

医薬品各条の部 ベラドンナエキスの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ベラドンナエキス

純度試験 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g 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)。

医薬品各条の部 ボウコンの条純度試験の項を次のように改める。

ボウコン

純度試験

- (1) 細根及びりん片葉 本品は細根及びりん片葉 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〉 本品は細根及びりん片葉以外の異物 1.0%以上を含まない。

医薬品各条の部 ボウフウの条純度試験の項を次のように改める。

ボウフウ

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)。
- (3) 異物〈5.01〉 本品は茎及びその他の異物 2.0%以上を含まない。

医薬品各条の部 補中益気湯エキスの条製法の項、性状の項、確認試験の項、純度試験の項、乾燥減量の項、灰分の項、定量法の項及び貯法の項を次のように改める。

補中益気湯エキス

製法 「ニンジン」4 g, 「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」4 g, 「オウギ」4 g, 「トウキ」3 g, 「チンピ」2 g, 「タイソウ」2 g, 「サイコ」2 g, 「カンゾウ」1.5 g, 「ショウキョウ」0.5 g 及び「ショウマ」1 g, 又は「ニンジン」4 g, 「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」4 g, 「オウギ」4 g, 「トウキ」3 g, 「チンピ」2 g, 「タイソウ」2 g, 「サイコ」1 g, 「カンゾウ」1.5 g, 「ショウキョウ」0.5 g 及び「ショウマ」0.5 g, 又は「ニンジン」4 g, 「ビャクジュツ」4 g, 「オウギ」3 g, 「トウキ」3 g, 「チンピ」2 g, 「タイソウ」2 g, 「サイコ」2 g, 「カンゾウ」1.5 g, 「ショウキョウ」0.5 g 及び「ショウマ」1 g, 又は「ニンジン」4 g, 「ビャクジュツ」4 g, 「オウギ」4 g, 「トウキ」3 g, 「チンピ」2 g, 「タイソウ」2 g, 「サイコ」1 g, 「カンゾウ」1.5 g, 「カンキョウ」0.5 g 及び「ショウマ」0.5 g 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、わずかににおいがあり、味は甘く、苦い。

確認試験

(1) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 50 mL を加えて振り混ぜる。1-ブタノール層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にメタノール 3 mL を加えて試料溶液とする。別にギンセノシド R_b 標準品 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/1-プロパノール/水/酢酸 (100) 混液 (7 : 5 : 4 : 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、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ニンジン)。

(2) (ビャクジュツ配合処方) 乾燥エキス 3.0 g (軟エキスは 9.0 g) をとり、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 50 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 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アトラクチレノリド III 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 5 μ L 及び標準溶液 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 1-ナフトール・硫酸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、標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ビャクジュツ)。

(3) (ソウジュツ配合処方) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ヘキサン 25 mL を加えて振り混ぜる。ヘキサン層を分取し、無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後、ろ過する。減圧でろ液の溶媒を留去した後、残留物にヘキサン 2 mL を加えて試料溶液とし、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 20 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。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、R_f 値 0.4 付近に暗紫色のスポットを認める。また、このスポットは、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、帯緑褐色を呈する (ソウジュツ)。

(4) 乾燥エキス 3.0 g (軟エキスは 9.0 g) をとり、水酸化カリウム・メタノール溶液 (1 → 50) 40 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取し、減圧で溶媒を留去する。残留物に水 30 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、水層を分取し、1-ブタノール 20 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール層を分取する。1-ブタノール層に水 20 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール層を分取し、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アストラガロシド IV 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オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/水/1-ブタノール/酢酸 (100) 混液 (60 : 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 (オウギ)。

(5) 乾燥エキス 3.0 g (軟エキスは 9.0 g) をとり、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 50 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 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(Z)-リグスチリド 1 mg をメタノール 10 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/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 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白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい (トウキ)。

(6) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 50 mL を加え

て振り混ぜる。1-ブタノール層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にメタノール 3 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ヘスペリジン 1 mg をメタノール 2 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 2 μ L 及び標準溶液 20 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。次に酢酸エチル/アセトン/水/酢酸 (100) 混液 (10:6:3:1) 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 2,6-ジブromo-N-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン試液を均等に噴霧し、アンモニアガス中に放置するとき、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色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (チンピ)。

(7) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 50 mL を加えて振り混ぜる。1-ブタノール層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にメタノール 3 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サイコサポニン b_2 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 5 μ L 及び標準溶液 2 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。次に酢酸エチル/エタノール (99.5) /水混液 (8:2:1) 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 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド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、標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (サイコ)。

(8) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 50 mL を加えて振り混ぜる。1-ブタノール層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にメタノール 3 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リクイリチン 1 mg をとり、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/メタノール/水混液 (20:3:2) 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°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、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (カンゾウ)。

(9) (ショウキョウ配合処方) 乾燥エキス 3.0 g (軟エキスは 9.0 g) をとり、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 50 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 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[6]-ギンゲロール 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)。

(10) (カンキョウ配合処方) 乾燥エキス 10 g (軟エキスは 30 g) をとり、300 mL の硬質ガラスフラスコに入れ、水 100 mL 及びシリコン樹脂 1 mL を加えた後、精油定量器を装着し、定量器の上端に還流冷却器を付け、加熱し、沸騰させる。定量器の目盛り管には、あらかじめ水を基準線まで入れ、ヘキサン 2 mL を加える。1 時間加熱還流した後、ヘキサン層をとり、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用[6]-ショーガオール 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 60 μ L 及び標準溶液 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。次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液 (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 (カンキョウ)。

(11) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 50 mL を加えて振り混ぜる。1-ブタノール層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にメタノール 3 mL を加えて試料溶液とする。薄層クロマトグラフィー用 3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(E)-プロペン酸・(E)-フェルラ酸混

合試液を標準溶液とする。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 5 μL 及び標準溶液 2 μL 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/アセトン/水混液 (20 : 12 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧し、105°C 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、標準溶液から得た黄色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい (ショウマ)。

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 11.5% 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 9.0% 以下。

定量法

(1) ヘスペリジン 乾燥エキス約 0.1 g (軟エキスは乾燥物として約 0.1 g に対応する量) を精密に量り、薄めたテトラヒドロフラン (1 → 4) 50 mL を正確に加えて 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。別に成分含量測定用ヘスペリジンをデシケーター (シリカゲル) で 24 時間以上乾燥し、その約 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 10 mL を正確に量り、薄めたテトラヒドロフラン (1 → 4) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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、それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ヘスペリジンの量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$$

W_S : 成分含量測定用ヘスペリジンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 285 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: 水/アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (82 : 18 : 1)

流量: 毎分 1.0 mL (ヘスペリジンの保持時間約 15 分)

システム適合性

システムの性能: 成分含量測定用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン 1 mg を薄めたメタノール (1 → 2) に溶かして 100 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、ナリンギン、ヘスペリジンの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

(2) サイコサポニン b_2 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 (1 → 2) 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サイコサポニン b_2 をデシケーター (シリカゲル) で 24 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 (1 → 2) に溶かして正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、薄めたメタノール (1

→ 2) を加えて正確に 100 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、それぞれの液のサイコサポニン b_2 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{サイコサポニン } b_2 \text{ の量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$$

W_S : 成分含量測定用サイコサポニン b_2 の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 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: 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液 (5 : 3)

流量: 毎分 1.0 mL (サイコサポニン b_2 の保持時間約 12 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、サイコサポニン b_2 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、サイコサポニン b_2 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(3) グリチルリチン酸 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 (1 → 2) 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。別にグリチルリチン酸標準品 (別途水分を測定しておく) 約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (1 → 2) に溶かして正確に 100 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、それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{グリチルリチン酸 (C}_{42}\text{H}_{62}\text{O}_{16}) \text{ の量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$$

W_S : 脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 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: 薄めた酢酸 (31) (1 → 15) /アセトニトリル混液 (13 : 7)

流量: 毎分 1.0 mL (グリチルリチン酸の保持時間約 12 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、グリチルリチ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、グリチルリチン酸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。

医薬品各条の部 ホミカエキスの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ホミカエキス

純度試験 重金属 (1.07) 本品 1.0 g 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)。

医薬品各条の部 モッコウの条純度試験の項を次のように改める。

モッコウ

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) 異物 本品の横断面にヨウ素試液を滴加するとき、青紫色を呈しない。

