

第二部 医薬品各条 改正事項

第二部医薬品各条の部 アロエ末の条基原の項及び乾燥減量の項を次のように改める。

アロエ末

本品は「アロエ」を粉末としたものである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、バルバロイン 4.0 % 以上を含む。

乾燥減量 12.0 % 以下。

同条エキス含量の項の次に次の成分含量測定法の項を加える。

成分含量測定法 本品約 0.1 g を精密に量り、メタノール 40 mL を加えた後、還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し、冷後、ろ過し、メタノールを加えて正確に 50 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 10 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用バルバロインをデシケーター（減圧、酸化リン（V））で 24 時間乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、シュウ酸二水和物 0.04 g を加えた後、メタノールを加えて溶かし、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 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のバルバロインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{バルバロインの量 (mg)} = W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

W_s : 成分含量測定用バルバロインの秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：360 nm）

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（74：26：1）

流量：バルバロインの保持時間が約 12 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：成分含量測定用バルバロイン約 10 mg を量り、シュウ酸二水和物 0.04 g を加えた後、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エテンザミドのメタノール溶液（1 \rightarrow 2000）1 mL を加えた後、メタノールを加えて 10 mL とする。この液 5 μ L につき、測定波長だけを 300 nm に変更して上記の条件で操

作するとき、バルバロイン、エテンザミドの順に溶出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、バルバロインのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

第二部医薬品各条の部 インフルエンザ HA ワクチンの条の次に次の一条を加える。

インヨウカク

Epimedium Herb
EPIMEDII HERBA
淫羊藿

本品は *Epimedium pubescens* Maximowicz, *Epimedium brevicornum* Maximowicz, *Epimedium wushanense* T. S. Ying, ホザキイカリソウ *Epimedium sagittatum* Maximowicz, キバナイカリソウ *Epimedium koreanum* Nakai, イカリソウ *Epimedium grandiflorum* Morren var. *thunbergianum* Nakai 又はトキワイカリソウ *Epimedium sempervirens* Nakai (Berberidaceae) の地上部である。

性状 本品は茎及び 1 ~ 3 回三出複葉からなる。小葉は卵形~広卵形又は卵状披針形、長さ 3 ~ 20 cm、幅 2 ~ 8 cm で、基部に長さ 15 ~ 70 mm の小葉柄がある。先端は鋭くとがり、辺縁には長さ 0.1 ~ 0.2 cm の刺毛がある。基部は心形~深心形で、三小葉の側葉では非対称である。表面は緑色~緑褐色でときにつやがあり、裏面は淡緑色~淡灰緑褐色を呈ししばしば有毛で、葉脈が顕著である。質は紙質か又は革質である。葉柄及び茎は円柱形で淡黄褐色~帯紫淡緑褐色を呈し、折りやすい。

本品はわずかににおいがあり、味はわずかに苦い。

本品の葉の横切片を鏡検するとき、主脈部には 3 ~ 6 本の維管束があり、葉肉部は上面表皮、1 層の柵状組織、海綿状組織、下面表皮からなる。葉縁部は円形~だ円形で厚壁組織で埋まる。表皮には多細胞毛がある。葉柄には 8 ~ 20 本、小葉柄には 6 ~ 15 本の維管束がある。本品の茎の横切片を鏡検するとき、下皮は 1 ~ 数細胞層で、皮層の厚壁細胞層は 4 ~ 10 層である。維管束は 13 ~ 30 本あり、だ円形~倒卵形である。

確認試験 本品の粉末 2 g にメタノール 20 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用イカリイン 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法により試験を行う。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/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。

乾燥減量 12.5 % 以下（6 時間）。

灰分 8.5 % 以下。

酸不溶性灰分 2.0 % 以下、

エキス含量 希エタノールエキス 17.0 % 以上。

第二部医薬品各条の部 ウイキョウ油の条の次に次の二条を加える。

ウコン

Termeric

CURCUMAE RHIZOMA

鬱金

本品はウコン *Curcuma longa* Linné (*Zingiberaceae*) の根茎をそのまま又はコルク層を除いたものを、通例、湯通ししたものである。

性状 本品は主根茎又は側根茎からなり、主根茎はほぼ卵形体で、径約 3 cm、長さ約 4 cm、側根茎は両端鈍頭の円柱形でやや湾曲し、径約 1 cm、長さ 2 ~ 6 cm でいずれも輪節がある。コルク層を付けたものは黄褐色でつやがあり、コルク層を除いたものは暗黄赤色で、表面に黄赤色の粉を付けている。質は堅く折りにくい。横切面は黄褐色~赤褐色を呈し、ろうようのつやがある。

