

トウニン

基原の項を次のように改める。

本品はモモ *Prunus persica* Batsch 又は *Prunus persica* Batsch var. *davidiana* 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1.2%以上を含む。

純度試験の項の次に次を追加する。

乾燥減量 (5.01) 8.0%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 (2.01) 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。

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。

トウニン末

基原の項を次のように改める。

本品は「トウニン」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、アミグダリン 1.2%以上を含む。

酸不溶性灰分の項の次に次を追加する。

成分含量測定法 本品約 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 (2.01) 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。

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

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。

ニクズク

Nutmeg

MYRISTICAE SEMEN

肉豆蔻

肉豆蔻

本品はニクズク *Myristica fragrans* Houttuyn (*Myristicaceae*) の種子で、通例、種皮を除いたものである。

生薬の性状 本品は卵球形～長球形で、長さ 1.5 ～ 3.0 cm、径 1.3 ～ 2.0 cm である。外面は灰褐色を呈し、縦に走る広くて浅いみぞと網目よりの細かいしわがある。通例、一端には灰白色～灰黄色のわずかに突出したへそがあり、他端には灰褐色～暗褐色のわずかにくぼんだ合点がある。切面は暗褐色の薄い外胚乳が淡黄白色～淡褐色の内胚乳に不規則に入り込んで、大理石のような模様を呈する。

本品は特異な強いにおいがあり、味は辛くてわずかに苦い。

本品の横切片を鏡検 (5.01) するとき、外胚乳は外層と内層からなり、外層は暗赤褐色の内容物を含む柔組織からなる。内層は赤褐色の内容物を含む柔組織からなり、大型の油細胞が多数認められるほか、ところどころに維管束が認められる。内胚乳の柔細胞中に単粒又は複粒のでんぷん粒及びアリュロン粒が認められる。

確認試験 本品の粉末 1 g にメタノール 5 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、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ミスチシン 2 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (9:1) 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。

乾燥減量 (5.01) 16.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 (5.01) 2.5 % 以下。

精油含量 (5.01) 本品の粉末 10.0 g をとり、試験を行うとき、その量は 0.5 mL 以上である。

八味地黄丸エキス

Hachimijiogan 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 (ボタンビ 3 g の処方), 5 ~ 15 mg (ボタンビ 2.5 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 「ジオウ」5 g, 「サンシュユ」3 g, 「サンヤク」3 g, 「タクシャ」3 g, 「ブクリョウ」3 g, 「ボタンビ」3 g, 「ケイヒ」1 g 及び「ブシ」のブシ 1, 「ブシ末」のブシ末 1 又は「ブシ末」のブシ末 2 1 g, 又は「ジオウ」6 g, 「サンシュユ」3 g, 「サンヤク」3 g, 「タクシャ」3 g, 「ブクリョウ」3 g, 「ボタンビ」2.5 g, 「ケイヒ」1 g 及び「ブシ末」のブシ末 1 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 本品は灰褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで、特異なおいがあり、味はやや苦く、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/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 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 (ボタンビ)。

(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た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2.0g(軟エキスは6.0g)をとり、水10mLを加えて振り混ぜた後、ヘキサン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10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(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3.0g(軟エキスは9.0g)をとり、ジエチルエーテル20mL及びアンモニア試液2mL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1mL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1mgをエタノール(99.5)10mL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10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラッグ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) 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)。

(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1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)を正確に量り、ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後、0.1mol/L塩酸試液3.0mL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20mL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1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mL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)10mL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1mL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10mL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231nm、ジェサコニチンは254nm)

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：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1.0mL(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254nm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231nm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 8.5%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。

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 → 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 → 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。

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

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 → 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°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。

(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℃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。

ボウフウ

生薬の性状の項の次に次を追加する。

確認試験 本品の粉末 1 g にメタノール 5 mL を加えて 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ィー用 4'-*O*-グルコシル-5-*O*-メチルピサミノール 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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液 (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色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

ボクソク
Quercus Bark
QUERCUS CORTEX
樺楸

本品はクヌギ *Quercus acutissima* Carruthers, コナラ *Quercus serrata* Murray, ミズナラ *Quercus mongolica* Fischer ex Ledebour var. *crispula* (Blume) Ohashi 又はアベマキ *Quercus variabilis* Blume (Fagaceae) の樹皮である。

生薬の性状 本品は板状又は半管状の皮片で、厚さ 5 ~ 15 mm, 外面は灰褐色~暗褐色を呈し、内面は褐色~淡褐色を呈する。外面は厚い周皮を付け、縦に粗い裂け目があり、内面には縦の隆起線がある。横切面は褐色~淡褐色を呈し、ところどころに石細胞群による白色の細点を認める。

本品にはおい及び味はほとんどない。

本品の横切片を鏡検 (5.01) するとき、コルク層にはコルク石細胞が散在し、二次皮層には繊維群がほぼ階段状に並び、大きな石細胞群が不規則に配列する。柔組織中にシュウ酸カルシウムの集晶が散在する。石細胞や繊維細胞に隣接してシュウ酸カルシウムの単晶を含む細胞が認められ、縦切片では結晶細胞列となる。

確認試験 本品の粉末 2 g に酢酸エチル 10 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、酢酸エチルを除く。残留物にアセトン 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。次に酢酸エチル/メタノール/水混液 (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。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、 R_f 値 0.4 付近に異なる色の蛍光を発する連続した 2 個のスポットを認める。更に希硫酸を均等に噴霧し、105°C で加熱した後、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、これらスポットのうち 1 個のスポットは蛍光を発する。

乾燥減量 (5.01) 11.0 % 以下 (6 時間) .

灰分 (5.01) 8.5 % 以下.

酸不溶性灰分 (5.01) 0.5 % 以下.