医薬品各条の部 ヤクモソウの条の次に次の一条を加える。

ヤクモソウ

Leonurus Herb

LEONURI HERBA

益母草

本品はメハジキ *Leonurus japonicus* Houttuyn 又は *Leonurus sibiricus* Linné (*Labiatae*) の花期の地上部である。

生薬の性状 本品は茎、葉及び花からなり、通例、横切したもの。茎は方柱形で、径 0.2 ~ 3 cm、黄緑色~緑褐色を呈し、白色の短毛を密生する。髄は白色で断面中央部の多くを占める。質は軽い。葉は対生し、有柄で 3 全裂 ~ 3 深裂し、裂片は羽状に裂け、終裂片は線状ひ針形で鋭頭、又は鋭尖頭、上面は淡緑色を呈し、下面は白色の短毛を密生し、灰緑色を呈する。花は輪生し、がくは筒状で上端は針状に 5 裂し、淡緑色~淡緑褐色、花冠は唇形で淡赤紫色~淡褐色を呈する。

本品はわずかににおいがあり、味はわずかに苦く、収れん性である。

本品の茎の横切片を鏡検 (5.01) するとき、四稜を認め、*Leonurus sibiricus* Linné の稜は一部がこぶ状に突出する。表皮には、1 ~ 3 細胞からなる非腺毛、頭部が 1 ~ 4 細胞からなる腺毛及び 8 細胞からなる腺鱗が認められる。稜部では表皮下に厚角組織が発達し、木部繊維の発達が著しい。皮層は数層の柔細胞からなる。維管束は並立維管束で、ほぼ環状に配列する。師部の外側には師部繊維を認める。皮層及び髄中の柔細胞にシュウ酸カルシウムの針晶又は板状晶が認められる。

確認試験 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。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。次に水/メタノール混液 (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。これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、直ちに亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、 R_f 値 0.5 付近に灰褐色のスポットを認める。このスポットは、風乾するとき、直ちに退色し、後に消失する。

乾燥減量 (5.01) 12.0%以下。

灰分 (5.01) 10.0%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 12.0%以上。

医薬品各条の部 リュウタンの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

リュウタン

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 リュウタン末の条純度試験の項を次のように改める。

リュウタン末

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)。
- (3) 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき、通例、石細胞又は繊維を認めない。また、でんぷん粒は認めないか、又は認めることがあっても、極めてわずかである。

医薬品各条の部 リョウキョウの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

リョウキョウ

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 苓桂朮甘湯エキスの条製法の項、性状の項、確認試験の項、純度試験の項、乾燥減量の項、灰分の項、定量法の項及び貯法の項を次のように改める。

苓桂朮甘湯エキス

製法 「ブクリョウ」6 g, 「ケイヒ」4 g, 「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」3 g 及び「カンゾウ」2 g 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 本品は褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで、においがあり、味は甘く、後に苦い。

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(E)-ケイ皮酸 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（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル/ギ酸/水混液（60：40：4：1）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、標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ケイヒ）。

(2) (ビャクジュツ配合処方) 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アトラクチレノリドⅢ 1 mg をメタノール 2 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/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。これに希硫酸を均等に噴霧し、105°C 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、標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（ビャクジュツ）。

(3) (ソウジュツ配合処方) 乾燥エキス 2.0 g（軟エキスは 6.0 g）をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ヘキサン 25 mL を加えて振り混ぜる。ヘキサン層を分取し、無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後、ろ過する。減圧でろ液の溶媒を留去した後、残留物にヘキサン 2 mL を加えて試料溶液とし、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 20 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。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、 R_f 値 0.4 付近に暗紫色のスポットを認める。また、このスポットは、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、帯緑褐色を呈する（ソウジュツ）。

(4) 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、1-ブタノール 10 mL を加えて振り混ぜ、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リクイリチン 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/メタノール/水混液（20：3：2）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°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、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（カンゾウ）。

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 8.5%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 8.0%以下。

定量法

(1) (E)-ケイ皮酸 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。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（1 → 2）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(E)-ケイ皮酸をデシケーター（シリカゲル）で 24

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 (1 → 2) に溶かして正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 100 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(E)-ケイ皮酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$(E)\text{-ケイ皮酸の量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$$

W_S : 成分含量測定用(E)-ケイ皮酸の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 273 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: 水/アセトニトリル/リン酸混液 (750 : 250 : 1)

流量: 毎分 1.0 mL [(E)-ケイ皮酸の保持時間約 12 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、(E)-ケイ皮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、(E)-ケイ皮酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(2) グリチルリチン酸 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 (1 → 2) 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。別にグリチルリチン酸標準品 (別途水分を測定しておく) 約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (1 → 2) に溶かして正確に 100 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、それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{グリチルリチン酸 (C}_{42}\text{H}_{62}\text{O}_{16}) \text{ の量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$$

W_S : 脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 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: 薄めた酢酸 (31) (1 → 15) / アセトニトリル混液 (13 : 7)

流量: 毎分 1.0 mL (グリチルリチン酸の保持時間約 12 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、グリチルリチ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、グリチルリチン酸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。

医薬品各条の部 ロートコンの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ロートコン

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

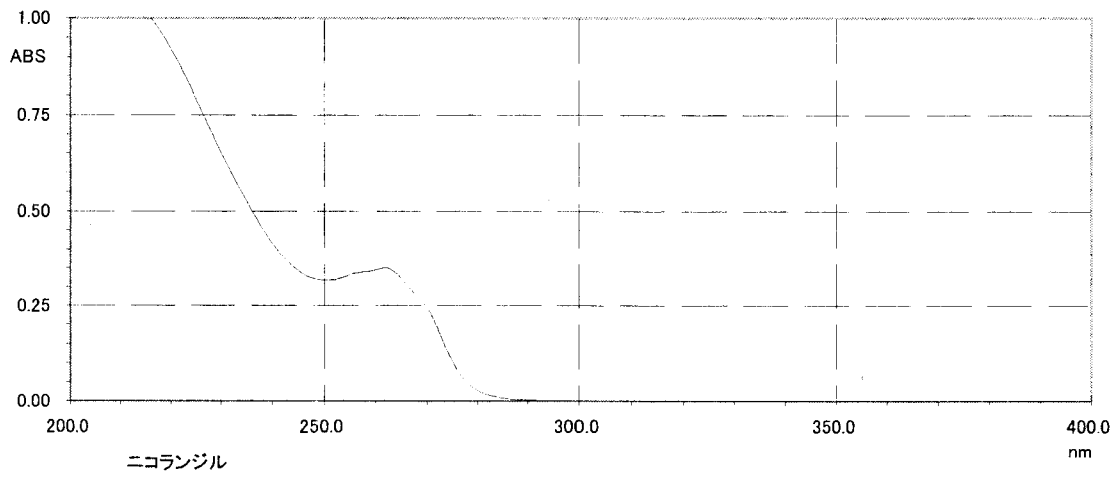
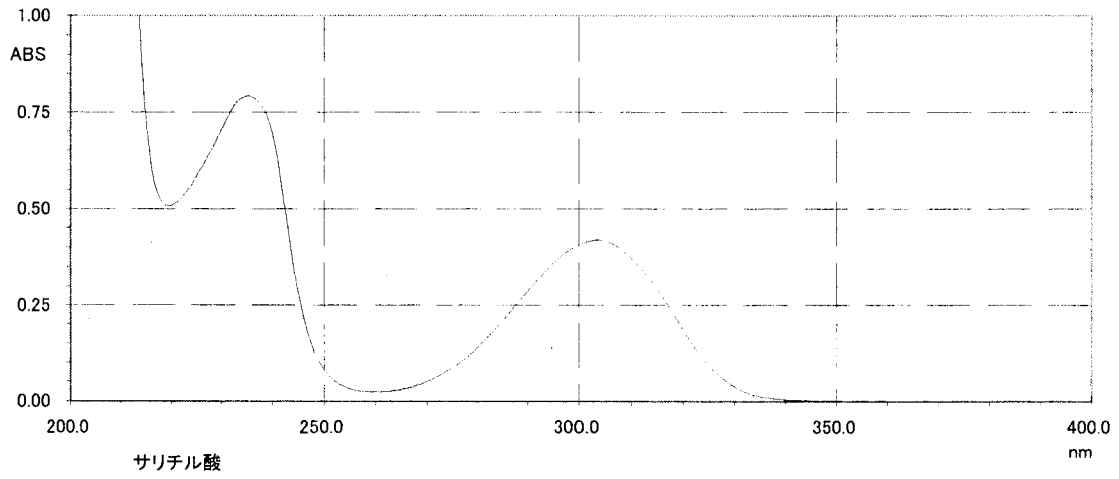
医薬品各条の部 ロートエキスの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ロートエキス

