

キョウニン

基原の項を次のように改める。

本品はホンアンズ *Prunus armeniaca* Linné 又はアンズ *Prunus armeniaca* Linné var. *ansu* Maximowicz (*Rosaceae*) の種子である。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、アミグダリン 2.0%以上を含む。

純度試験の項の次に次を追加する。

乾燥減量 (5.0) 7.0%以下。

成分含量測定法 本品をすりつぶし、その約 0.5 g を精密に量り、薄めたメタノール (9 → 10) 40 mL を加え、直ちに還流冷却器を付けて水浴上で、30 分間加熱し、冷後、ろ過し、薄めたメタノール (9 → 10) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とした後、ろ過し、試料溶液とする。別に成分含量測定用アミグダリンをデシケーター (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、薄めたメタノール (1 → 2) に溶かし、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 (2.0) により試験を行い、それぞれの液のアミグダリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

アミグダリンの量 (mg) = $W_s \times (A_T/A_S) \times 2$

W_s : 成分含量測定用アミグダリンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 210 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填する。

カラム温度 : 45°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/メタノール混液 (5 : 1)

流量 : 毎分 0.8 mL (アミグダリンの保持時間約 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、アミグダリン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、アミグダリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

コメデンプン

基原以下の項を次のように改める。

本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である。
なお、三薬局方で調和されていない部分は「♦ ♦」で囲むことにより示す。

本品はイネ *Oryza sativa* Linné (*Gramineae*) のえい果から得たでんぷんである。

♦性状 本品は白色の塊又は粉末である。

本品は水又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品は、水/グリセリン混液 (1:1) を加え、光学顕微鏡を用いて鏡検 (5.01) するとき、通例、大きさ $1 \sim 10 \mu\text{m}$ 、主に $4 \sim 6 \mu\text{m}$ の多面体の分粒を認める。これらの分粒は、しばしば直径 $50 \sim 100 \mu\text{m}$ のだ円形の複粒に凝集している。粒の中心性のへそはほとんど認められず、層紋を認めない。直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では、本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

(2) 本品 1g に水 50 mL を加えて 1 分間煮沸し、放冷するとき、薄く白濁したのり状の液となる。

(3) (2) ののり状の液 1 mL に薄めたヨウ素試液 (1 → 10) 0.05 mL を加えるとき、だいたい赤色から暗青紫色を呈し、加熱するとき、消える。

pH (2.54) 本品 5.0 g に新たに煮沸して冷却した水 25 mL を加え、穏やかに 1 分間かき混ぜて懸濁し、15 分間放置した液の pH は 5.0 ~ 8.0 である。

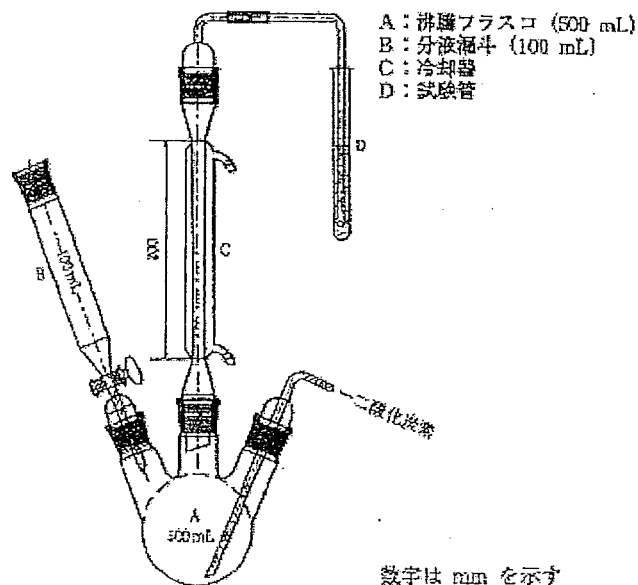
純度試験

(1) 鉄 本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を検液とする。鉄標準液 2.0 mL をとり、水を加えて 20 mL とし、比較液とする。検液及び比較液 10 mL ずつをとり、それぞれクエン酸溶液 (1 → 5) 2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え、混和する。これらの液に赤色リトマス紙を青変させるまでアンモニア水 (28) を加えた後、水を加えて 20 mL とし、混和する。これらの液 10 mL ずつをとり、5 分間放置した後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない (10 ppm 以下)。

