

(2) ウコン 本品をろ紙上に置き、その上にジエチルエーテルを滴加し放置した後、粉末を除き、水酸化カリウム試液1滴を滴加するとき、赤紫色を呈しない。また、本品を鏡検〈5.01〉するとき、のり化でんぷん及び黄赤色の樹脂を含有する分泌細胞を認めない。

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

医薬品各条の部 オンジの条純度試験の項を次のように改める。

オンジ

純度試験

(1) 茎 本品は茎10.0%以上を含まない。

(2) 重金属〈1.07〉 本品の粉末3.0g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3.0mLを加える（10ppm以下）。

(3) 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（5ppm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。

(5) 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉 各々0.2ppm以下。

医薬品各条の部 オンジ末の条純度試験の項を次のように改める。

オンジ末

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本品3.0g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3.0mLを加える（10ppm以下）。

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

(3) 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき、石細胞及びでんぷん粒を認めない。

(4) 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉 各々0.2ppm以下。

医薬品各条の部 カシウの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

カシウ

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末3.0g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3.0mLを加える（10ppm以下）。

(2) 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（5ppm以下）。

医薬品各条の部 ガジュツの条生薬の性状の項の次に次の一項を加える。

ガジュツ

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末1.0g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1.0mL

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 葛根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。

葛根湯エキス

製法 「カッコン」8 g, 「マオウ」4 g, 「タイソウ」4 g, 「ケイヒ」3 g, 「シャクヤク」3 g, 「カンゾウ」2 g 及び「ショウキョウ」1 g, 又は「カッコン」4 g, 「マオウ」4 g, 「タイソウ」3 g, 「ケイヒ」2 g, 「シャクヤク」2 g, 「カンゾウ」2 g 及び「ショウキョウ」1 g, 又は「カッコン」4 g, 「マオウ」3 g, 「タイソウ」3 g, 「ケイヒ」2 g, 「シャクヤク」2 g, 「カンゾウ」2 g 及び「ショウキョウ」1 g, 又は「カッコン」4 g, 「マオウ」3 g, 「タイソウ」3 g, 「ケイヒ」2 g, 「シャクヤク」2 g, 「カンゾウ」2 g 及び「ショウキョウ」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、味は初め甘く、後に辛く、やや苦い。

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、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。別にプエラリン標準品 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 (カッコン)。

(2) 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。別に塩酸エフェドリン 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 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (7 : 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。これにニンヒドリン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_f 値が等しい (マオウ)。

(3) 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、ヘキサン層をとり、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 (E)-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 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たい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ケイヒ)。

(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)。

(5) 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)。

(6) 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)。

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 10.0%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 10.0%以下。

定量法

(1) 総アルカロイド [エフェドリン及びプソイドエフェドリン] 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。別に定量用塩酸エフェドリンを 105°C で 3 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 \rightarrow 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 \rightarrow 2) 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、試料溶液のエフェドリン及びプソイドエフェドリンのピーク面積 A_{TE} 及び A_{TP} 並びに標準溶液のエフェドリンのピーク面積 A_S を測定する。

総アルカロイド [エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO$) 及びプソイドエフェドリン ($C_{10}H_{15}NO$)] の量 (mg)

$$= W_S \times \{(A_{TE} + A_{TP}) / A_S\} \times 0.819 \times (1 / 10)$$

W_S : 定量用塩酸エフェドリンの秤取量 (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てんする。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 130）/アセトニトリル/リン酸混液（650：350：1）

流量：毎分 1.0 mL（エフェドリンの保持時間約 27 分）

システム適合性

システムの性能：定量用塩酸エフェドリン及び塩酸プソイドエフェドリン 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、プソイドエフェドリン、エフェドリンの順に溶出し、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、エフェドリ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 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL を正確に量り、あらかじめ、カラムクロマトグラフィー用ポリアミド 2 g を用いて調製したカラムに入れ、水で流出させ正確に 20 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 → 2）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（1 → 2）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℃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。

(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。

グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$) 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℃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 カノコソウの条生薬の性状の項の次に次の一項を加える。

カノコソウ

純度試験 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 カノコソウ末の条生薬の性状の項の次に次の一項を加える。

