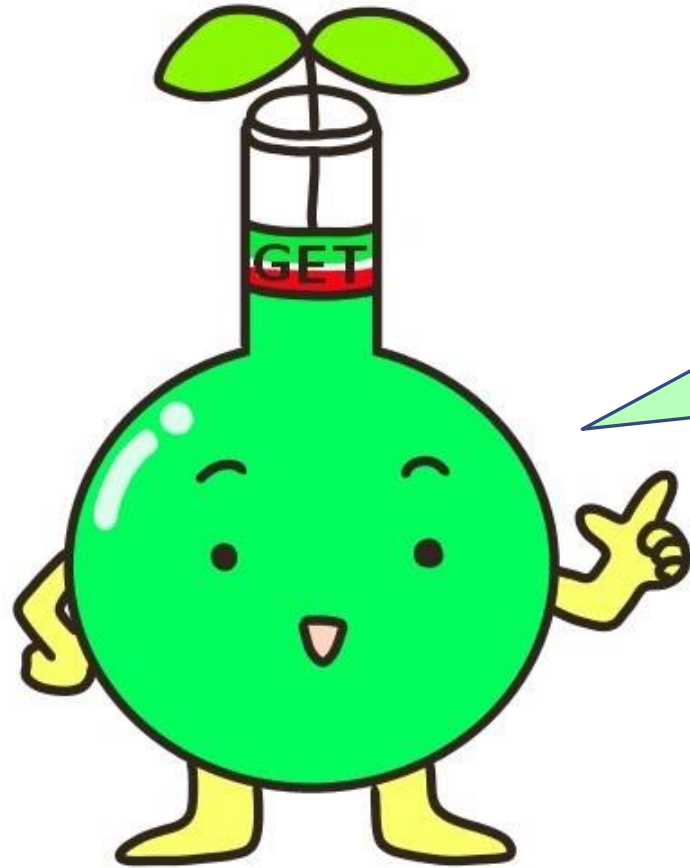


第18改正日本薬局方 第二追補 変更点について (生薬試験法・医薬品各条(生薬等))

2024/07 株式会社環境技研
品質保証部



株式会社 環境技研



第2追補で何が変わったか、
見ていきましょう

第2追補 変更点(改正点)について



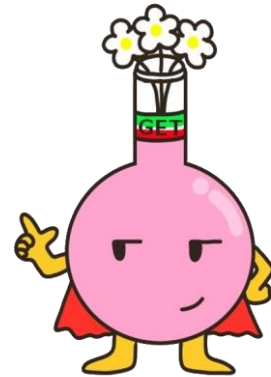
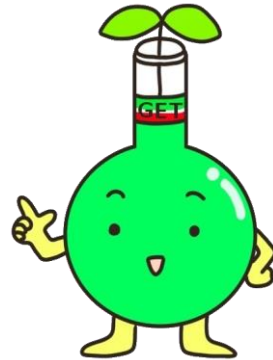
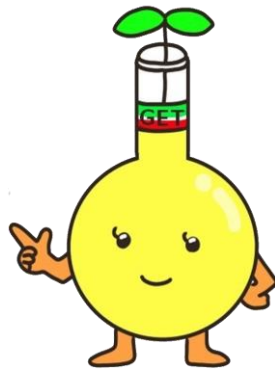
一般試験法(追加)

<5.01>生薬試験法	
JP18／第1追補	第2追補
5.01 生薬試験法 3. 鏡検 3.2. 鏡検用プレパラートの作成 ----- (i) 切片: 切片をスライドガラス上にとり、封入剤1～2滴を滴加した後、気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆う。観察に用いる切片の厚さは、通例、10～20 μmとする。	5.01 生薬試験法 3. 鏡検 3.2. 鏡検用プレパラートの作成 ----- (i) 切片: 横切片若しくは医薬品各条に記載された形態学的特徴及び要素を確認可能な任意の方向で切片を作成する。 切片をスライドガラス上にとり、封入剤1～2滴を滴下した後、気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆う。観察に用いる切片の厚さは、通例、10～20 μmとする。
3.3. 生薬の性状の項の各要素の観察 ----- 切片は、 通例、外側から内側に向かい、次いで細胞内容物の順に 医薬品各条 に記載されており、この順に観察する。粉末は、特徴的なもの又は多量に出現するもの、まれに現れるもの、次いで細胞内容物の順に 医薬品各条 に記載されており、この順に観察する。	3.3. 生薬の性状の項の各要素の観察 ----- 生薬の性状における鏡検は、原則、横切片について、 通例、外側から内側に向かい、次いで細胞内容物の順に記載されており、この順に観察する。粉末は、特徴的なもの又は多量に出現するもの、まれに現れるもの、次いで細胞内容物の順に記載されており、この順に観察する。



第2追補 医薬品各条(生薬等)

新規 収載 (1品目)	辛夷清肺湯エキス	削除 (0品目)	なし
-------------------	----------	-------------	----