補中益気湯エキス

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、ヘスペリジン 16 ～ 64 mg、サイコサポニン_{b2} 0.3 ～ 1.2 mg (サイコ 1 g の処方)、0.6 ～ 2.4 mg (サイコ 2 g の処方) 及びグリチルリチン酸 (C₄₂H₆₂O₁₆ : 822.93) 12 ～ 36 mg を含む。

ユウタン

確認試験の項を次のように改める。

確認試験 本品の粉末 0.1 g をとり、メタノール 5 mL を加え水浴中で 10 分間加温し、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タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム 10 mg をメタノール 5 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 (100) / トルエン / 水混液 (10 : 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。これに希硫酸を均等に噴霧し、105°C 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、標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい。

確認試験の項の次に次を追加する。

純度試験 他の動物胆 確認試験で得た試料溶液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用グリココール酸ナトリウム 10 mg 及び薄層クロマトグラフィー用ブタ胆汁末 20 mg をそれぞれメタノール 5 mL に溶かし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする。これらの液につき、確認試験を準用して試験を行うとき、試料溶液から得たスポットは標準溶液 (1) から得たグリココール酸のスポットに対応する位置にスポットを認めない。また、標準溶液 (2) から得たブタ胆汁末の R_f 値 0.3 付近のスポットに対応する位置に灰褐色～黒色のスポットを認めない。

リュウガンニク

Longan Aril

LONGAN ARILLUS

竜眼肉

本品はリュウガン *Euphoria longana* Lamarck (*Sapindaceae*) の仮種皮である。

生薬の性状 本品は偏圧された円体で、長さ1～2cm、幅約1cmである。黄赤褐色～黒褐色を呈し、質は柔らかくて粘性である。本品を水に浸して放置するとき、鐘状を呈し、先端は数裂する。

本品は特異なおいがあり、味は甘い。

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、仮種子の最外層は一層の表皮からなり、その内側には偏圧された柔細胞からなる柔組織があり、最内層はやや厚壁化した表皮からなる。柔組織中には、赤褐色～褐色の内容物及びシュウ酸カルシウムの単晶、不定形の結晶及び砂晶を含む。

確認試験 本品の粗切1gに水10mLを加えてよく振りまぜた後、ろ過する。ろ液3mLにフェーリング試液3mLを加え、水浴中で加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

灰分〈5.01〉 5.0%以下。

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 75.0%以上。

リュウコツ

確認試験(2)の項を次のように改める。

確認試験

(2) (1) で得た混濁液は特異なにおいを発する。この液をろ過し、アンモニア試液で中和した液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)、(2)及び(3)を呈する。

純度試験(1)の重金属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 2.0 g に水 5 mL を加えて振り混ぜた後、徐々に塩酸 6 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を水 50 mL に溶かし、ろ過する。ろ液 25 mL に希酢酸 2 mL、アンモニア試液 1 滴及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 3 mL を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

なお、エキス剤又は浸剤・煎剤に用いる旨を表示するものについての操作法及び限度値は次のとおりとする。

本品の粉末 20.0 g に水 80 mL を加えて、水浴中で時々振り混ぜながら、液量が約 40 mL になるまで加熱し、冷後、ろ過する。この液につき、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (0.5 ppm 以下)。

ロートコン

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 4.5 mL を加える (15 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)。

ローヤルゼリー

Royal Jelly

APILAC

本品はヨーロッパミツバチ *Apis mellifera* Linné 又はトウヨウミツバチ *Apis indica* Radoszkowski (*Apidae*) の頭部にある分泌腺から分泌される粘稠性のある液又はそれを乾燥したものである。

本品は換算した生葉の乾燥物に対し、10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸 4.0 ~ 8.0%を含む。

生葉の性状 本品は乳白色～淡黄色のやや粘稠な液又は粉末で、特異なおいがあり、収れん性の酸味がある。

確認試験 本品の乾燥物 0.2 g に対応する量を取り、水 5 mL、希塩酸 1 mL 及びジエチルエーテル 10 mL を加えて、15 分間振り混ぜ、遠心分離する。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸 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(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 1-プロパノール/アンモニア水 (28) 混液 (7:3) 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、標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品の乾燥物 1.0 g に対応する量を取り、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 (30 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品の乾燥物 0.40 g に対応する量を取り、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 (5.01) やや粘稠な液のもの 57.0 ~ 77.0 % (6 時間)、粉末のもの 7.0 ~ 13.0% (6 時間)。

灰分 (5.01) 換算した乾燥物に対し、4.0 % 以下。

酸不溶性灰分 (5.01) 換算した乾燥物に対し、0.5 % 以下。

成分含量測定法 本品の乾燥物 0.2 g に対応する量を精密に量り、メタノール 20 mL を加え、30 分間超音波処理して分散させた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、水 25 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸約 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 3 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、水 25 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、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、内標準物質のピーク面積に対する 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$10\text{-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸の量 (mg)} = W_S \times (Q_T / Q_S) \times (3/4)$$

W_S : 成分含量測定用 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液 (1 → 5000)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 215 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: 50°C 付近の一定温度

移動相: 水/液体クロマトグラフィー用メタノール/リン酸混液 (550 : 450 : 1)

流量: 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸の保持時間が約 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: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 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、内標準物質のピーク面積に対する 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