(2) 酸化性物質 本品 4.0 g に水 50 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 30 mL に酢酸 (100) 1 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 ~ 1.0 g を加え、振り混ぜた後、暗所に 25 ~ 30 分間放置する。デンプン試液 1 mL を加え、0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は、1.4 mL 以下である (過酸化水素に換算すると、20 ppm 以下)。

(3) 二酸化イオウ

(i) 装置 図に示すものを用いる。



(ii) 操作法 水 150 mL を沸騰フラスコにとり、分液漏斗のコックを閉め、二酸化炭素を毎分 $100 \pm 5 \text{ mL}$ の流速で装置に流す。冷却器の冷却液を流し、過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 10 mL を受け側の試験管に加える。15 分後、二酸化炭素の流れを中断することなく、分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し、本品約 25 g を精密に量り、水 100 mL を用いて沸騰フラスコに移す。分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し、分液漏斗を沸騰フラス

コの元の場所に装着する。分液漏斗のコックを閉め、2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後、コックを開けて沸騰フラスコに流し込み、二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にコックを閉める。装置を水浴中に入れ、混合液を 1 時間加熱する。受け側の試験管を取り外し、その内容物を広口三角フラスコに移す。受け側の試験管を少量の水で洗い、洗液は三角フラスコに加える。水浴中で 15 分間加熱した後、冷却する。プロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え、黄色から青紫色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い、補正する。次式により二酸化イオウの量を求めるとき、50 ppm 以下である。

$$\text{二酸化イオウの量 (ppm)} = (V/W) \times 1000 \times 3.203$$

W : 本品の秤取量 (g)

V : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

◆ (4) 異物 本品を鏡検 (5.01) するとき、他のでんぷん粒を認めない。また、原植物の組織の破片を含むことがあっても、極めてわずかである。◆

乾燥減量 (2.41) 15.0%以下 (1 g, 130°C, 90 分間)。

強熱残分 (2.44) 0.6%以下 (1 g)。

◆貯法 容器 密閉容器。◆

コロンボ

純度試験の項を次のように改める。

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 0.40 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)。

コロンボ末

純度試験の項を次のように改める。

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 0.40 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)。

牛車腎気丸エキス

Goshajinkigan 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、ロガニン 4 ~ 16 mg、ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$: 480.46) 6 ~ 18 mg 及び総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び14-アニソイルアコニン塩酸塩として、又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として) 0.2 mg 以上 (ブシ末1の処方)、総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として) 0.1 mg 以上 (ブシ末2の処方) を含む。

製法 「ジオウ」5g、「サンシュユ」3g、「サンヤク」3g、「タクシャ」3g、「ブクリョウ」3g、「ボタンピ」3g、「ケイヒ」1g、「ブシ末」のブシ末1又は「ブシ末」のブシ末2 1g、「ゴシツ」3g及び「シャゼンシ」3g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、わずかににおいがあり、味は酸味がある。

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、メタノール 30 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。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。次に水/メタノール/1-ブタノール混液 (1:1:1) 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 4-メトキシベンズアルデヒド・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、 R_f 値 0.6 付近に暗緑色のスポットを認める (ジオウ)。

(2) 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、1-ブタノール 5 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ロガニン 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 10 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/水/酢酸混液 (6:1:1) 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 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 2 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、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (サンシュユ)。

(3) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 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アリソール A 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 20 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/ヘキサン/酢酸 (100) 混液 (10:10:3) 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 (タクシャ)。

(4) 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、ジエチルエーテル 5 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ペオノール 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 20 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。次にヘキサン/ジエチルエーテル混液 (5:3) 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 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸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、標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ボタンピ)。

(5) 次の (i) 又は (ii) により試験を行う (ケイヒ)。

(i) 乾燥エキス 10 g (軟エキスは 30 g) を 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、更にヘキサン 2 mL を加える。1 時間加熱還流した後、ヘキサン層 1 mL をとり、水酸化ナトリウム試液 0.5 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 (*E*)-シンナムアルデヒド 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 50 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。次にヘキサン/ジエチルエーテル/メタノール混液 (15:5:1) 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 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン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、標準溶液から得た黄だいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

(ii) 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 5 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 (E)-2-メトキシシナムアルデヒド 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 20 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。

(6) 乾燥エキス 3.0 g (軟エキスは 9.0 g) をとり、ジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にアセトニトリル 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塩酸ベンゾイルメサコニン 1 mg をエタノール (99.5) 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 20 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 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (4:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウム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、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ブシ末)。