本品は特異なおおいがあり、味はわずかに苦く刺激性で、だ液を黄色に染める。

本品の横切片を鏡検するとき、最外層には通例 4 ~ 10 層のコルク層があるか又は部分的に残存する。皮層及び中心柱は一層の内皮で区分される。皮層及び中心柱は柔組織からなり、維管束が散在する。柔組織中には油細胞が散在し、柔細胞中には黄色物質、シュウ酸カルシウムの砂晶及び単晶、のり化したでんぷんを含む。

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール 20 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。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。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 (70:30:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾するとき、 R_f 値 0.4 付近に黄色のスポットを認める。

乾燥減量 17.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 7.5 % 以下。

酸不溶性灰分 1.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 9.0 % 以上。

ウヤク

Lindera Root

LINDERAE RADIX

烏薬

天台烏薬

本品はテンダイウヤク *Lindera strychnifolia* Fernandez-Villar (*Lauraceae*) の根である。

性状 本品は紡錘形又はところどころくびれた連珠状を呈し、長さ 10 ~ 15 cm、径 10 ~ 25 mm である。外面は黄褐色~褐色を呈し、わずかに細根の跡がある。横断面の皮部は褐色、木部は淡黄褐色を呈し、褐色の同心性の輪及び放射状の線がある。質はち密で堅い。

本品は樟脳ようのおおいがあり、味は苦い。

本品の横切片を鏡検するとき、周皮を残すものでは数層のコルク層がありコルク層の一部はコルク石細胞からなる。油細胞及び繊維を含む皮部柔組織が認められることがある。木部では道管及び木部繊維と、放射組織が交互に配列する。皮部及び木部の柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの砂晶及び柱状晶、径 1 ~ 15 μ m の単粒のでんぷん粒及び 2 ~ 4 粒からなる複粒のでんぷん粒を含む。

確認試験 本品の粉末 3 g にヘキサン 40 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加温する。冷後、ろ過し、残留物にアンモニア試液 10 mL 及び酢酸エチル/ジエチルエーテル混液 (1:1) 30 mL を加え、20 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を分取し、無水硫酸ナトリウム 10 g を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を留去し、残留物をエタノール (99.5) 0.5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。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/アンモニア水 (28) 混液 (10:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、 R_f 値 0.4 付近に黄褐色のスポットを認める。

乾燥減量 14.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 2.5 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 6.0 % 以上。

第二部医薬品各条の部 塩酸アヘンアルカロイドの条基原の項、性状の項、確認試験の項 (1) の目及び定量法の項を次のように改める。

塩酸アヘンアルカロイド

本品はアヘン中の数種の主要なアルカロイドの塩酸塩である。

本品は定量するとき、モルヒネ ($C_{17}H_{19}NO_3$: 285.34) 47.0 ~ 52.0 % 及び他のアルカロイド 35.0 ~ 41.0 % を含む。

性状 本品は白色~淡褐色の粉末である。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けにくい。

本品は光によって着色する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を薄めたエタノール (1 → 2) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。別に「塩酸モルヒネ」60 mg、「塩酸ノスカピン」40 mg、「リン酸コデイン」10 mg 及び「塩酸パバペリン」10 mg をそれぞれ薄めたエタノール (1 → 2) 10 mL に溶かし、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び各標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/トルエン/エタノール (99.5)/アンモニア水 (28) 混液 (20:20:3:1) 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 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい (モルヒネ、ノスカピン、コデイン及びパバペリン)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸モルヒネ約 60 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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法により試験を行い、試料溶液のモルヒネ、コデイン、パバペリン、テバイン、ナルセイン及びノスカピンのピーク面積 A_{T1} 、 A_{T2} 、 A_{T3} 、 A_{T4} 、 A_{T5} 及び A_{T6} 並びに標準溶液のモルヒネのピーク面積 A_s を測定する。

$$\text{モルヒネ (C}_{17}\text{H}_{19}\text{NO}_3\text{) の量 (mg)} = W_s \times \frac{A_{T1}}{A_s} \times 0.887$$

$$\begin{aligned} & \text{他のアルカロイドの量 (mg)} \\ & = W_s \times \frac{A_{T2} + 0.29A_{T3} + 0.20A_{T4} + 0.19A_{T5} + A_{T6}}{A_s} \times 0.887 \end{aligned}$$