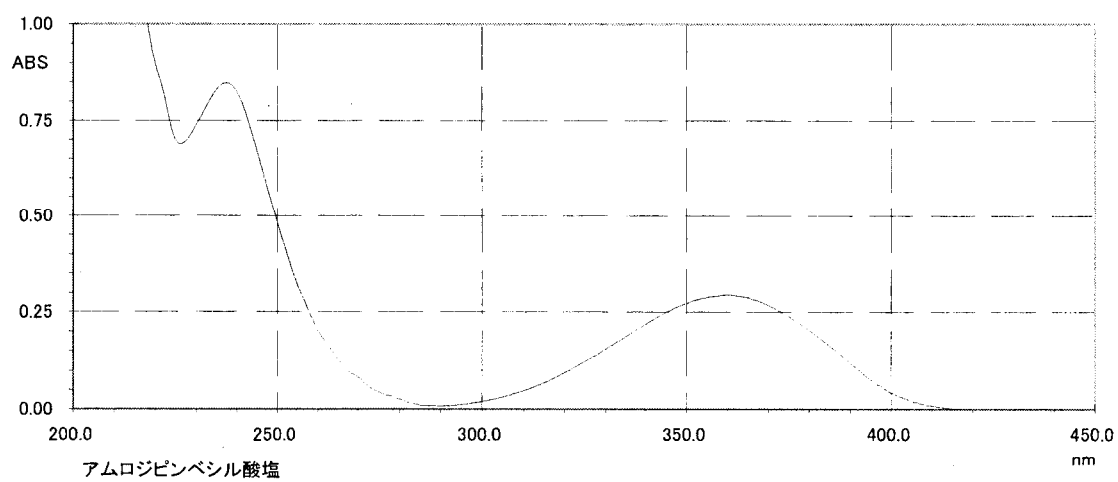
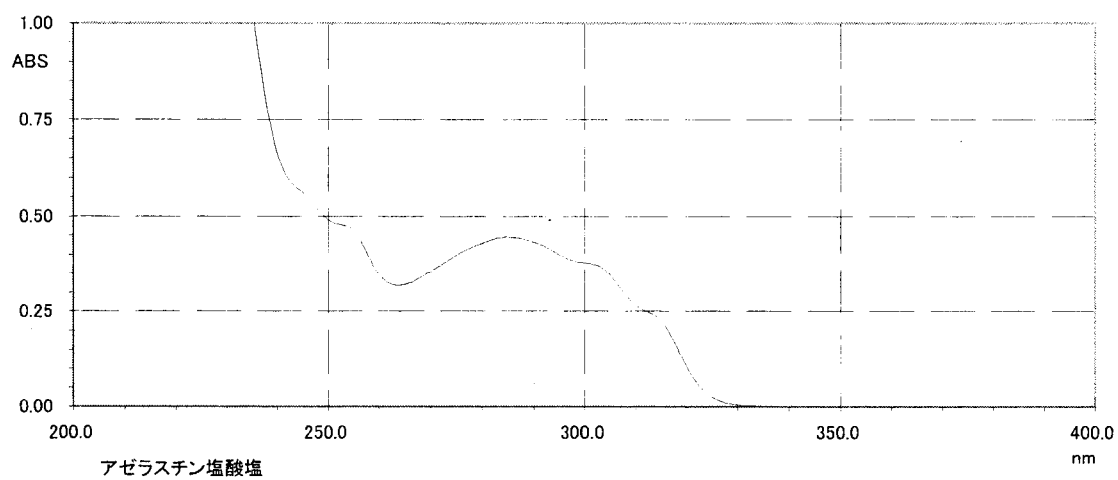
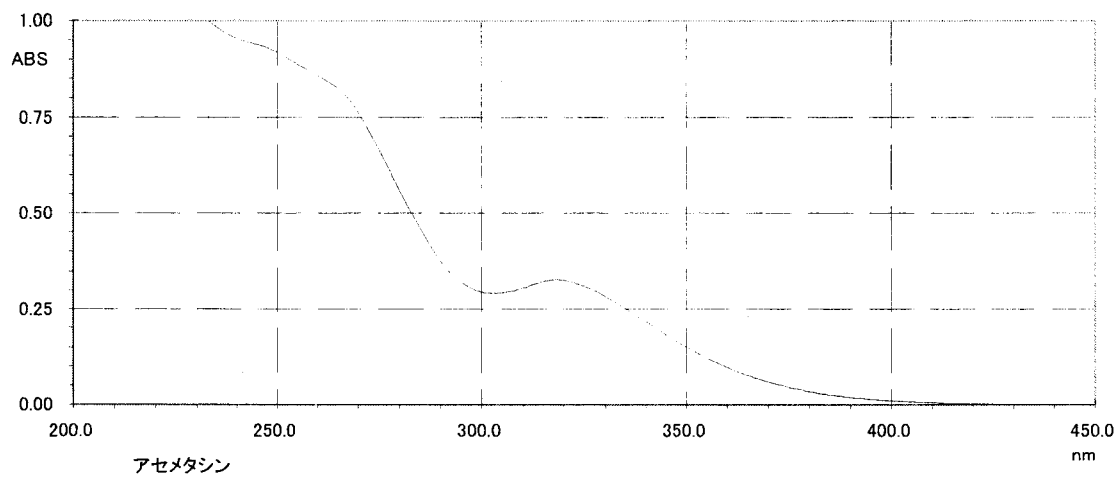
純度試験 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり、エキス剤（4）により検液を調製し、試験を行う（30 ppm以下）。

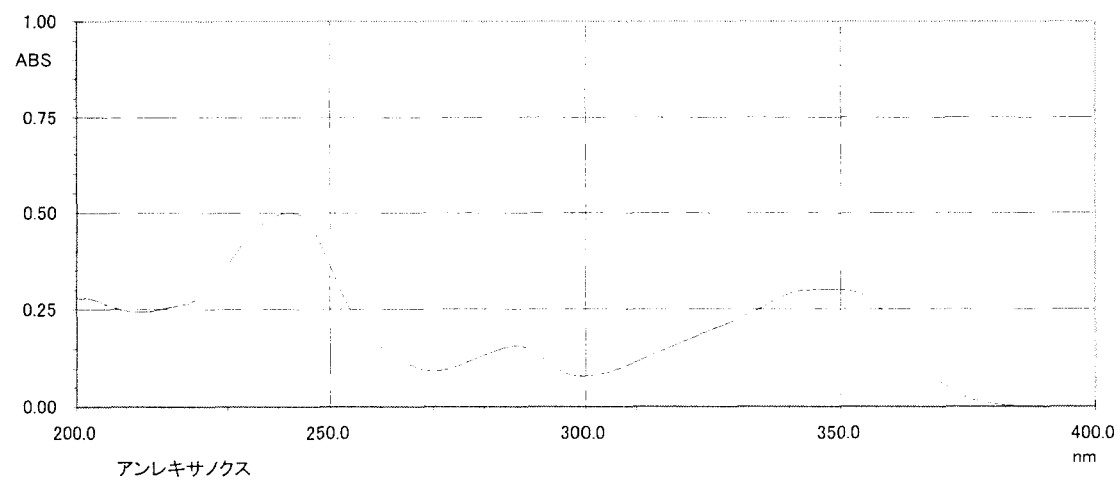
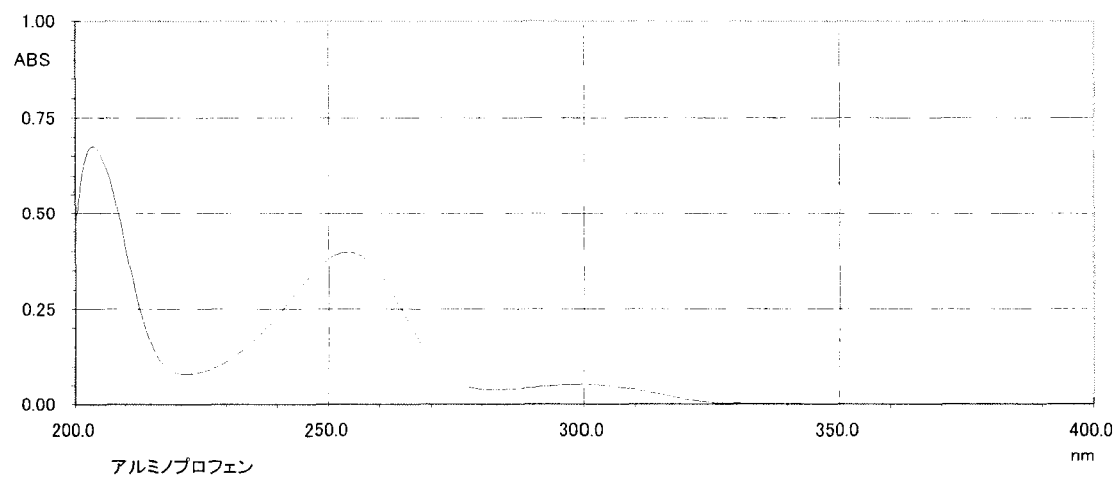
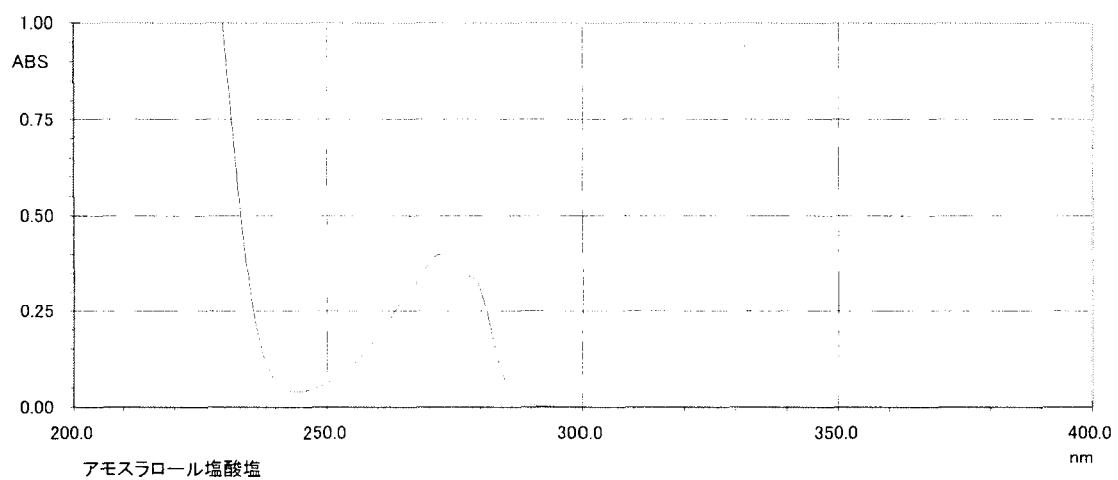
参照紫外可視吸収スペクトル 改正事項