(7) 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、1-ブタノール 5 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シャゼンシの粉末 0.3 g をとり、メタノール 1 mL を加え、水浴上で 3 分間加温する。冷後、遠心分離し、上澄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。次にアセトン/酢酸エチル/水/酢酸 (100) 混液 (10:10:3:1) 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 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸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、標準溶液から得たこい青のスポット (R_f 値 0.3 付近) と色調及び R_f 値が等しい (シャゼンシ)。

(8) 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、1-ブタノール 5 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ゴシツ 2 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 20 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 1-プロパノール/酢酸エチル/水混液 (4:4:3) 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、標準溶液から得た暗い赤のスポット (R_f 値 0.4 付近) と色調及び R_f 値が等しい (ゴシツ)。

純度試験

(1) 重金属 (I.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 (I.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)。

(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) 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) を正確に量り、ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液 3.0 mL を加えて 10 分間振り混ぜる。これを遠心分離し、上層を除いた後、ジエチルエーテル 20 mL を加えて同様に操作し、上層を除く。水層にアンモニア試液 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。水層はアンモニア試液 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。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を留去した後、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。別に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 を正確に量り、ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 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のピーク高さは、それぞれ標準溶液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さより高くない。

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 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填する。

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：毎分 1.0 mL (メサコニチンの保持時間約 31 分)

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：標準溶液 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。

乾燥減量 (2.41) 乾燥エキス 9.0 % 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、9.0 % 以下。

定量法

(1) ログニン 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 \rightarrow 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ログニンをデシケーター (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、薄めたメタノール (1 \rightarrow 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、それぞれの液のログニンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ログニンの量 (mg) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (1/2)$

W_S : 成分含量測定用ログニンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：238 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：50°C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール混液 (55 : 4 : 1)

流量：毎分 1.2 mL (ログニンの保持時間約 25 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、ログニン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、ログニンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(2) ペオニフロリン 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 \rightarrow 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。別にペオニフロリン標準品 (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 \rightarrow 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、それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (1/2)$

W_S : 脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：232 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：20°C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液 (850 : 150 : 1)

流量：毎分 1.0 mL (ペオニフロリンの保持時間約 9 分)

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルピフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) 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、アルピフロリン、ペオニフロリンの順に溶出し、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、ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(3) 総アルカロイド 乾燥エキス約 1 g (軟エキスは乾燥物として約 1 g に対応する量) を精密に量り、ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液 3.0 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、遠心分離し、上層を取り除いた後、ジエチルエーテル 20 mL を加えて同様に操作し、上層を取り除く。水層にアンモニア試液 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。水層は、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。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を留去した後、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) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 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、それぞれの液のベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、14-アニソイルアコニンの各ピーク面積、 A_{TM} 及び A_{SM} 、 A_{TH} 及び A_{SH} 、 A_{TA} 及び A_{SA} を測定する。

$$\text{ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量 (mg)} = C_{SM} \times (A_{TM}/A_{SM}) \times 10$$

$$\text{ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量 (mg)} = C_{SH} \times (A_{TH}/A_{SH}) \times 10$$

$$\text{14-アニソイルアコニン塩酸塩の量 (mg)} = C_{SA} \times (A_{TA}/A_{SA}) \times 10$$

C_{SM} : 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SH} : 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SA} : 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸 14-アニソイルアコニンの濃度 (mg/mL)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: ベンゾイルヒパコニン及びベンゾイルメサコニンは 231 nm, 14-アニソイルアコニンは 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: 毎分 1.0 mL (ベンゾイルメサコニンの保持時間約 15 分)

システム適合性

システムの性能: 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイルメサコニン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: 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5% 以下である。

貯法 容器 気密容器。

サイコ

確認試験の(2)の項を次のように改める。

確認試験

(2) 本品の粉末 1.0 g にメタノール 10 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 15 分間穏やかに煮沸し、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サイコサポニン a 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 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/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、標準溶液から得た灰褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しく、その上側に近接した黄赤色のスポットを認める。

サンシュユ

基原の項を次のように改める。

本品はサンシュユ *Cornus officinalis* Siebold et Zuccarini (*Cornaceae*) の偽果の果肉である。
本品は換算した生薬の乾燥物に対し、ロガニン 0.4 %以上を含む。