カノコソウ末

純度試験 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）。

医薬品各条の部 加味逍遙散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。

加味逍遙散エキス

製法 「トウキ」3 g，「シャクヤク」3 g，「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「サイコ」3 g，「ボタンピ」2 g，「サンシシ」2 g，「カンゾウ」2 g，「ショウキョウ」1 g 及び「ハッカ」1 g，又は「トウキ」3 g，「シャクヤク」3 g，「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「サイコ」3 g，「ボタンピ」2 g，「サンシシ」2 g，「カンゾウ」1.5 g，「ショウキョウ」1 g 及び「ハッカ」1 g，又は「トウキ」3 g，「シャクヤク」3 g，「ビャクジュツ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「サイコ」3 g，「ボタンピ」2 g，「サンシシ」2 g，「カンゾウ」1.5 g，「ショウキョウ」1.5 g 及び「ハッカ」1 g，又は「トウキ」3 g，「シャクヤク」3 g，「ビャクジュツ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「サイコ」3 g，「ボタンピ」2 g，「サンシシ」2 g，「カンゾウ」1.5 g，「ショウキョウ」0.5 g 及び「ハッカ」1 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 本品は黄褐色～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，やや辛く，後に苦い。

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 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(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)。

(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。別にアルビフロリン 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 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/アンモニア水 (28) 混液 (6:3:2) 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 $^{\circ}$ 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、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の色を蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい (シャクヤク)。

(3) (ビャクジュツ配合処方) 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、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 1-ナフトール・硫酸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)。

(4) (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 $^{\circ}$ 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)。

(5) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水酸化ナトリウム試液 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サイコサボンin 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 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/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)。

(6) 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 15 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/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 $^{\circ}$ 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)。

(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ゲニポシド 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/アンモニア水 (28) 混液 (6 : 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 (サンシシ)。

(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 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/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) 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 [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 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) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、薄めたリン酸 (1 \rightarrow 30) 10 mL を加えて振り混ぜた後、酢酸エチル 15 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「ハッカ」の粉末 0.2 g に薄めたリン酸 (1 \rightarrow 30) 10 mL を加えて振り混ぜた後、酢酸エチル 15 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 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/水/ギ酸混液 (10 : 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、標準溶液から得た赤紫色のスポット (R_f 値 0.6 付近) と色調及び R_f 値が等しい (ハッカ)。

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 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 10.0% 以下。

定量法

(1) 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 → 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．

$$\text{ペオニフロリン (C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_{11}) \text{ の量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/2)$$

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℃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 → 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．

(2) ゲニボシド 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ゲニボ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，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．

$$\text{ゲニボシドの量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/2)$$

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：紫外吸光光度計（測定波長：240 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/リン酸混液（900：100：1）

流量：毎分 1.0 mL（ゲニボシドの保持時間約 10 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，ゲニボシド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，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．

(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 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: 薄めた酢酸 (31) (1 \rightarrow 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 μL 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 μL 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 カンキョウの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

カンキョウ

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 カンゾウエキスの条純度試験の項を次のように改める。

カンゾウエキス

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) 不溶物 本品 2.0 g を水 18 mL に溶かし, ろ過する。ろ液 10 mL にエタノール (95) 5 mL を加えるとき, 液は澄明である。

医薬品各条の部 カンゾウ粗エキスの条純度試験の項を次のように改める。

カンゾウ粗エキス

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) 水不溶物 本品の粉末 5.0 g に水 100 mL を加えて煮沸し, 冷後, 質量既知のろ紙を用いてろ過し, 水洗した後, 残留物を 105°C で 5 時間乾燥するとき, その量は 1.25 g 以下である。

(3) 異物 (2) のろ液は強い苦味がない。

(4) でんぷん 本品の粉末約 1 g に水を加えて 20 mL とし、よく振り混ぜてろ過し、ろ紙上の残留物を鏡検するとき、でんぷん粒を認めない。

医薬品各条の部 キキョウ流エキスの条純度試験の項を次のように改める。

キキョウ流エキス

純度試験

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

(2) でんぷん 本品 1 mL に水 4 mL を混和し、これに希ヨウ素試液 1 滴を加えるとき、液は紫色又は青色を呈しない。

医薬品各条の部 キョウカツの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

キョウカツ

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本の粉末品 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 キョウニンの条確認試験の項を次のように改める。

キョウニン

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 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。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、 R_f 値 0.7 付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める。また、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 クジンの条純度試験の項を次のように改める。

クジン

純度試験

(1) 茎 本品は茎 10.0% 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〉 本品は茎以外の異物 1.0% 以上を含まない。

医薬品各条の部 クジン末の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

クジン末

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 ケイガイの条の次に次の一条を加える。

桂枝茯苓丸エキス

Keishibukuryogan 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、(E)-ケイ皮酸 0.6 ~ 2.4 mg (ケイヒ 3 g の処方), 0.8 ~ 3.2 mg (ケイヒ 4 g の処方), ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$: 480.46) 30 ~ 90 mg (ボタンピ, シャクヤク 3 g の処方), 40 ~ 120 mg (ボタンピ, シャクヤク 4 g の処方) 及びアミグダリン 21 ~ 63 mg (トウニン 3 g の処方), 28 ~ 84 mg (トウニン 4 g の処方) を含む。