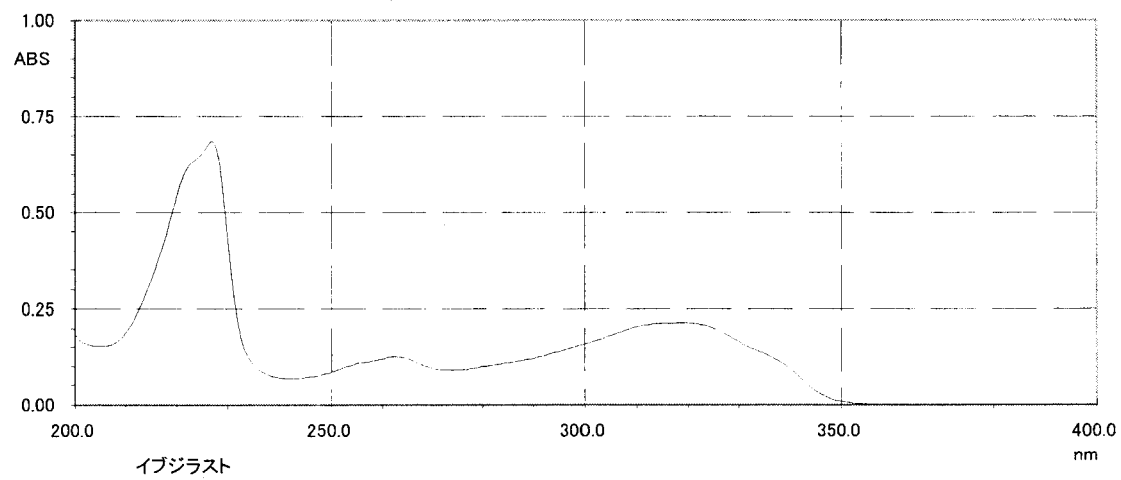
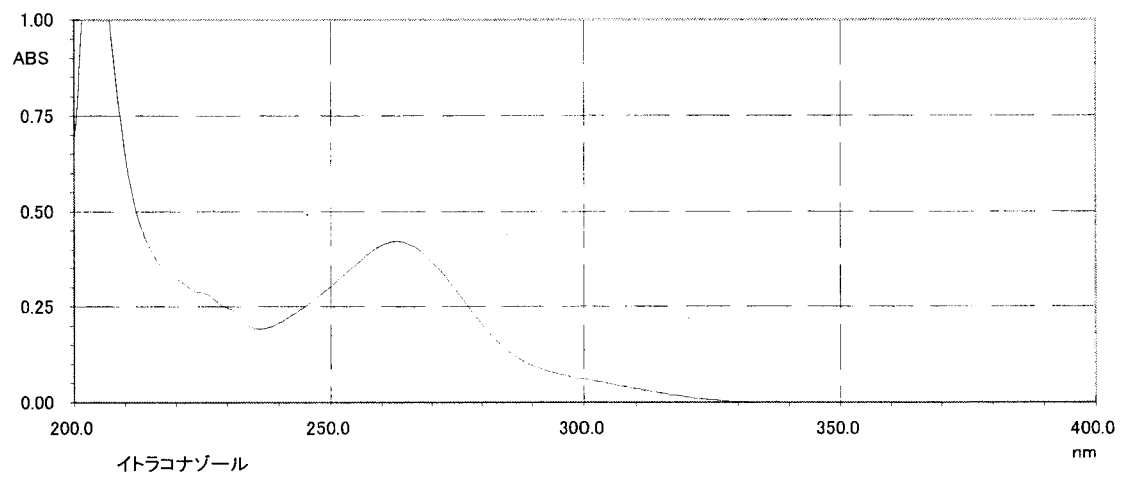
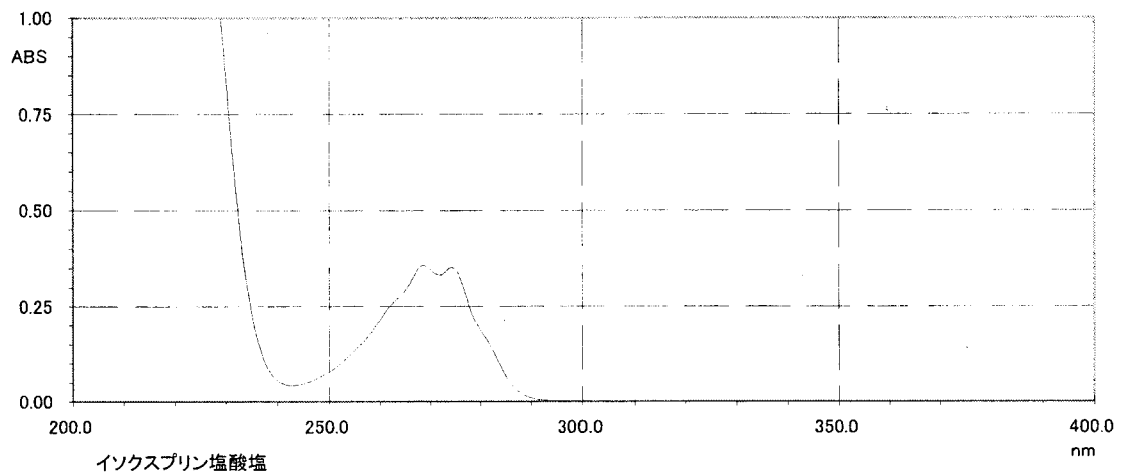
参照紫外可視吸収スペクトルの部 スルフィンピラゾンの条及びツボクラリン塩化物塩酸塩水和物の条を削り、サリチル酸の条及びニコランジルの条を次のように改める。