W_s : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量 (mg)

ただし、下記の条件で操作するとき、コデイン、パバペリン、テバイン、ナルセイン及びノスカピンのモルヒネに対する相対保持時間は以下のとおりである。

成分名	相対保持時間
コデイン	1.1
パバペリン	1.9
テバイン	2.5
ナルセイン	2.8
ノスカピン	3.6

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 μ m の液体クロマトグラフ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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g に薄めたリン酸 (1 → 1000) 500 mL を加えて溶かした後、水酸

化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する。この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する。流量：モルヒネの保持時間が約 10 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：「塩酸モルヒネ」60 mg、「リン酸コデイン」10 mg、「塩酸パバペリン」10 mg 及び「塩酸ノスカピン」40 mg に水を加えて溶かし、50 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、モルヒネ、コデイン、パバペリン、ノスカピンの順に溶出し、それぞれのピークは完全に分離し、モルヒネとコデインの分離度は 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、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、モルヒネのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

第二部医薬品各条の部 オウゴン末の条基原の項を次のように改める。

オウゴン末

本品は「オウゴン」を粉末としたものである。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、バイカリン (C₂₁H₁₈O₁₁:446.36) 10.0 % 以上を含む。

第二部医薬品各条の部 ガーゼの条及び滅菌ガーゼの条を削る。

第二部医薬品各条の部 カルメロースカルシウムの条性状の項、確認試験の項 (1) の目、(4) の目、純度試験の項及び強熱残分の項を次のように改める。

カルメロースカルシウム

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

本品はエタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品に水を加えるとき膨潤し懸濁液となる。

本品 1.0 g に水 100 mL を加え、振り混ぜて得た懸濁液の pH は 4.5 ~ 6.0 である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 10 mL を加え、よく振り混ぜ、次に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置し、これを試料溶液とする。試料溶液 1 mL に水を加えて 5 mL とし、その一滴にクロモトローブ酸試液 0.5 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(4) 本品 1 g を強熱して灰化し、残留物に水 10 mL 及び酢酸 (31) 6 mL を加えて溶かし、必要ならばろ過し、煮

沸した後、冷却し、アンモニア試液で中和するとき、液はカルシウム塩の定性反応(1)及び(3)を呈する。

純度試験

(1) アルカリ 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加えてよく振り混ぜ、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。

(2) 塩化物 本品 0.80 g に水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20 mL に 2 mol/L 硝酸 10 mL を加え、水浴上で綿状の沈殿が生じるまで加熱し、冷却した後、遠心分離する。上澄液をとり、沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、水を加えて 100 mL とする。この液 25 mL をとり、硝酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.36 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) の試料溶液 10 mL に塩酸 1 mL を加え、水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し、冷却した後、遠心分離する。上澄液をとり、沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、水を加えて 100 mL とする。この液 25 mL を検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.42 mL を加える。検液及び比較液に 3 mol/L 塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 3 mL ずつを加え、更に水を加えて 50 mL とし、混和する。10 分間放置した後、混濁を比較する。検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くない (1.0 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

強熱残分 10.0 ~ 20.0 % (乾燥後, 1 g)。

第二部医薬品各条の部 カロコンの条の次に次の一条を加える。

カンキョウ

Processed Ginger

ZINGIBERIS PROCESSUM RHIZOMA

乾姜

本品はショウガ *Zingiber officinale* Roscoe (*Zingiberaceae*) の根茎を湯通し又は蒸したものである。

性状 本品は偏圧した不規則な塊状でしばしば分枝する。分枝した各部分はやや湾曲した卵形又は長卵形を呈し、長さ 2 ~ 4 cm、径 1 ~ 2 cm である。外面は灰黄色~灰黄褐色で、しわ及び輪節がある。折面は褐色~暗褐色で透明感があり角質である。横切面をルーベ視するとき皮層と中心柱は区分され、全面に維管束が散在する。

本品は特異なおいがあり、味は極めて辛い。

本品の横切片を鏡検するとき、外側よりコルク層、皮層、内皮、中心柱が認められる。皮層と中心柱は一層の内皮によって区分される。皮層及び中心柱は柔組織からなり、繊維束で囲まれた維管束が散在する。柔組織中には黄色の油よう物

質を含む油細胞が散在し、柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶が含まれ、でんぷんはのり化している。

