$$\text{ジェサコニチン (C}_{35}\text{H}_{49}\text{NO}_{12}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = (C_{SJ}/W) \times (H_{TJ}/H_{SJ}) \times 10$$

$$\text{ヒパコニチン (C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{10}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = (C_{SH}/W) \times (H_{TH}/H_{SH}) \times 10$$

$$\text{メサコニチン (C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{11}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = (C_{SM}/W) \times (H_{TM}/H_{SM}) \times 10$$

C_{SA} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用アコニチンの濃度 (μ g/mL)

C_{SJ} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ジェサコニチンの濃度 (μ g/mL)

C_{SH} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ヒパコニチンの濃度 (μ g/mL)

C_{SM} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用メサコニチンの濃度 (μ g/mL)

W : 乾燥物に換算した本品の秤取量 (g)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: アコニチン, ヒパコニチン及びメサコニチンは 231 nm, ジェサコニチンは 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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カゲルを充てんする.

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (183:17)

流量: メサコニチンの保持時間が約 31 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能: 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μ L につき, 検出器の測定波長を 254 nm とし, 上記の条件で操作するとき, メサコニチン, ヒパコニチン, アコニチン, ジェサコニチンの順に溶出し, それぞれの分離度は 1.5 以上である.

システムの再現性: 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 1 mL をとり, ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて 10 mL とする. この液 20 μ L につき, 検出器の測定波長を 231 nm とし, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は 1.5% 以下である.