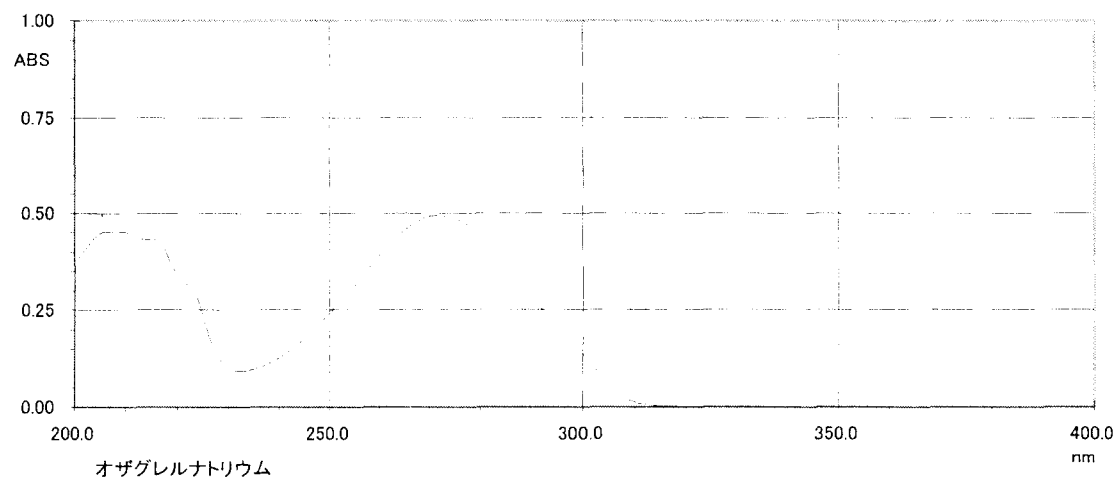
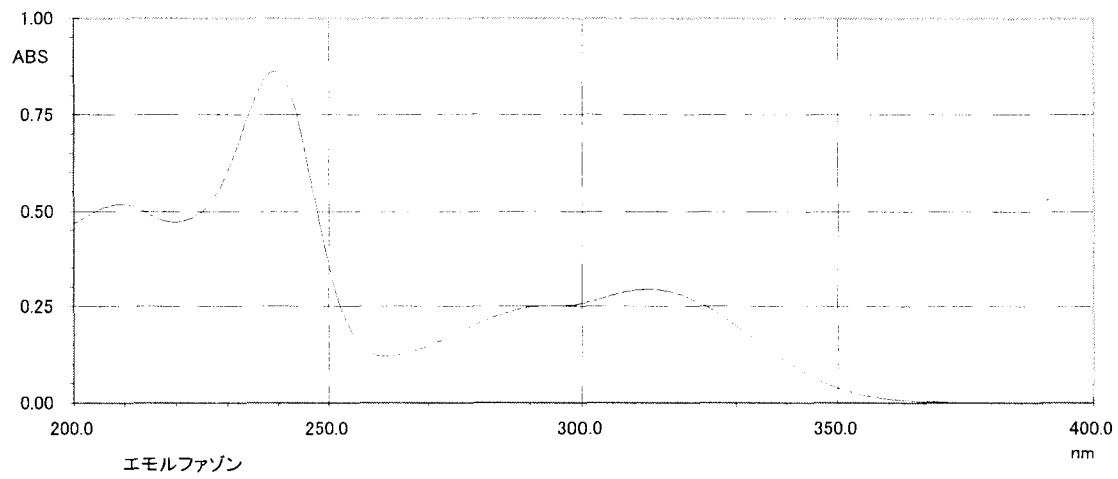
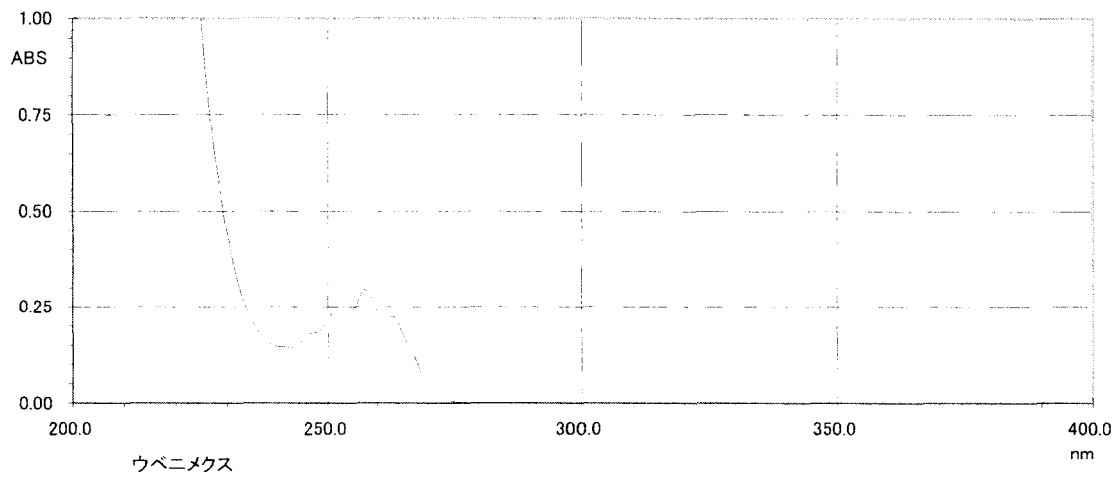


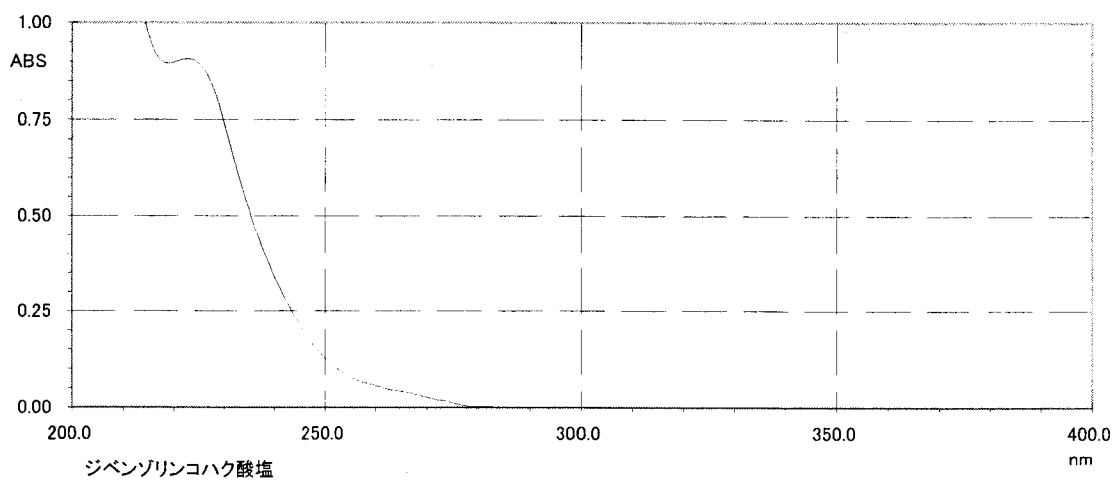
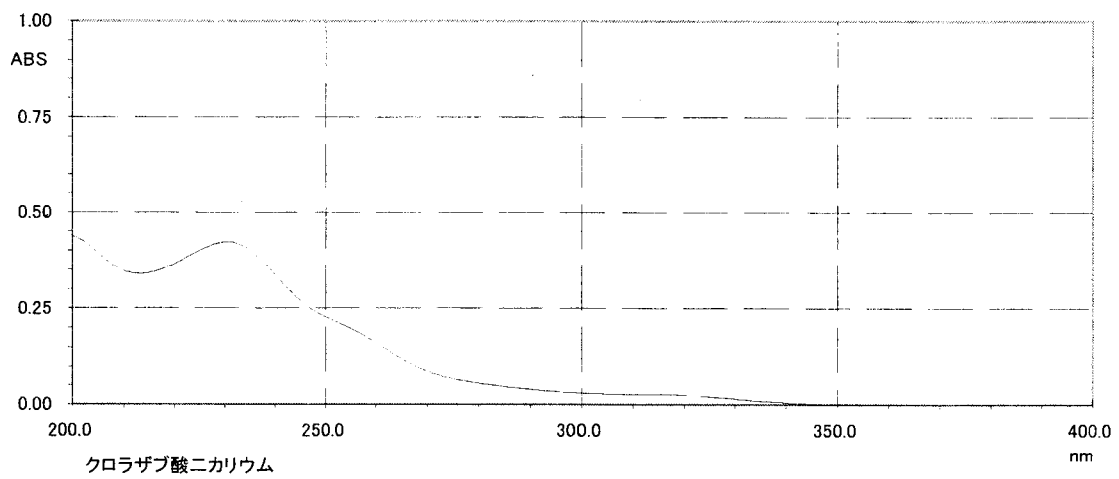
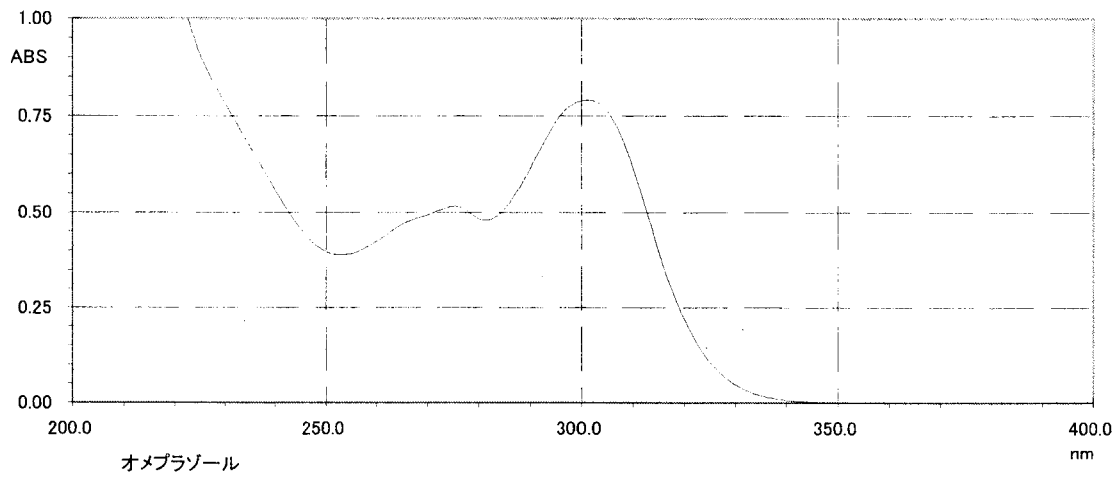
参照紫外可視吸収スペクトルの部に次の二十八条を加える。