エキス含量の項の次に次を追加する。

成分含量測定法 本品（別途乾燥減量 (5.01) を測定しておく）を細末以下にし、その約 1 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、薄めたメタノール (1 → 2) 30 mL を加えて 20 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は薄めたメタノール (1 → 2) 30 mL を加えて、更に 2 回、同様に操作する。全抽出液を合わせ、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用ロガニンをデシケーター（シリカゲル）中で 24 時間乾燥し、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、それぞれの液のロガニンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ロガニンの量 (mg)} = W_S \times (A_T/A_S)$$

W_S : 成分含量測定用ロガニンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：238 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：50℃付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール混液 (55 : 4 : 1)

流量：ロガニンの保持時間が約 25 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：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロガニン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、ロガニンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

サンショウ

灰分の項を次のように改める。

- 灰分 (5.01) 8.0% 以下。

サンショウ末

灰分の項を次のように改める。

灰分 (5.01) 8.0%以下。

シゴカ

確認試験の項の次に次を追加する。

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 0.40 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)。

シコン

純度試験の項を次のように改める。

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 0.40 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)。

ショウズク

日本名別名の項を次のように改める。

小豆蔻
小豆蔻

別名の字体に関する注記：上記別名の末尾の字体は、

1行目は「蔻」の字中の”寸”の部分が“女”である字体、

2行目は「蔻」の字中の”寸”の部分が”女”である字体である。

なお、2行目は、第十五改正日本薬局方「ショウズク」の別名として記載されているものと同一である。

真武湯エキス

Shimbuto 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、ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$: 480.46) 26 ~ 78 mg, [6]-ギンゲロール 0.5 ~ 2.0 mg (ショウキョウ 0.8 g の処方), 0.6 ~ 2.4 mg (ショウキョウ 1 g の処方), 0.9 ~ 3.6 mg (ショウキョウ 1.5 g の処方) 及び総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として) 0.7 mg 以上 (ブシ 1, 1 g の処方), 総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として、又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として) 0.2 mg 以上 (ブシ末 1, 1 g の処方), 総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として) 0.1 mg 以上 (ブシ末 2, 1 g の処方), 総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として、又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として) 0.1 mg 以上 (ブシ末 1, 0.5 g の処方) を含む。

製法 「ブクリョウ」5g, 「シャクヤク」3g, 「ビャクジュツ」3g, 「ショウキョウ」1g 及び「ブシ」のブシ 1g, 又は「ブクリョウ」5g, 「シャクヤク」3g, 「ソウジュツ」3g, 「ショウキョウ」1g 及び「ブシ末」のブシ末 1g, 又は「ブクリョウ」5g, 「シャクヤク」3g, 「ビャクジュツ」3g, 「ショウキョウ」0.8g 及び「ブシ末」のブシ末 2g, 又は「ブクリョウ」4g, 「シャクヤク」3g, 「ソウジュツ」3g, 「ショウキョウ」1.5g 及び「ブシ末」のブシ末 1.05g の生薬をとり、エキス剤の製法により乾燥エキスとする。

性状 本品は淡黄褐色～褐色の粉末で、特異なおいがあり、味は辛く、苦い。

確認試験

(1) 本品 2.0 g をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 5 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。別にペオニフロリン標準品 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/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 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸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、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (シャクヤク)。

(2) (ビャクジュツ配合処方) 本品 1.0 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 を加えて振り混ぜる。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) 本品 2.0 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 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) 本品 1.0 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 10 μ L 及び標準溶液 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)。

(5) 本品 3.0 g をとり、ジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にアセトニトリル 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塩酸ベンゾイルメサコニン 1 mg をエタノール (99.5) 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 20 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 1-ブタノール/水/酢酸(100)混液 (4:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウム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、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ブシ又はブシ末)。

純度試験

- (1) 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)。
- (2) ヒ素 (1.11) 本品 0.67 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (3 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 1.0 g を正確に量り、ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液 3.0 mL を加えて 10 分間振り混ぜる。これを遠心分離し、上層を除いた後、ジエチルエーテル 20 mL を加えて同様に操作し、上層を除く。水層にアンモニア試液 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。水層はアンモニア試液 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。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を留去した後、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。別に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 を正確に量り、ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 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のピーク高さは、それぞれ標準溶液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さより高くない。