確認試験 本品の粉末 2 g にジエチルエーテル 5 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液(1)とする。残留物にメタノール 5 mL を加え、同様に操作し、試料溶液(2)とする。別に薄層クロマトグラフ用 [6]-シヨウガオール 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし、標準溶液(1)とする。また、白糖 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし、標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液(1)及び標準溶液(1) 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ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(1)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(1)から得た緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。また、試料溶液(2)及び標準溶液(2) 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ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(8:5:3)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 1,3-ナフタレンジオ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(2)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(2)から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

乾燥減量 15.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 6.5 % 以下。

酸不溶性灰分 1.5 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 8.0 % 以上。

第二部医薬品各条の部 キクカの条エキス含量の項を次のように改める。

キクカ

エキス含量 希エタノールエキス 30.0 % 以上。

第二部医薬品各条の部 キョウニン水の条の次に次の一条を加える。

クコシ

Lycium Fruit

LYCII FRUCTUS

枸杞子

本品はクコ *Lycium chinense* Miller 又は *Lycium barbarum* Linn(*Solanaceae*) の果実である。

性状 本品は先のとがった紡錘形を呈し、長さ 6 ~ 20 mm、径 3 ~ 8 mm、果皮は赤色~暗赤色を呈し、表面に粗いしわがある。本品の横切面をルーベ視するとき果実は 2 室に分かれ、内部に淡褐色~淡黄褐色で径約 2 mm の偏平

な腎臓形の多数の種子がある。

本品は特異なおいがあり、味は甘く、後わずかに苦い。

確認試験 本品の粉末 1.0 g に酢酸エチル 5 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。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。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 (10:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾するとき、 R_f 値 0.6 付近に黄色の主スポットを認める。

純度試験 異物 本品は果柄及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない。

灰分 8.0 % 以下。

酸不溶性灰分 1.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 35.0 % 以上。

第二部医薬品各条の部 コムギデンブの条灰分の項を削り、性状の項及び確認試験の項を次のように改める。

コムギデンブ

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するとき、大小の粒、非常にまれに中程度の大きさの粒を認める。通例、直径 10 ~ 60 μ m の大きな粒の上面は円盤状、極めてまれに腎臓形であり、中心性のへそ及び層紋は明らかでないかほとんど明らかでなく、しばしば粒のへりに裂け目を認める。側面は長円形又は紡錘形であり、へそは長軸方向に沿った裂け目として観察される。直径 2 ~ 10 μ m の小さな粒は円形又は多面形である。交叉した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 1 g 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 にヨウ素試液 0.05 mL を加えるとき、暗青紫色を呈し、加熱するとき、消える。

同条確認試験の項の次に次の pH の項を加える。

pH 本品 5.0 g を非金属製の容器にとり、新たに煮沸して冷却した水 25.0 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 4.5 ~ 7.0 である。

同条純度試験の項及び乾燥減量の項を次のように改める。

純度試験

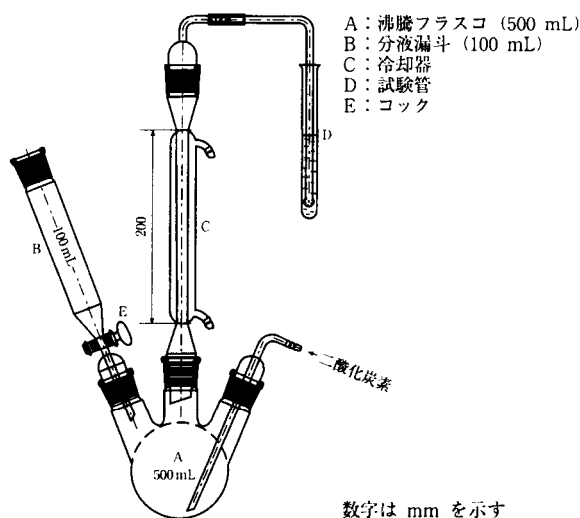
(1) 鉄 本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過し、検液とする。鉄標準液 2.0 mL をとり、水を加えて 20 mL とし、比較液とする。検液及び比較液 10 mL を試験管にとり、クエン酸溶液 (2 → 10) 2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え、混和する。これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水 (28) を加えた後、水を加えて 20 mL とし、混和する。これらの液 10 mL を試験管にとり、5 分間放置した後、

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 50.0 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 30.0 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。デンブ試液 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cockを閉め、二酸化炭素を毎分 100 \pm 5 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cock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cockを閉め、2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後、cock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cockを閉める。装置を水浴に入れ、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、黄色から紫青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。

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

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)

乾燥減量 15.0 % 以下 (1 g, 130 °C, 90 分間).