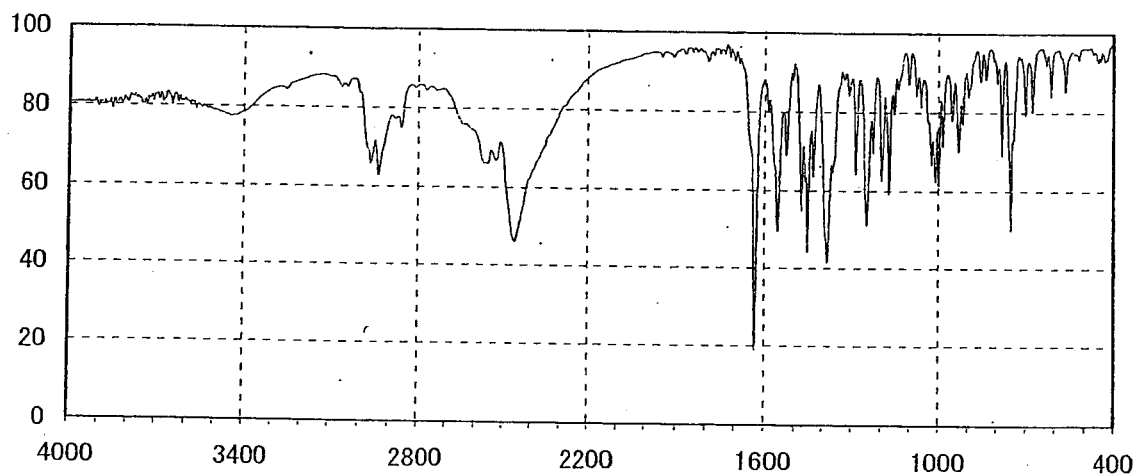
保存条件 凍結を避け、10°C 以下で保存する。

容器 気密容器。

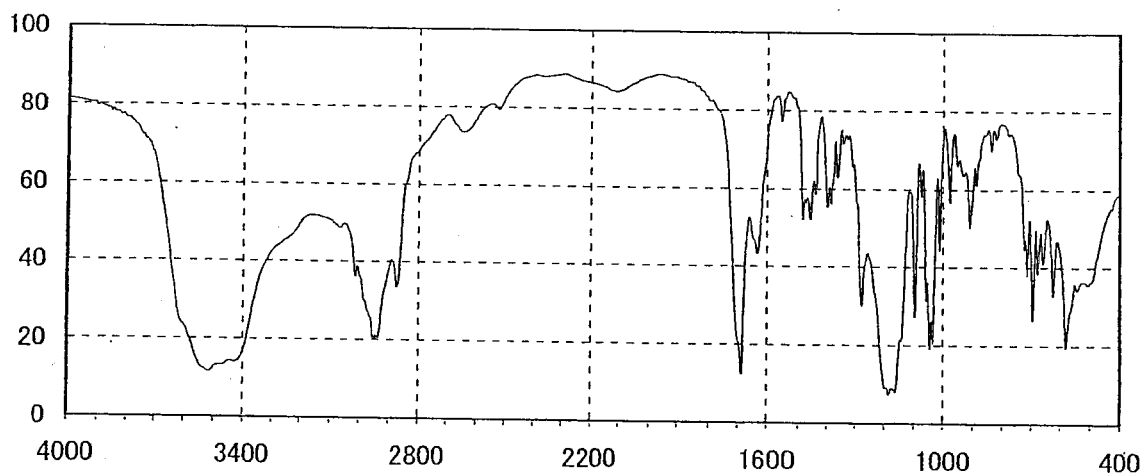
参照赤外吸収スペクトル

次を追加する。

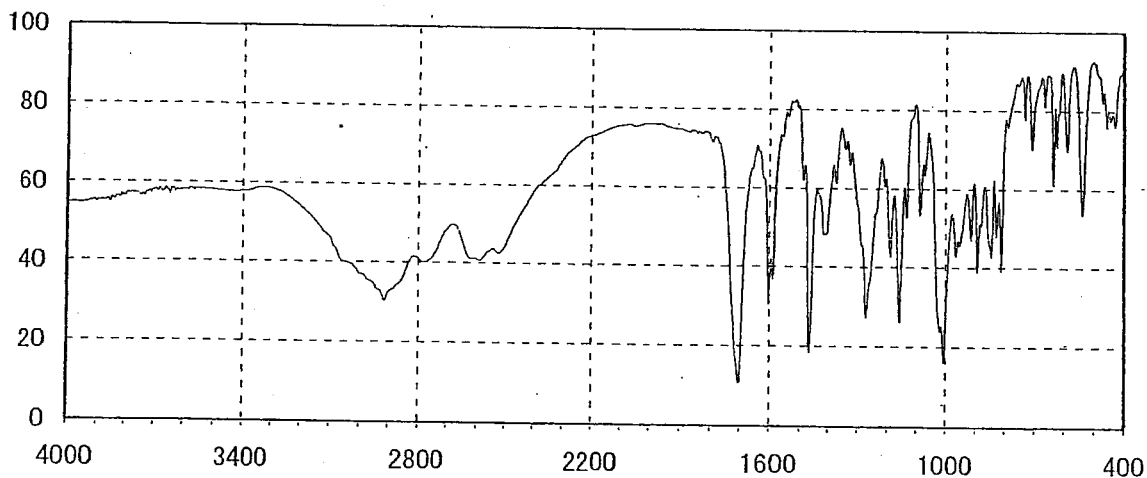
アミオダロン塩酸塩



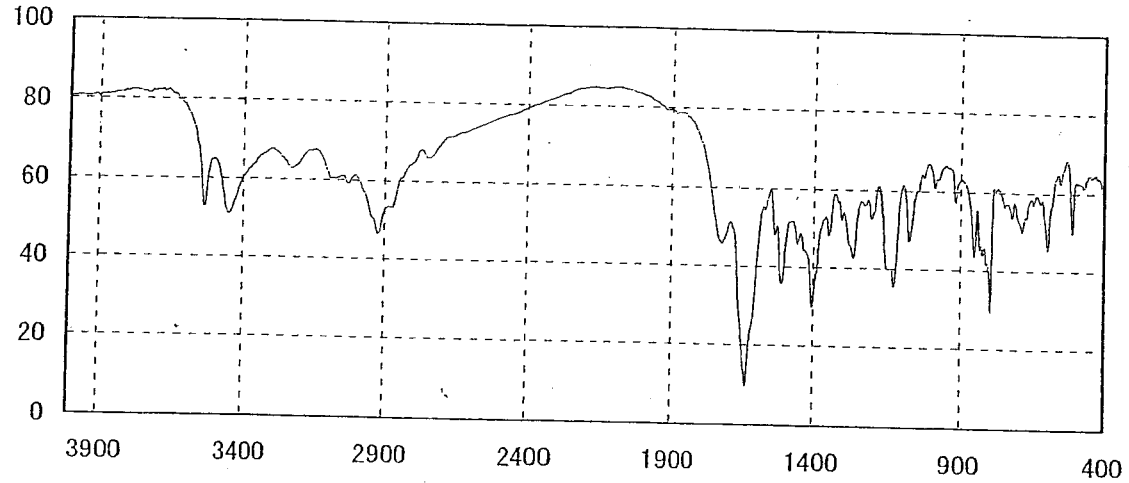