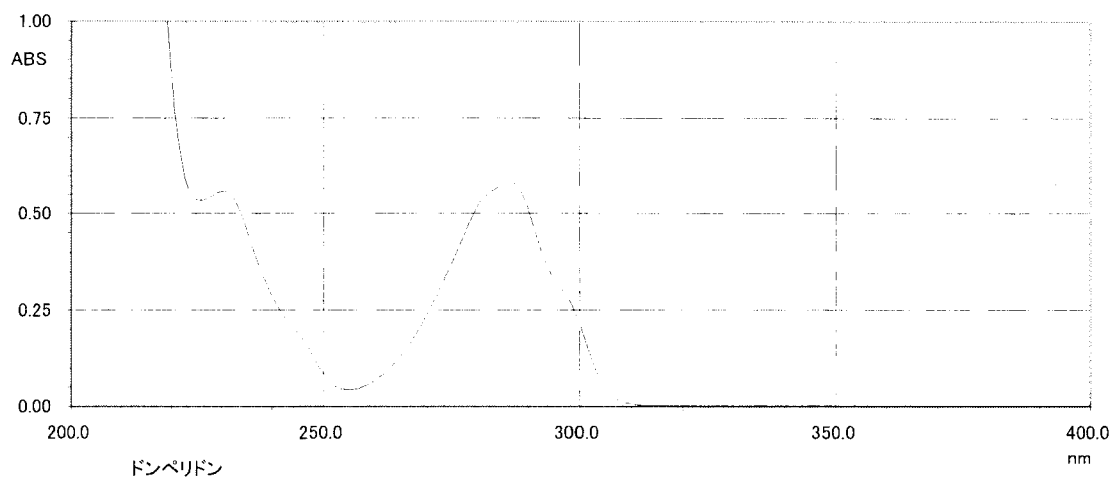
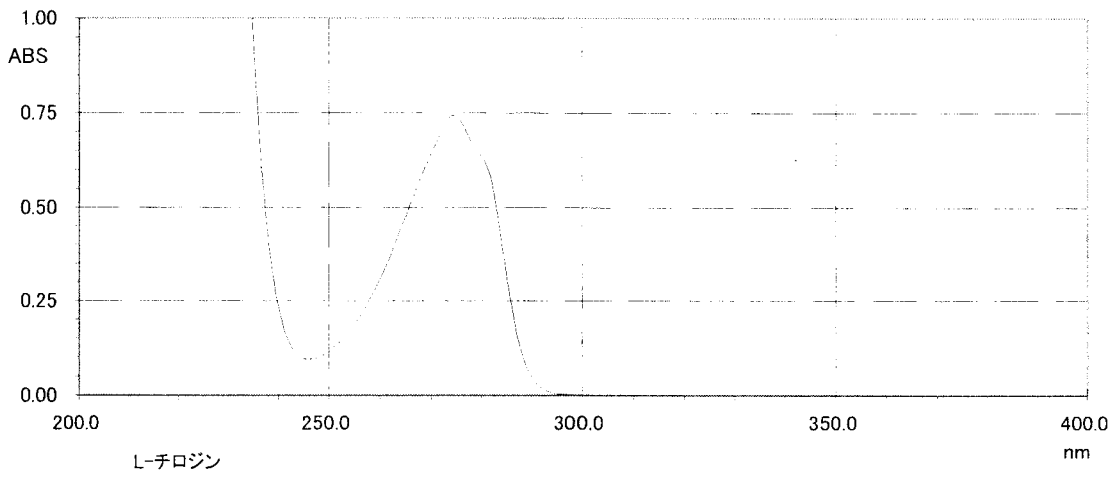
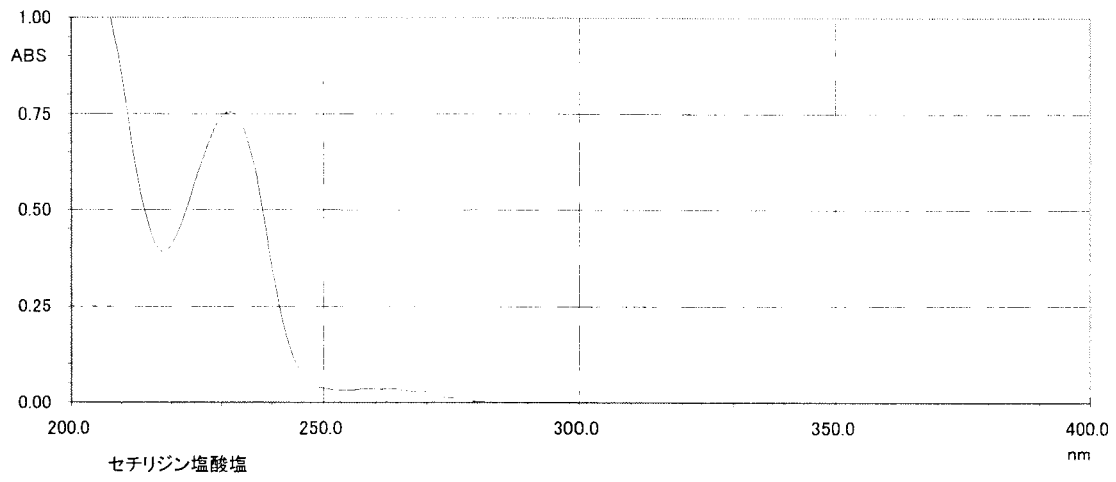