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
アマチャ	<p>生薬の性状 本品は、通例、しわがよって縮み、暗緑色～暗黄緑色を呈する。水に浸してしわを伸ばすと、ひ針形～鋭頭卵形で、長さ5～15 cm、幅2～10 cm、辺縁に鋸歯があり、基部はややくさび状である。両面に粗毛があり、特に葉脈上に多い。細脈は辺縁に達せず、上方に向かって曲がり、互いに連絡し、葉柄は短く葉身の1/5に達しない。</p> <p>本品は僅かにおいがあり、特異な甘味がある。</p>	<p>生薬の性状 本品は、通例、しわがよって縮み、暗緑色～暗黄緑色を呈する。水に浸してしわを伸ばすと、ひ針形～鋭頭卵形で、長さ5～15 cm、幅2～10 cm、辺縁に鋸歯があり、基部はややくさび状である。向軸面及び背軸面に粗毛があり、特に葉脈上に多い。細脈は辺縁に達しないで上方に向かって曲がり、互いに連絡する。葉柄は短く葉身の1/5に達しない。</p> <p>本品は僅かにおいがあり、特異な甘味がある。</p>
インゲンコウ	<p>生薬の性状 本品は卵形～球形の長さ1.5～2 mm、径約2mmの頭花を主とし、糸状の葉と小花柄からなる。頭花の外面は淡緑色～淡黄褐色、葉の外面は緑色～緑褐色、小花柄の外面は緑褐色～暗褐色を呈する。頭花をルーペ視するとき、総苞片は3～4列に覆瓦状に並び、外片は卵形で、先端は鈍形、内片は楕円形で外片より長く、長さ1.5 mm、内片の中央部は竜骨状となり、周辺部は広く薄膜質となる。小花は筒状花で、頭花の周辺部のもは雌性花、中央部は両性花である。そう果は倒卵形で、長さ0.8 mmである。質は軽い。</p> <p>本品は特異な弱いにおいがあり、味はやや辛く、僅かに麻痺性である。</p>	<p>生薬の性状 本品は卵形～球形の長さ1.5～2 mm、径約2mmの頭花を主とし、その柄と糸状の葉からなる。頭花の外面は淡緑色～淡黄褐色、柄の外面は緑褐色～暗褐色、葉の外面は緑色～緑褐色を呈する。頭花をルーペ視するとき、総苞片は3～4列に覆瓦状に並び、外片は卵形で、先端は鈍形、内片は楕円形で外片より長く、長さ1.5 mm、内片の中央部は竜骨状となり、周辺部は広く薄膜質となる。小花は管状花で、頭花の周辺部のもは雌性花、中央部は両性花である。そう果は倒卵形で、長さ0.8 mmである。質は軽い。</p> <p>本品は特異な弱いにおいがあり、味はやや辛く、僅かに麻痺性である。</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
インヨウカク	<p>生薬の性状 本品は茎及び1～3回三出複葉からなる。小葉は卵形～広卵形又は卵状ひ針形、長さ3～20 cm、幅2～8 cmで、小葉柄は長さ1.5～7 cmである。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。基部は心臟形～深心臟形で、三小葉の側葉では非対称である。表面は緑色～緑褐色でときに艶があり、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。</p> <p>本品は僅かににおいがあり、味は僅かに苦い。</p> <p>本品の葉の横切片を鏡検(5.01)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～楕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(5.01)するとき、下皮は1～数細胞層で、皮層の厚壁組織は4～10細胞層である。維管束は13～30本あり、楕円形～倒卵形である。</p>	<p>生薬の性状 本品は茎及び1～3回三出複葉からなる。小葉は卵形～広卵形又は卵状ひ針形、長さ3～20 cm、幅2～8 cmで、小葉柄は長さ1.5～7 cmである。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。基部は心臟形～深心臟形で、三小葉の側葉は非対称である。向軸面は緑色～緑褐色でときに艶があり、背軸面は淡緑色～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。</p> <p>本品は僅かににおいがあり、味は僅かに苦い。</p> <p>本品の葉の横切片を鏡検(5.01)するとき、主脈部には3～6本の維管束があり、葉肉部は向軸側表皮、1細胞層の柵状組織、海綿状組織、背軸側表皮からなる。葉縁部は円形～楕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個、小葉柄には6～15個の維管束が認められる。本品の茎の横切片を鏡検(5.01)するとき、下皮は1～数細胞層で、皮層の厚壁細胞層は4～10細胞層である。維管束は13～30個あり、楕円形～倒卵形である。</p>
ウヤク	<p>生薬の性状 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、僅かに細根の跡がある。横切面の皮部は褐色、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。質は緻密で堅い。</p> <p>本品は樟脳様のおいがあり、味は苦い。</p> <p>本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、周皮を残すものでは数細胞層の科尔ク層があり科尔ク層の一部は科尔ク石細胞からなる。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 μm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。