エカベトナトリウム水和物



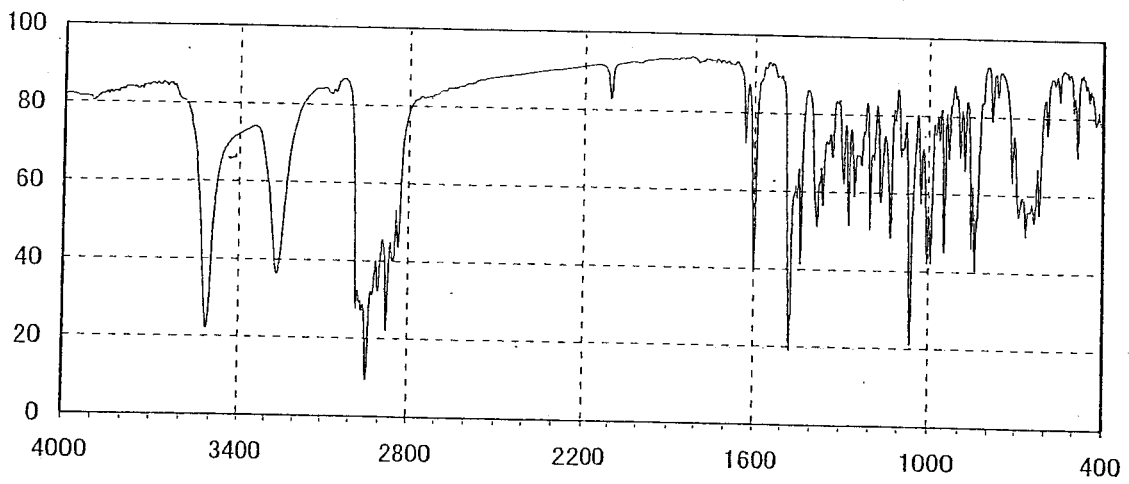
スリンダク



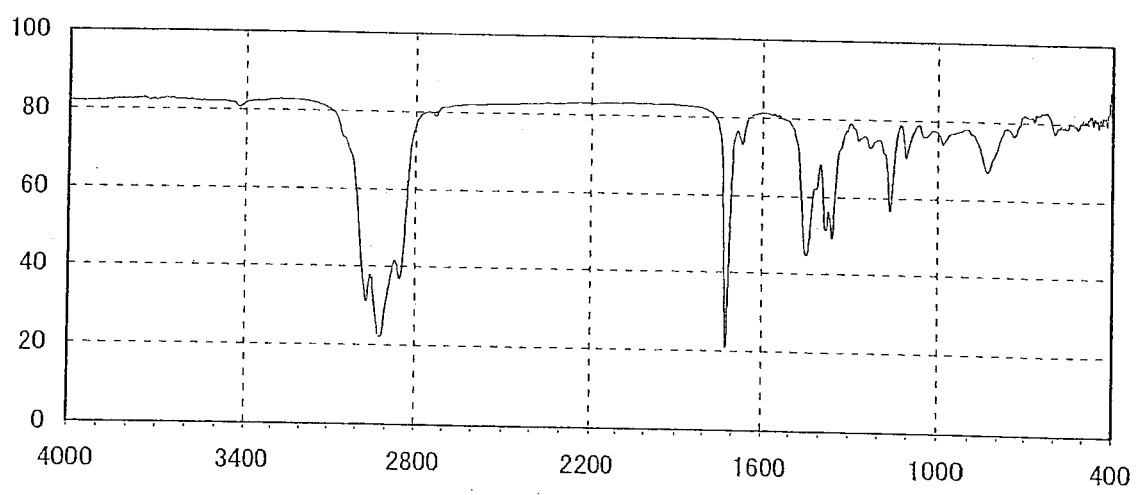
ゾルピデム酒石酸



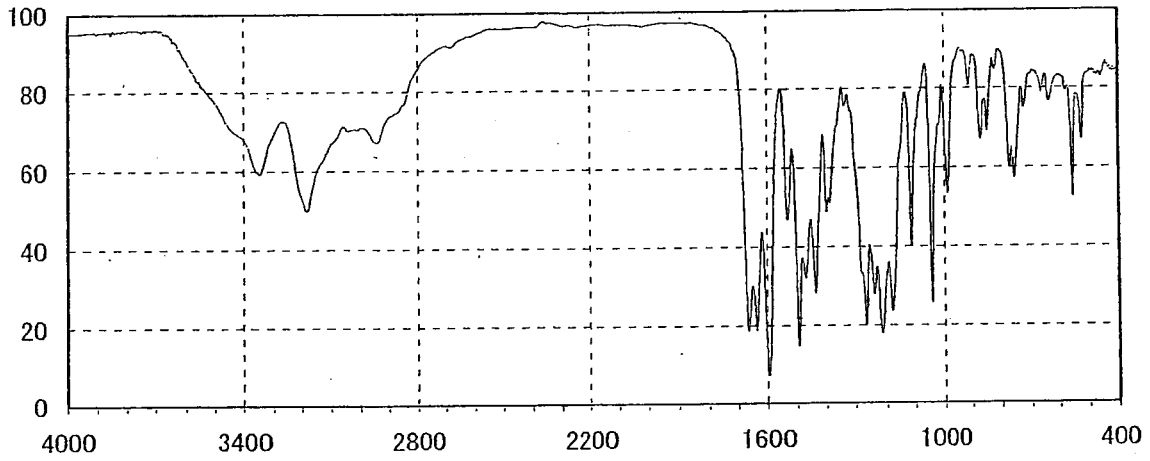
ダナゾール



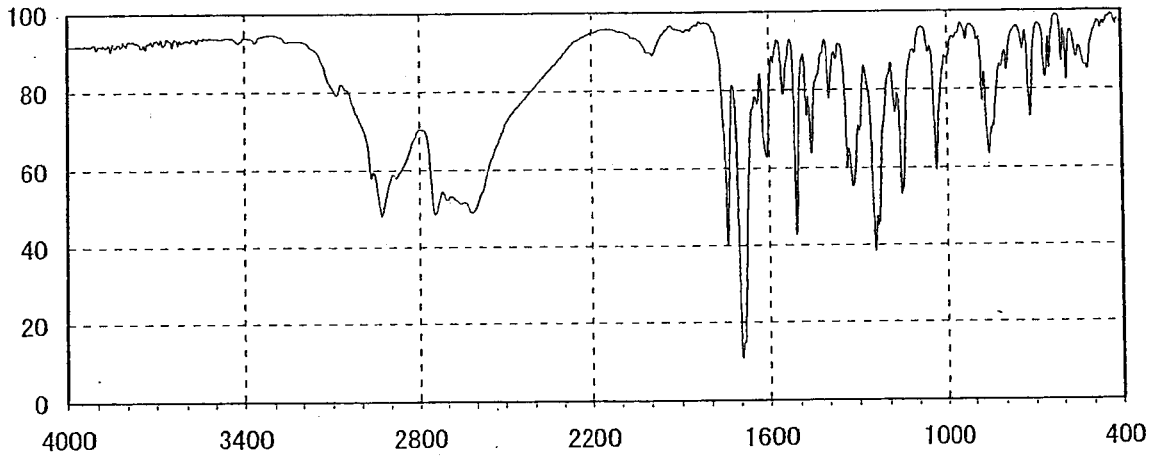
テプレノン