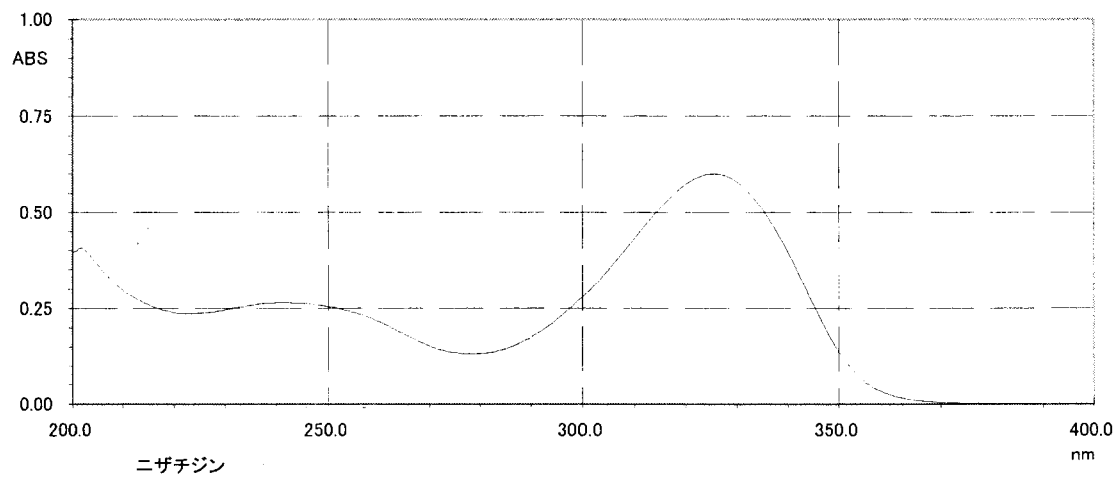
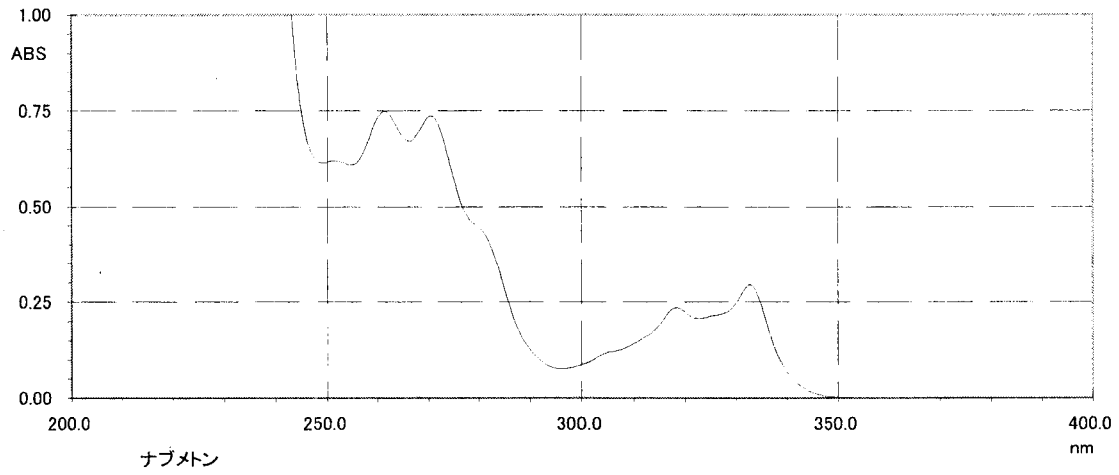
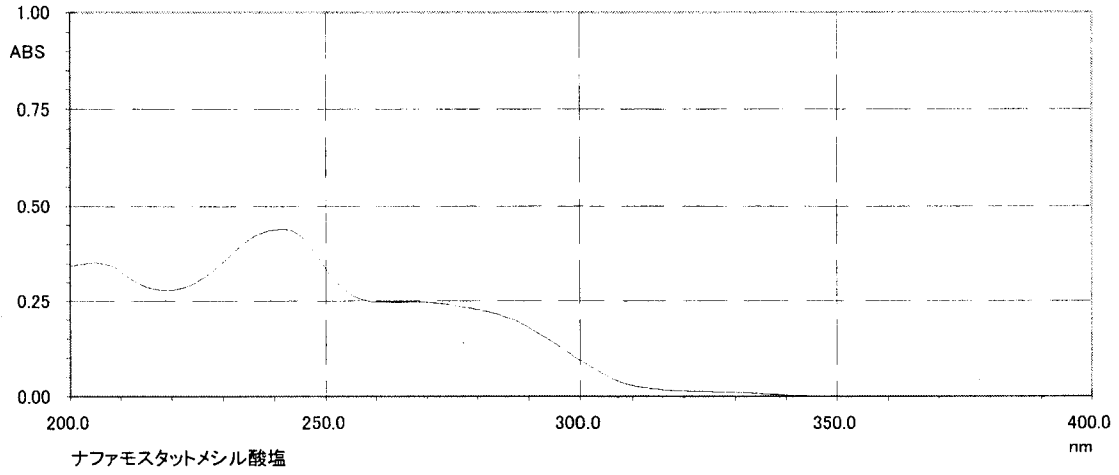