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 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：毎分 1.0 mL (メサコニチンの保持時間約 31 分)

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：標準溶液 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。

乾燥減量 (2.41) 7.0% 以下 (1 g, 105°C, 5 時間)。

灰分 (5.01) 10.0% 以下。

定量法

(1) ペオニフロリン 本品約 0.5 g を精密に量り、薄めたメタノール (1 \rightarrow 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。別にペオニフロリン標準品 (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 \rightarrow 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、それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (1/2)$

W_S ：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：232 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：20°C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液 (850:150:1)

流量：毎分 1.0 mL (ペオニフロリンの保持時間約 9 分)

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール (1 → 2) 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、アルビフロリン、ペオニフロリンの順に溶出し、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、ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

(2) [6]-ギンゲロール 本品約 0.5 g 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。

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

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°C 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。

(3) 総アルカロイド 本品約 1 g を精密に量り、ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液 3.0 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、遠心分離し、上層を取り除いた後、ジエチルエーテル 20 mL を加えて同様に操作し、上層を取り除く。水層にアンモニア試液 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。水層は、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。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を留去した後、残留物をブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1 : 1) に溶かし、正確に 10 mL とし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 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、それぞれの液のベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、14-アニソイルアコニンの各ピーク面積、 A_{TM} 及び A_{SM} 、 A_{TH} 及び A_{SH} 、 A_{TA} 及び A_{SA} を測定する。

$$\text{ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量 (mg)} = C_{SM} \times (A_{TM}/A_{SM}) \times 10$$

$$\text{ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量 (mg)} = C_{SH} \times (A_{TH}/A_{SH}) \times 10$$

$$14\text{-アニソイルアコニン塩酸塩の量 (mg)} = C_{SA} \times (A_{TA}/A_{SA}) \times 10$$

C_{SM} : 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SH} : 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SA} : 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸 14-アニソイルアコニンの濃度 (mg/mL)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：ベンゾイルヒパコニン及びベンゾイルメサコニンは 231 nm、14-アニソイルアコニンは 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：毎分 1.0 mL (ベンゾイルメサコニンの保持時間約 15 分)

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイルメサコニン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：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5%以下である。

貯法 容 器 気密容器。

セネガ

純度試験の項を次のように改める。

純度試験

- (1) 茎 本品は茎 2.0%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 0.40 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) 本品は茎以外の異物 1.0%以上を含まない。

セネガ末

純度試験の項を次のように改める。

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 0.40 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、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。

センコツ

純度試験の項を次のように改める。

純度試験

- (1) 葉柄 本品は葉柄 3.0%以上を含まない。
- (2) 重金属 (1.0%) 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) 異物 (5.0%) 本品は葉柄以外の異物 1.0%以上を含まない。

ソヨウ

基原の項を次のように改める。

本品はシソ *Perilla frutescens* Britton var. *acuta* Kudo 又はチリメンシソ *Perilla frutescens* Britton var. *crispa* Decaisne (*Labiatae*) の葉及び枝先である。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、ペリルアルデヒド 0.08 %以上を含む。

確認試験の項を次のように改める。

確認試験 本品の粉末 0.6 g にジエチルエーテル 10 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、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ペリルアルデヒド 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。次にヘキサン/酢酸エチル混液 (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。これに噴霧用 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液を均等に噴霧し、105°C で 2 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紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

酸不溶性灰分の項の次に次を追加する。

成分含量測定法 新たに調製した本品の粉末約 0.2 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、メタノール 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は更にメタノール 20 mL を加え、同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用ペリルアルデヒド約 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、メタノールを加えて正確に 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、それぞれの液のペリルアルデヒドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ペリルアルデヒドの量 (mg) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (1/20)$

W_S : 成分含量測定用ペリルアルデヒドの秤取量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 230 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/アセトニトリル混液 (13 : 7)

流量 : 毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能 : (*E*)-アサロン 1 mg を標準溶液に溶かして 50 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、ペリルアルデヒド、(*E*)-アサロンの順に溶出し、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 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペリルアルデヒドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

精油含量の項を削除する。

大黄甘草湯エキス

基原の項を次のように改める。

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、センノシド A ($C_{42}H_{38}O_{20}$: 862.74) 3.5 mg 以上及びグリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93) 9 ~ 27 mg (カンゾウ 1 g の処方), 18 ~ 54 mg (カンゾウ 2 g の処方) を含む。