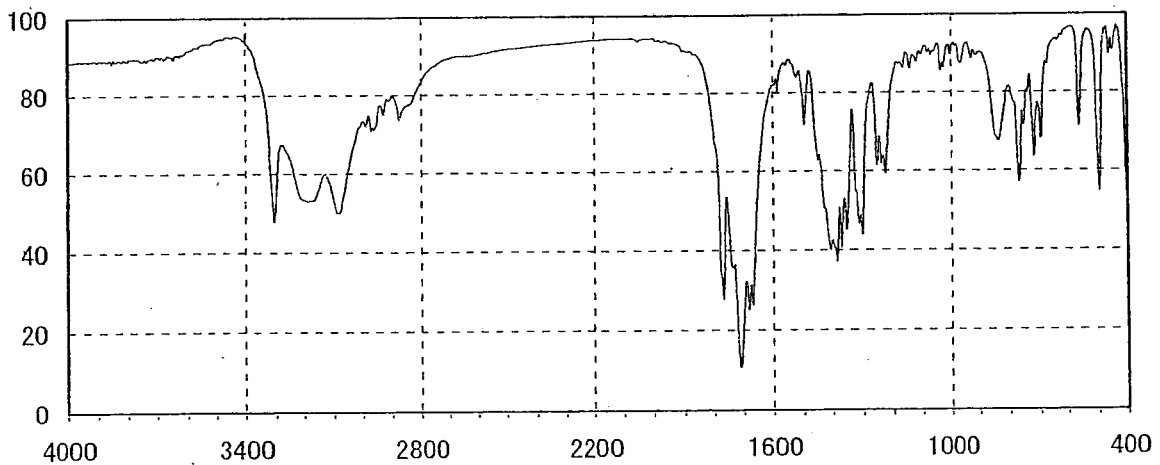
ドキサゾシンメシル酸塩



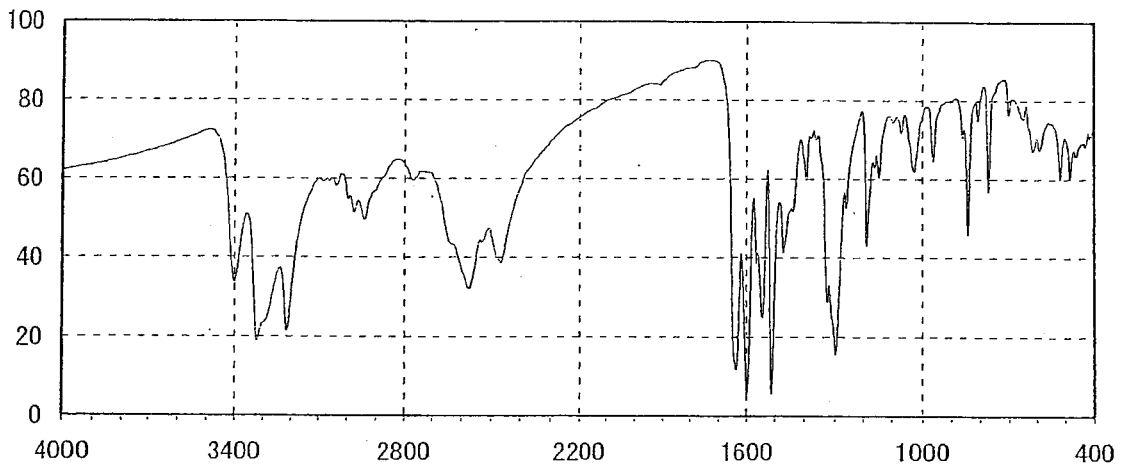
ピオグリタゾン塩酸塩



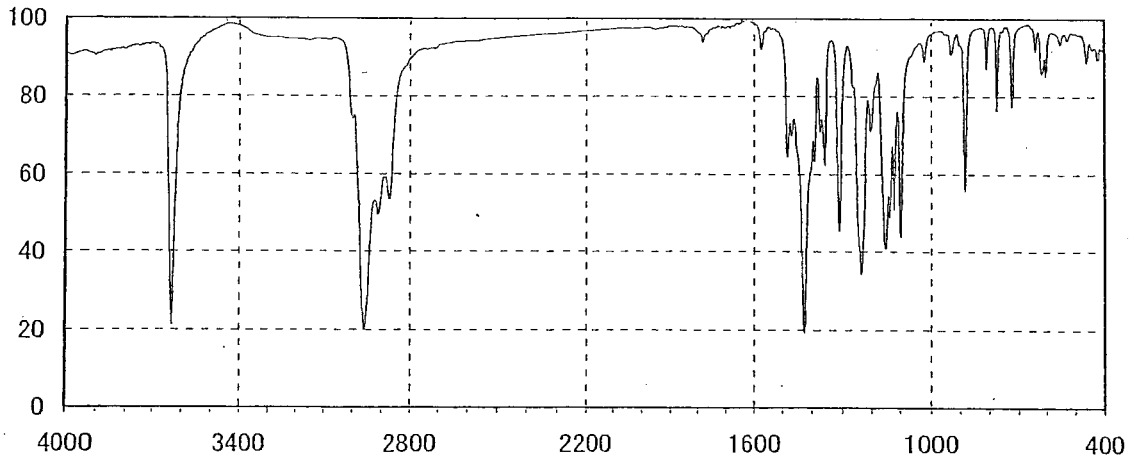
フェノバルビタール



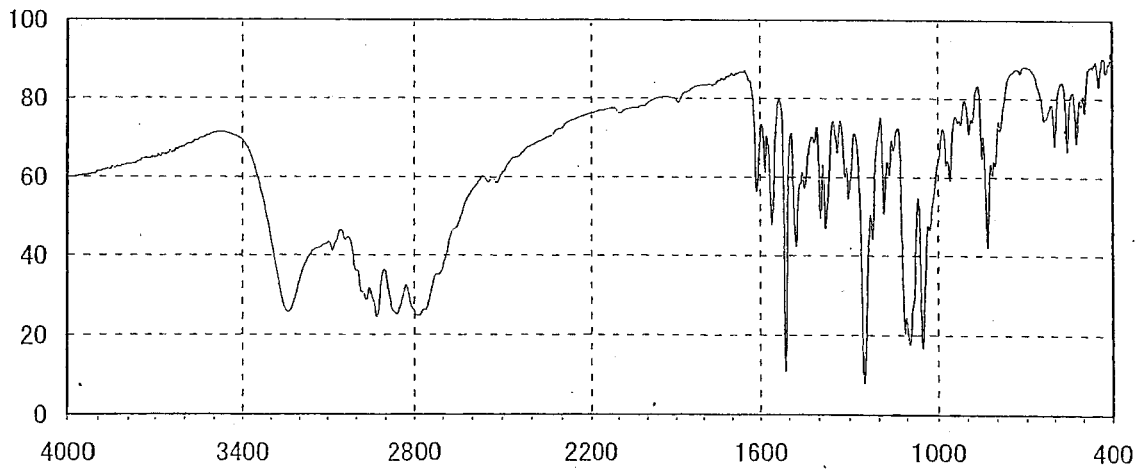
プロカインアミド塩酸塩