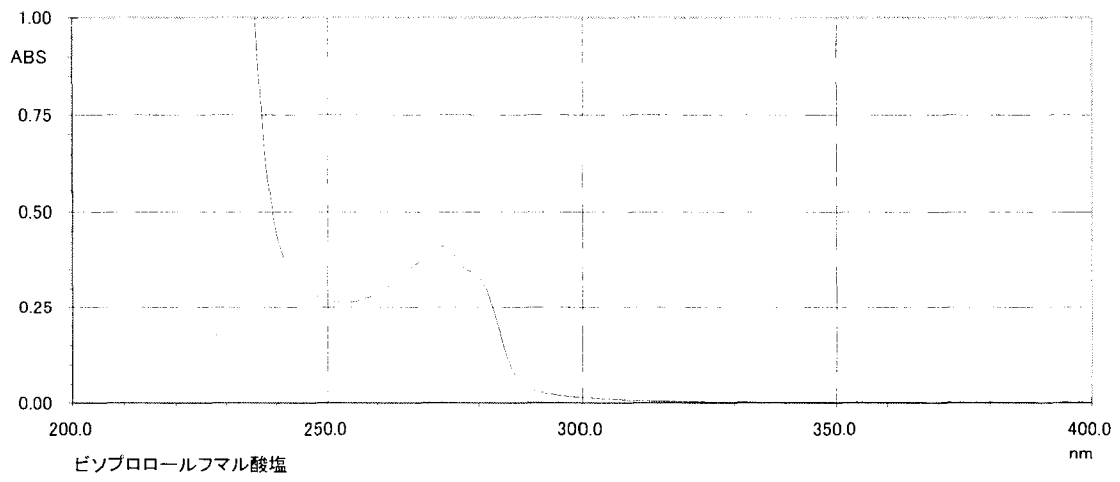




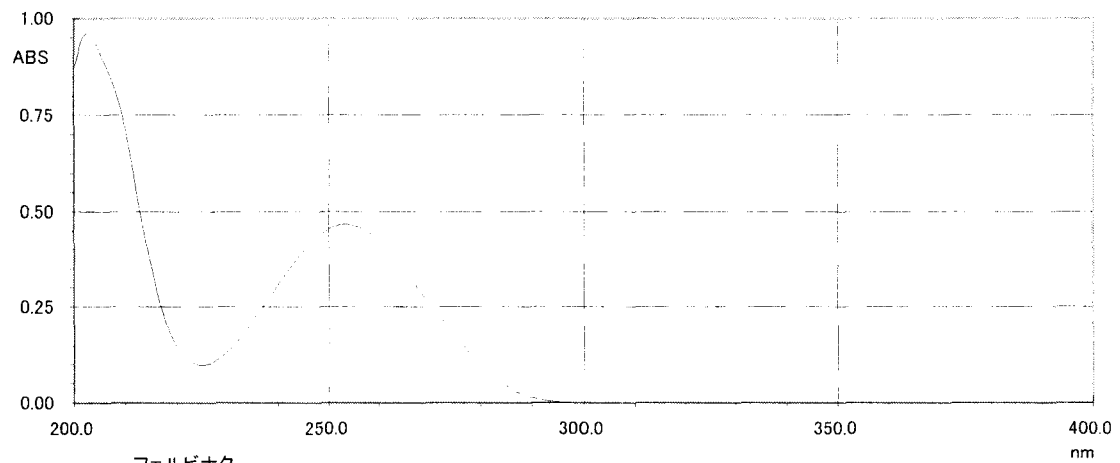




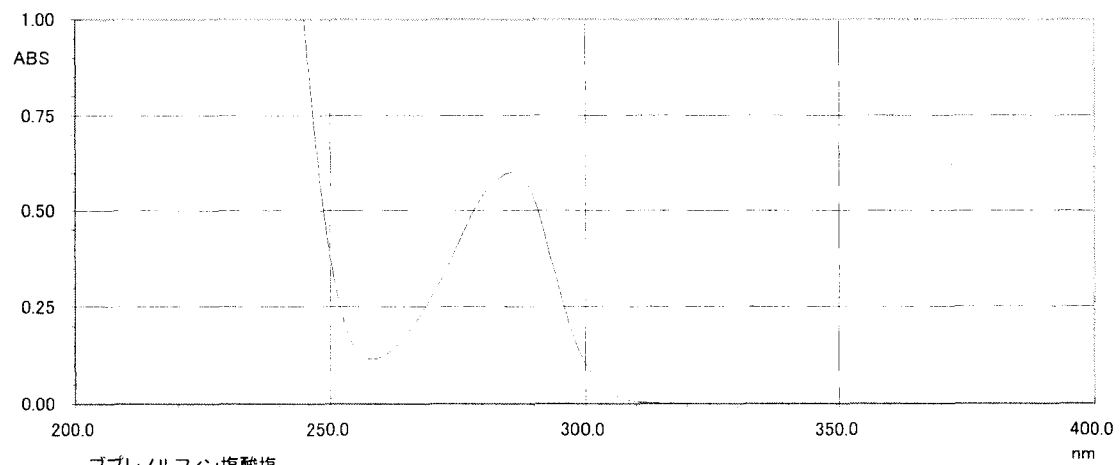




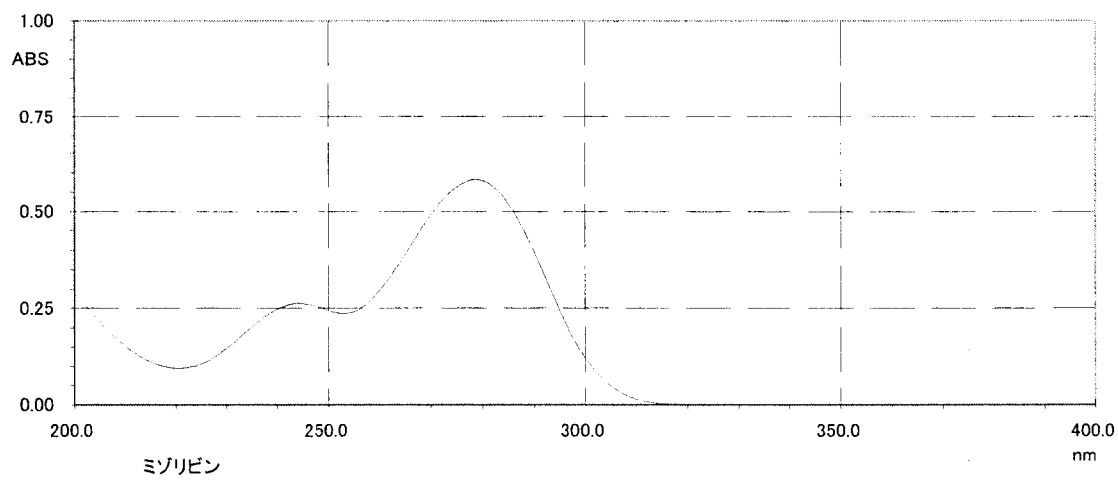
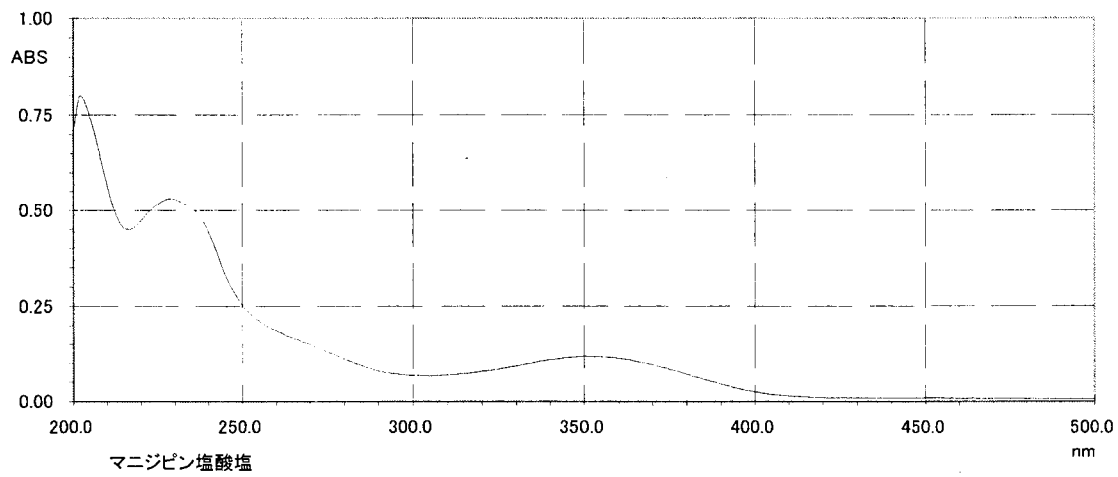
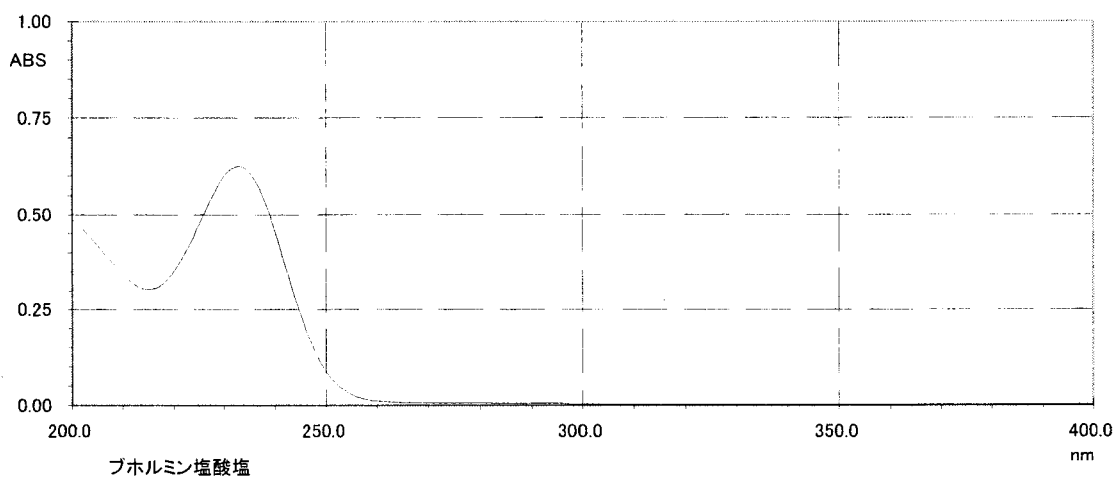
ピソプロロールフマル酸塩

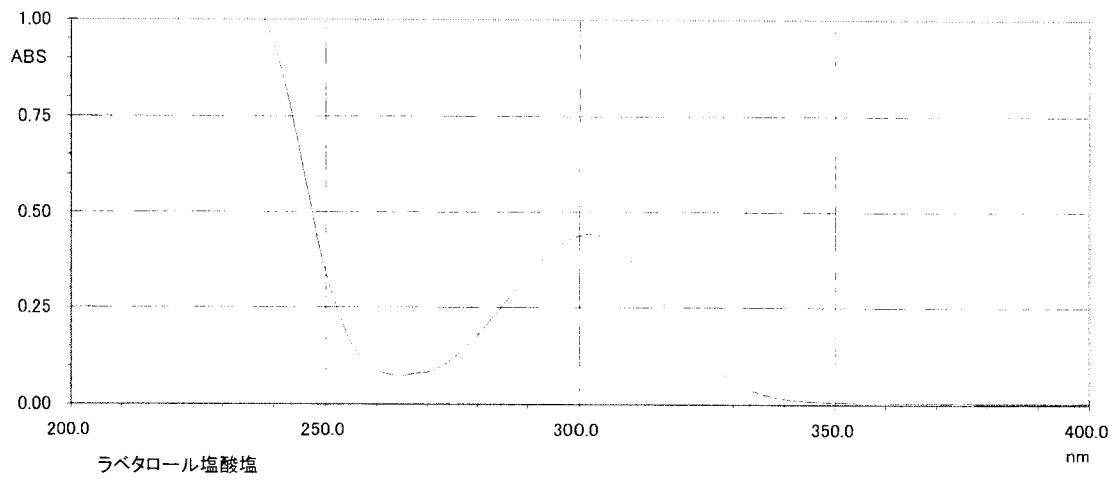


フェルビナク



ブプレノルフィン塩酸塩





参照赤外吸収スペクトル 改正事項

参照赤外吸収スペクトルの部 スルフィンピラゾンの条及びホスフェストロールの条を削り、サリチル酸の条、ホリナートカルシウムの条及びメダゼパムの条を次のように改める。