同条乾燥減量の項の次に次の二項を加える.

強熱残分 0.6 % 以下 (1 g).

貯法 容器 密閉容器.

第二部医薬品各条の部 酢酸フタル酸セルロースの条別名の項、基原の項、性状の項、確認試験の項、水分の項及び定量法の項(2)の目を次のように改める.

酢酸フタル酸セルロース

セラセフェート

本品は無水フタル酸と部分アセチル化セルロースとの反応生成物である.

本品は定量するとき、換算した遊離酸を含まない脱水物に対し、アセチル基 (-COCH₃: 43.04) 21.5 ~ 26.0 % 及びカルボキシベンゾイル基 (-COC₆H₄COOH: 149.12) 30.0 ~ 36.0 % を含む.

性状 本品は白色の粉末又は粒である.

本品はアセトンに溶けやすく、水、メタノール又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない.

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は酢酸フタル酸セルロース標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

水分 5.0 % 以下 (1 g, 容量滴定法、直接滴定、ただし、水分測定用メタノールの代わりにエタノール (99.5)/ジクロロメタン混液 (3:2) を用いる).

定量法

(2) アセチル基 本品約 0.1 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え、これに還流冷却器を付け、30 分間煮沸する。冷後、フェノールフタレイン試液 5 滴を加え、0.1 mol/L 塩酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定する。同様の方法で空試験を行う。

遊離酸及び結合酸のアセチル基 (C₂H₃O) としての含量 (%)

$$= \frac{0.4304A}{W}$$

A: 空試験で補正後の消費された 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の量 (mL)

W: 脱水物に換算した本品の量 (g)

アセチル基 (C₂H₃O) の含量 (%)

$$= \frac{100 \times (P - 0.5182B)}{100 - B} - 0.5772C$$

B: 遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量 (%)

C: カルボキシベンゾイル基の含量 (%)

P: 遊離酸及び結合酸のアセチル基 (C₂H₃O) としての含量 (%)

第二部医薬品各条の部 サンシシ末の条基原の項及び確認試験の項(1)の目を次のように改める.

サンシシ末

本品は「サンシシ」を粉末としたものである.

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、ゲンポシド 3.0 % 以上を含む.

確認試験

(1) 本品をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その 1.0 g に温湯 100 mL を加え、しばしば振り混ぜながら 60 ~ 70 °C で 30 分間加温し、冷後、ろ過する。ろ液 1.0 mL に水を加えて 10 mL とする。この液の色は黄色で、次の比較液よりうすくない。

比較液: カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム 9.8 mg を水に溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。

同条確認試験の項の次に次の乾燥減量の項を加える.

乾燥減量 13.0 % 以下.

同条灰分の項の次に次の成分含量測定法の項を加える.

成分含量測定法 本品約 0.5 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) 40 mL を加え、15 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) 40 mL を加え、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 20 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用ゲンポシドをデシケーター (減圧、酸化リン (V)) で 24 時間乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、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 10 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法により試験を行い、

それぞれの液のゲニボシドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ゲニボシドの量 (mg)} = W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

W_s : 成分含量測定用ゲニボシドの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 240 nm)

カラム: 内径 6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に $5 \mu\text{m}$ の液体クロマトグラフ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/アセトニトリル混液 (22:3)

流量: ゲニボシドの保持時間が約 15 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: 成分含量測定用ゲニボシド及びカフェイン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 15 mL とする。この液 $10 \mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、カフェイン、ゲニボシドの順に溶出し、その分離度は 3.5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 $10 \mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ゲニボシドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

第二部医薬品各条の部 サンシュユの条確認試験の項を次のように改める。

サンシュユ

確認試験 本品の粗切 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。別に薄層クロマトグラフ用ロガニン 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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 $10 \mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ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 (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 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紫色のスポットと色調及び R 値が等しい。

第二部医薬品各条の部 ジギタリスの条及びジギタリス末の条を削る。

第二部医薬品各条の部 ジオウの条の次に次の一条を加える。

ジコッピ

Lycium Bark

LYCII CORTEX

地骨皮

本品はクコ *Lycium chinense* Miller 又は *Lycium barbarum* Linné (*Solanaceae*) の根皮である。

性状 本品は厚さ 1 ~ 6 mm の管状又は半管状の皮片である。外側は淡褐色~淡黄褐色で、周皮はりん片状にはがれやすい。内側は灰褐色を呈し、縦に条線がある。質はもろく、折面は灰白色を呈し、繊維性でない。