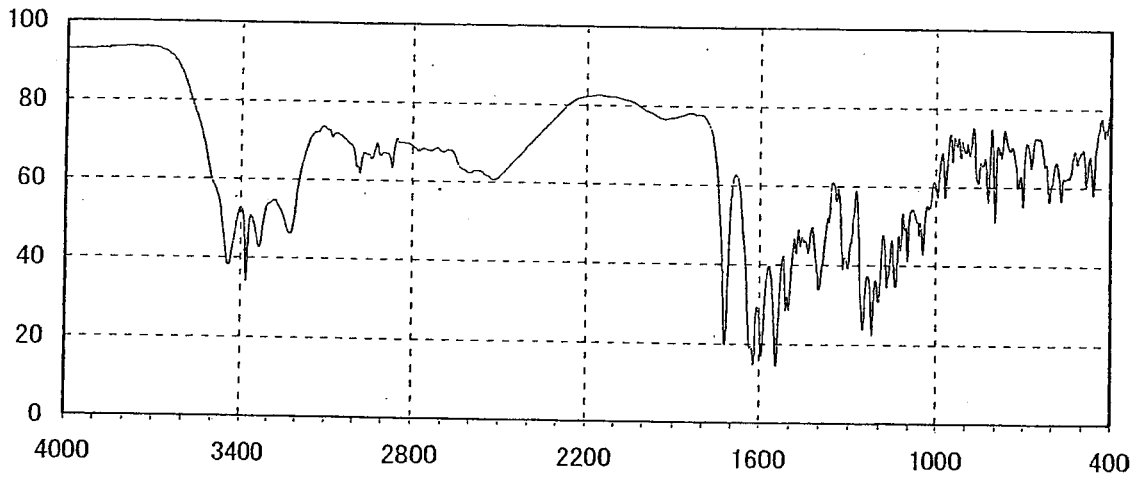
プロブコール

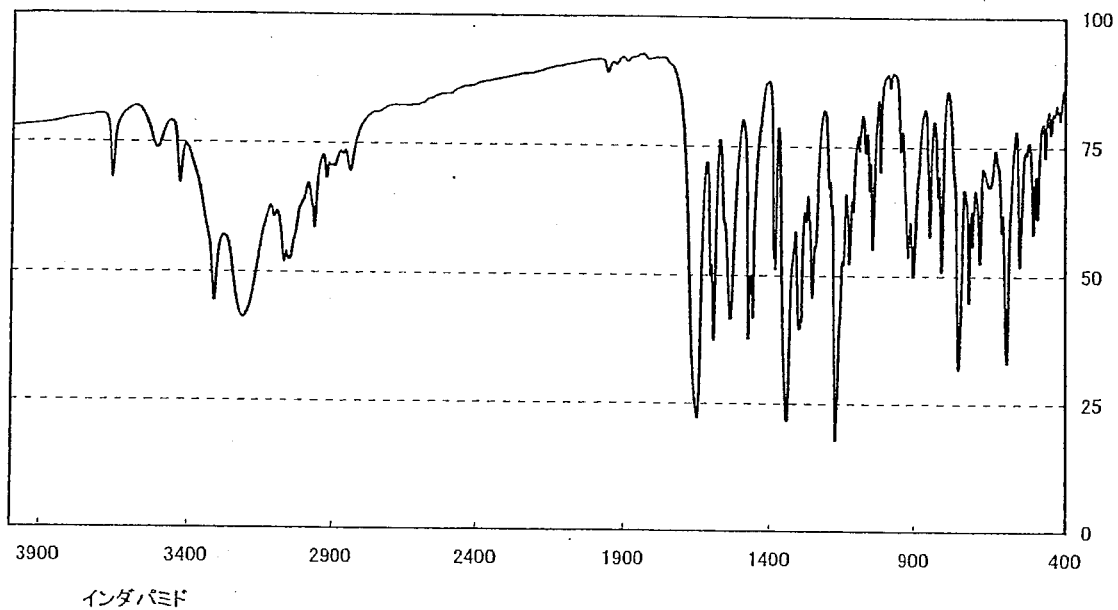


ベタキシロール塩酸塩



モサプリドクエン酸塩水和物

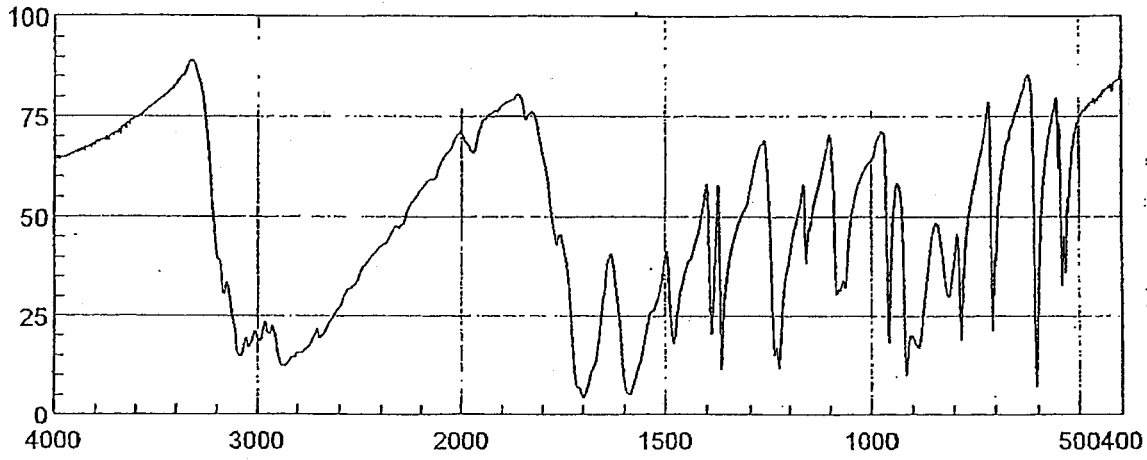




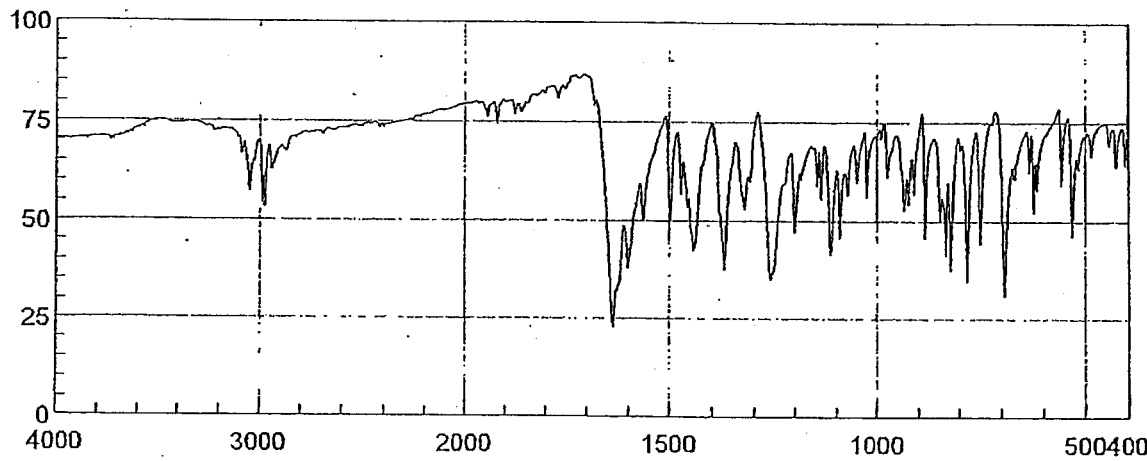
参照赤外吸収スペクトル

次を追加する.