製法 「ケイヒ」4 g, 「ブクリョウ」4 g, 「ボタンピ」4 g, 「トウニン」4 g 及び「シャクヤク」4 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, 又は「ケイヒ」3 g, 「ブクリョウ」3 g, 「ボタンピ」3 g, 「トウニン」3 g 及び「シャクヤク」3 g の生薬をとり、エキス剤の製法により浸出液を製し、「軽質無水ケイ酸」を添加し乾燥エキスとする。

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、味は初めやや甘く、後にわずかに苦い。

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) 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 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 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/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℃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たい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(ボタンビ)。

(3) 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり、メタノール10mLを加えて振り混ぜた後、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アミグダリン2mgをメタノール1mL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10cm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℃で10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、標準溶液から得た緑褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(トウニン)。

(4) 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり、水10mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタノール5mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアルピフロリン1mgをメタノール1mL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/アンモニア水(28)混液(6:3:2)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℃で5分間加熱した後、紫外線(主波長365nm)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、標準溶液から得ただいたい色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい(シヤクヤク)。

純度試験

(1) 重金属(1.07) 乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0g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(30ppm以下)。

(2) ヒ素(1.11) 乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67g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(3ppm以下)。

乾燥減量(2.41) 乾燥エキス 10.0%以下(1g, 105℃, 5時間)。

軟エキス 66.7%以下(1g, 105℃, 5時間)。

灰分(5.01) 換算した乾燥物に対し、10.0%以下、ただし「軽質無水ケイ酸」を添加したものは9.0～18.0%。

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0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール(1→2)50mL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10mgを精密に量り、薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mL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: 273nm)

カラム: 内径4.6mm, 長さ15cm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/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 μL 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 μL 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) 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 50 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。

$$\text{ペオニフロリン (C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_{11}) \text{ の量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S)$$

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 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：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 μL 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 μL 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) アミグダリン 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 \rightarrow 2) に溶かして正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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、それぞれの液のアミグダリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{アミグダリンの量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S)$$

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 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：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 μL 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 μL 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。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ゲンチアナの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ゲンチアナ

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 ゲンチアナ末の条純度試験の項を次のように改める。

ゲンチアナ末

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，石細胞及び繊維を認めない。

医薬品各条の部 コウブシの条生薬の性状の項の次に次の一項を加える。

コウブシ

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)。

医薬品各条の部 コウブシ末の条純度試験の項を次のように改める。

コウブシ末

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) 異物 本品を鏡検 (5.01) するとき，石細胞以外の著しく木化した細胞及び結晶を認めない。

医薬品各条の部 コウボクの条基原の項及び成分含量測定法の項を次のように改める。

コウボク

本品はホオノキ *Magnolia obovata* Thunberg, *Magnolia officinalis* Rehder et Wilson 又は *Magnolia officinalis* Rehder et Wilson var. *biloba* Rehder et Wilson (*Magnoliaceae*) の樹皮である。

本品はマグノロール 0.8%以上を含む。

成分含量測定法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り、薄めたメタノール (7 → 10) 40 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 20 分間加熱し、冷後、ろ過する。残留物は、薄めたメタノール (7 → 10) 40 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 (7 → 10) 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) により試験を行う。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。

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

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：289nm)

カラム：内径 4 ~ 6 mm, 長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 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/酢酸 (100) 混液 (50 : 50 : 1)

流量：マグノロールの保持時間が約 14 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 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。

医薬品各条の部 コウボク末の条成分含量測定法の項を次のように改める。

コウボク末

成分含量測定法 本品約 0.5g を精密に量り、薄めたメタノール (7 → 10) 40 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 20 分間加熱し、冷後、ろ過する。残留物は、薄めたメタノール (7 → 10) 40 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 (7 → 10) 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 10mg 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) により試験を行う。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。

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

W_3 : 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 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 289 nm)

カラム : 内径 4 ~ 6 mm, 長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 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 : 20°C 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 : マグノロールの保持時間が約 14 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 μL 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 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、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。

医薬品各条の部 コロンボの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

コロンボ

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 コロンボ末の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

コロンボ末

純度試験 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 コンズランゴ流エキスの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

コンズランゴ流エキス

純度試験 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、流エキス剤 (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 サイシンの条純度試験の条を次のように改める。

サイシン

純度試験

- (1) 地上部 本品は地上部を含まない。
- (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) 本品は地上部以外の異物 1.0% 以上を含まない。