本品は特異な弱いにおいがあり、味は初めわずかに甘い。

本品の横切片を鏡検するとき、周皮の Cork 層は数層の薄膜の Cork 細胞からなる。皮部にはシュウ酸カルシウムの砂晶を含む柔細胞が散在し、少数の繊維を認めることがある。柔細胞に含まれるでんぷん粒は径 1 ~ $10 \mu\text{m}$ である。石細胞は認めることがあっても、極めてまれである。

確認試験 本品の粉末 1.0 g にメタノール 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。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 $10 \mu\text{L}$ を薄層クロマトグラフ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/ピリジン/酢酸 (100) 混液 (3:1:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、 105°C で 3 分間加熱した後、亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、R 値 0.5 付近に濃褐色の主スポットを認める。

乾燥減量 11.5 % 以下 (6 時間)。

灰分 20.0 % 以下。

酸不溶性灰分 3.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 10.0 % 以上。

第二部医薬品各条の部 シコンの条の次に次の一条を加える。

シツリシ

Tribulus Fruit

TRIBULI FRUCTUS

疾藜子

本品はハマビシ *Tribulus terrestris* Linné (*Zygophyllaceae*) の果実である。

性状 本品は 5 角星状で、5 個の分果からなり、径 7 ~ 12 mm、しばしば各分果に分離している。外面は灰緑色~灰褐色を呈し、各分果の外面に長短 2 対のとげがある。その 1 対は長さ 3 ~ 7 mm、他は長さ 2 ~ 5 mm である。肋線上に多くの小突起がある。果皮は堅く、切面は淡黄色を呈する。分果は 1 ~ 3 個の種子を含む。

本品はほとんどにおいがなく、味は初め緩和で、後に苦い。

本品の横切片を鏡検するとき、外果皮は一層の表皮からなり、中果皮は柔組織と厚壁細胞層からなり、内果皮は数層の繊維細胞層からなる。中果皮と内果皮の間にはシュウ酸カ

ルシウムの単晶を含む一層の細胞層がある。種子の子葉中には油滴及びアリュウロン粒を含み、でんぷん粒が認められることがある。

確認試験 本品の粉末 2 g にメタノール 5 mL を加え、10 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法により試験を行う。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/水混液 (40:1) 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 $^{\circ}$ 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、 R_f 値 0.4 付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める。

純度試験

(1) 果柄 本品は果柄 4.0 % 以上を含まない。

(2) 異物 本品は果柄以外の異物 1.0 % 以上を含まない。

乾燥減量 11.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 13.0 % 以下。

酸不溶性灰分 1.5 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 8.5 % 以上。

第二部医薬品各条の部 シャクヤク末の条基原の項及び定量法の項を次のように改める。

シャクヤク末

本品は「シャクヤク」を粉末としたものである。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、ペオニフロリン ($C_{23}H_{38}O_{11}$: 480.46) 2.0 % 以上を含む。

定量法 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 を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し、冷後、ろ過する。残留物は、薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) 50 mL を加え、同様に操作する。全ろ液を合わせ、薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) を加えて正確に 100 mL とし、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法により試験を行い、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。

$$\text{ペオニフロリン (C}_{23}\text{H}_{38}\text{O}_{11}\text{) の量 (mg)} = W_s \times \frac{A_T}{A_S}$$

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 $^{\circ}$ 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: ペオニフロリンの保持時間が約 10 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: 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。

第二部医薬品各条の部 シャクヤク末の条の次に次の一条を加える。

ジャシヨウシ

Cnidium Monnieri Fruit

CNIDIUM MONNIERIS FRUCTUS

蛇床子

本品は *Cnidium monnieri* Cusson (*Umbelliferae*) の果実である。

性状 本品はだ円体の双懸果で、しばしば分離している。長さ 2 ~ 3 mm, 幅 1 ~ 2 mm. 外面は淡褐色~褐色を呈し、各分果には通例 5 本の翼状を呈する隆起線がある。分果の接合面はほぼ平らである。