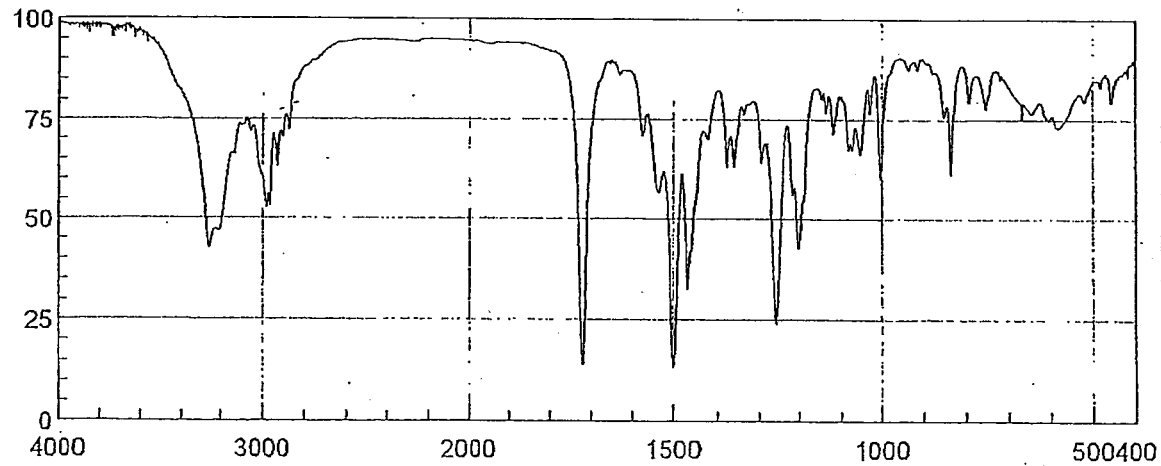
アロプリノール



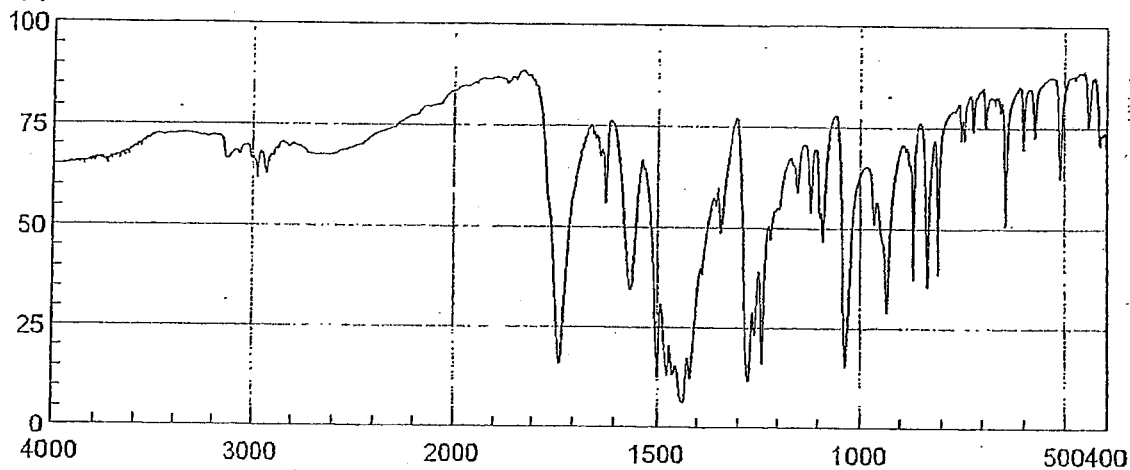
イプリフラボン



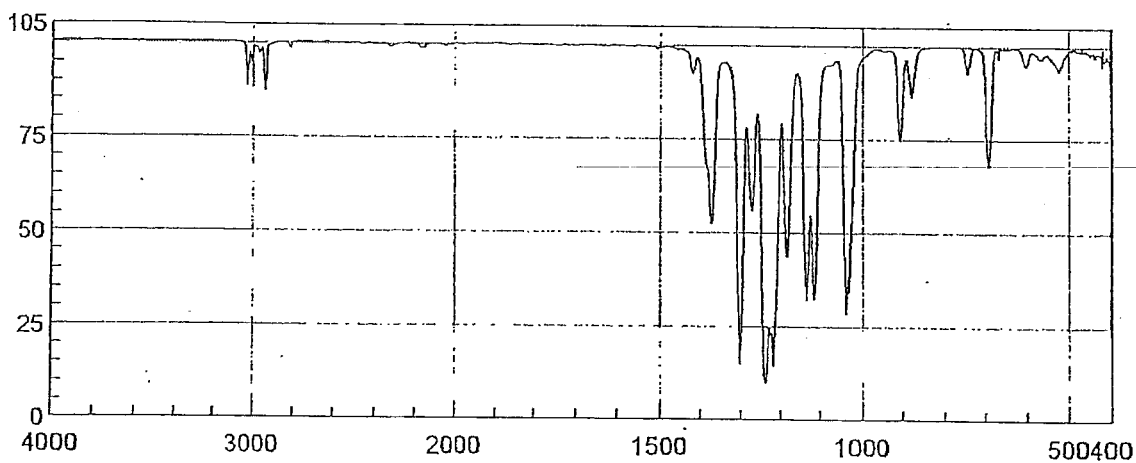
カドララジン



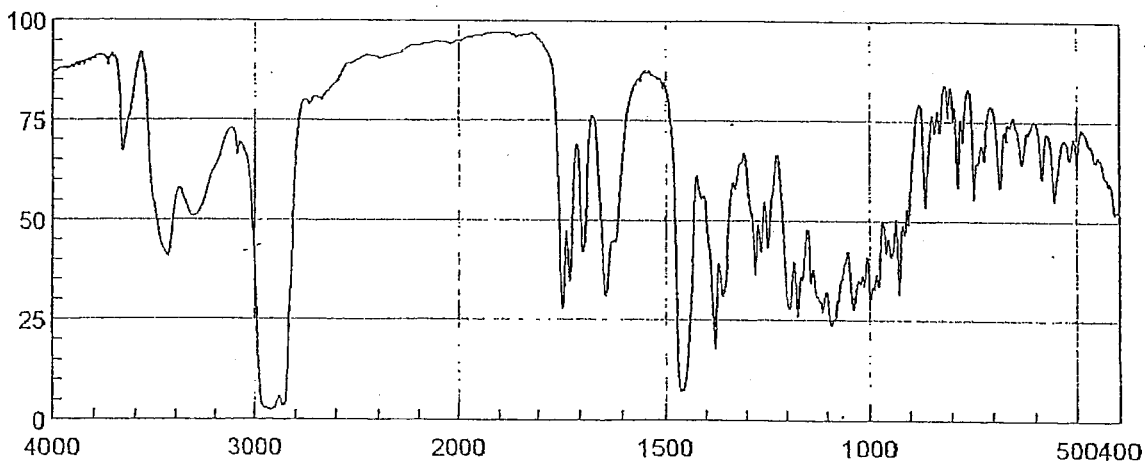
シノキサシン



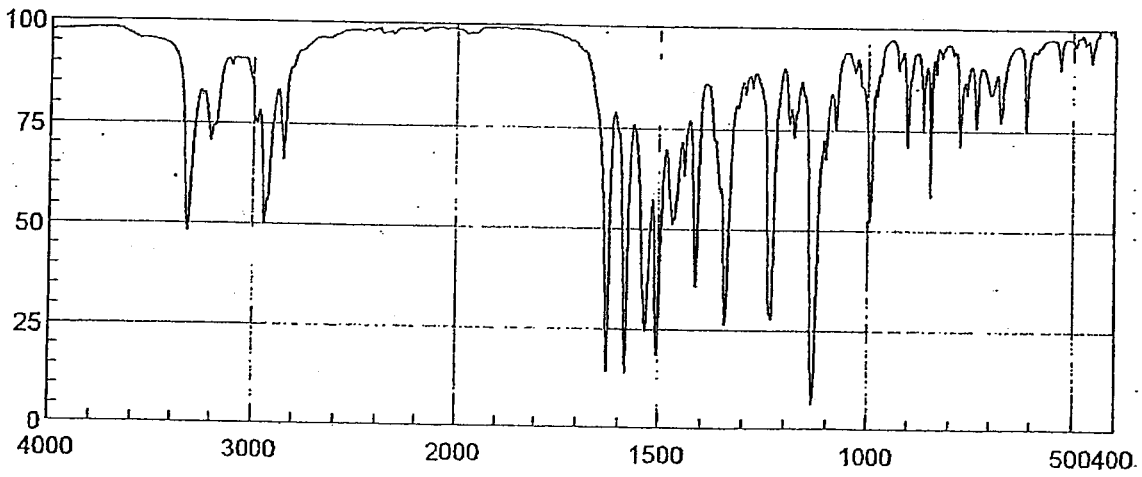
セボフルラン



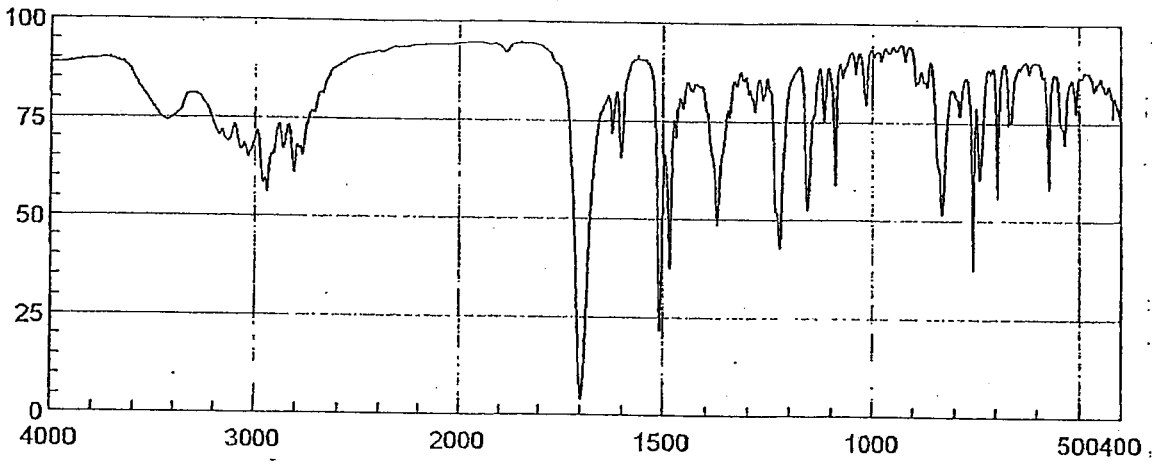
タクロリムス水和物



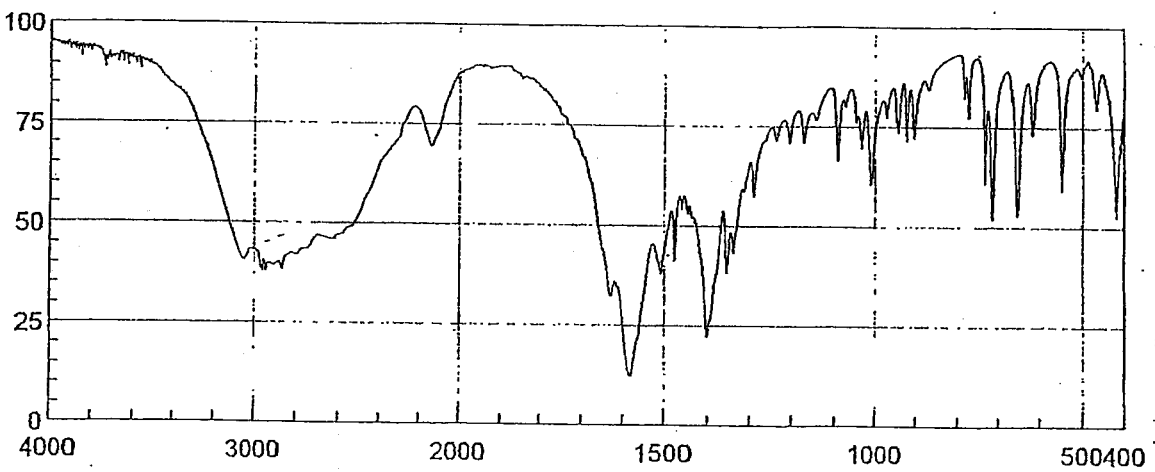
トロキシピド



ピモジド



L-リジン酢酸塩



ロサルタンカリウム