本品は特異なおいがあり、かめば特異な香気があり、後やや麻ひ性である。

本品の横切片を鏡検するとき、各隆起線間に 1 個の油道があり、分果が果柄に合着する面には通例 2 個の油道がある。隆起線はやや木化した柔細胞からなり、基部には維管束がある。隆起線の表皮細胞及び柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶を含み、胚乳の柔細胞中には油滴及びアリュウロン粒を含み、でんぷん粒が認められることがある。

確認試験 本品の粉末 1 g に酢酸エチル 10 mL を加え、10 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用オストール 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法により試験を行う。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。次にヘキサソ/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。

乾燥減量 12.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 17.0 % 以下。

酸不溶性灰分 6.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 8.0 % 以上。

第二部医薬品各条の部 ショウキョウの条確認試験の項を次のように改める。

ショウキョウ

確認試験 本品の粉末 2 g にジエチルエーテル 5 mL を加え、10 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用 [6]-ギンゲロール 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法により試験を行う。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 $^{\circ}$ 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、標準溶液から得た緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

第二部医薬品各条の部 ショウキョウ末の条確認試験の項を次のように改める。

ショウキョウ末

確認試験 本品 2 g にジエチルエーテル 5 mL を加え、10 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用 [6]-ギンゲロール 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法により試験を行う。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 $^{\circ}$ 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、標準溶液から得た緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

第二部医薬品各条の部 血清性性腺刺激ホルモンの条基原の項、毒性試験の項及び発熱性物質の項を削り、次の製法の項を加える。

血清性性腺刺激ホルモン

製法 本品は健康な妊馬の血清について適切なウイルス検査を行い、ウイルスを除去又は不活性化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したもので、1 mg 中 2000 血清性性腺刺激ホルモン単位以上を含むものである。

本品は定量するとき、表示単位の 80 ~ 125 % を含む。

同条性状の項を次のように改める。

性状 本品は白色の粉末で、水に溶けやすい。

同条乾燥減量の項の次に次の三項を加える。

エンドトキシン 0.1 EU/単位未満。

異常毒性否定試験 本品に生理食塩液を加えて 5 mL 中に 4000 単位を含むように調製し、試料溶液とする。体重約 350 g の栄養状態のよい健康なモルモット 2 匹以上及び約 5 週間後の栄養状態のよい健康なマウス 2 匹以上を使用し、モルモット 1 匹当たり試料溶液 5.0 mL ずつを、マウス 1 匹当たり試料溶液 0.5 mL ずつを、それぞれ腹腔内に注射し、7 日間以上観察するとき、いずれの動物も異常を示さない。

比活性 本品につき、定量法及び次の試験を行うとき、たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上の血清性性腺刺激ホルモンを含む。

(i) 標準溶液 ウシ血清アルブミン約 3 mg を量り、水を加え、その 1 mL 中に 500 μ g を含むように溶かす。この液に水を加え、1 mL 中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 200 μ g, 150 μ g, 100 μ g 及び 50 μ g 含む 4 種の標準溶液を調製する。

(ii) 試料溶液 本品約 1 mg を量り、水を加え、その 1 mL 中に正確に 180 μ g を含むように溶かし、試料溶液とする。

(iii) 炭酸ナトリウム溶液 炭酸ナトリウム (標準試薬) 2 g に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とする。

(iv) 酒石酸ナトリウム溶液 酒石酸ナトリウム二水和物約 1 g に水を加えて 100 mL とする。

(v) 硫酸銅溶液 硫酸銅 (II) 五水和物 0.5 g に (iv) 液を加えて 100 mL とする。

(vi) アルカリ性銅溶液 (iii) の炭酸ナトリウム溶液 50 mL と (v) の硫酸銅溶液 1 mL とを混合する。用時調整し、1 日経過したら捨てる。

(vii) 操作法 各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL を正確に量り、小型の試験管に入れる。(vi) のアルカリ性銅溶液を 3 mL 加え、混合する。室温で 10 分以上放置した後、薄めたフォルイン試液 (1 → 2) を 0.3 mL 加え、すばやく混合し、30 分以上放置する。これらの液につき、水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、すみやかに紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 750 nm における吸光度を測定する。各標準溶液から得た吸光度から、縦軸を吸光度、横軸を濃度とする検量線を作成する。これに試料溶液から得られた吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め、検体 1 mL 中の含量を計算する。

比活性 (単位/たん白質 mg)

$$= \frac{\text{定量法で得られた本品 1 mg 中の単位}}{\text{本品中のたん白質含有率}} \times 100$$