</p>	<p>生薬の性状 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1～2.5 cmである。外面は黄褐色～褐色を呈し、僅かに細根の跡がある。横切面の皮部は褐色、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。質は緻密で堅い。本品は樟脳様のおいがあり、味は苦い。</p> <p>本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、二次皮層が残存するものでは、最外層は数細胞層の科尔ク層で、科尔ク細胞の一部は科尔ク石細胞である。二次皮層には油細胞及び繊維を認めることがある。二次皮層が剥離したものでは、最外層は形成層又は二次木部である。木部は道管及び木部繊維と、放射組織が交互に配列する。二次皮層及び木部の柔細胞中に単粒及び2～4個の複粒のでんぷん粒を含み、単粒の径は1～15 μmである。また、シュウ酸カルシウムの結晶は認めないか、又は認めることがあっても、極めて僅かである。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ウワウルシ	<p>生薬の性状 本品は倒卵形～へら形を呈し、長さ1～3 cm、幅0.5～1.5 cm、上面は黄緑色～暗緑色、下面は淡黄緑色である。全縁で先端は鈍形又は円形でときにはくぼみ、基部はくさび形で、葉柄は極めて短い。葉身は厚く、上面に特異な網状脈がある。折りやすい。</p> <p>本品は弱いにおいがあり、味は僅かに苦く、収れん性である。 本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、クチクラは厚く、柵状組織と海綿状組織の柔細胞の形は類似する。維管束中には一細胞列からなる放射組織が扇骨状に2～7条走り、維管束の上下面の細胞中には、まばらにシュウ酸カルシウムの多角形の単晶及び集晶を含む。他の葉肉組織中には結晶を認めない。</p>	<p>生薬の性状 本品は倒卵形～へら形を呈し、長さ1～3 cm、幅0.5～1.5 cm、向軸面は黄緑色～暗緑色、背軸面は淡黄緑色である。全縁で先端は鈍形又は円形でときにはくぼみ、基部はくさび形で、葉柄は極めて短い。葉身は厚く、向軸面に特異な網状脈が認められる。折りやすい。</p> <p>本品は弱いにおいがあり、味は僅かに苦く、収れん性である。 本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、向軸側及び背軸側表皮は厚いクチクラを有し、柵状組織と海綿状組織の柔細胞の形は類似する。維管束中には1細胞列からなる放射組織が扇骨状に2～7条走り、維管束部の向軸側及び背軸側の細胞中には、まばらにシュウ酸カルシウムの多角形の単晶及び集晶を含む。他の葉肉組織中には結晶を認めない。</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
オウセイ	<p>確認試験 (1) 本品の細切0.5 gに無水酢酸2 mLを加えて水浴上で2分間加温した後、ろ過する。ろ液1 mLに硫酸0.5 mLを穏やかに加えるとき、境界面は赤褐色を呈する。</p>	<p>確認試験 (1) 本品の粗切0.5 gに無水酢酸2 mLを加えて水浴上で2分間加温した後、ろ過する。ろ液1 mLに硫酸0.5 mLを穏やかに加えるとき、境界面は赤褐色を呈する。</p>
	<p>確認試験 (2) 本品の細切1.0 gに希塩酸10 mLを加えて2分間穏やかに煮沸した後、ろ過し、ろ液に水酸化ナトリウム試液を加えて中和する。この液3 mLにフェーリング試液1 mLを加えて加温するとき、赤色の沈殿を生じる。</p>	<p>確認試験 (2) 本品の粗切1.0 gに希塩酸10 mLを加えて2分間穏やかに煮沸した後、ろ過し、ろ液に水酸化ナトリウム試液を加えて中和する。この液3 mLにフェーリング試液1 mLを加えて加温するとき、赤色の沈殿を生じる。</p>
	<p>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)。</p>	<p>純度試験 (1) 重金属<1.07> 本品の粗切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)。</p>
	<p>純度試験 (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)。</p>	<p>純度試験 (2) ヒ素<1.11> 本品の粗切1.0 gをとり、第4法により検液を調製し、試験を行う。ただし、標準色の調製にはヒ素標準液5.0 mLを用いる(5 ppm以下)。</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ガイヨウ	<p>生薬の性状 本品は縮んだ葉及びその破片からなり、しばしば細い茎を含む。葉の上面は暗緑色を呈し、下面は灰白色の綿毛を密生する。水に浸して広げると、形の整った葉身は長さ4～15 cm、幅4～12 cm、1～2回羽状中裂又は羽状深裂する。裂片は2～4対で、長楕円状ひ針形又は長楕円形で鋭尖形、ときに鈍形、辺縁は不揃いに切れ込むか全縁である。小型の葉は3中裂又は全縁で、ひ針形を呈する。</p> <p>本品は特異なおいがあり、味はやや苦い。</p> <p>本品の横切片を鏡検<5.01>するとき、主脈部の表皮の内側には数細胞層の厚角組織がある。主脈部の中央部には維管束があり、師部と木部に接して繊維束が認められることがある。葉肉部は上面表皮、柵状組織、海綿状組織、下面表皮からなり、葉肉部の表皮には長柔毛、T字状毛、腺毛が認められる。表皮細胞はタンニン様物質を含み、柔細胞は油状物質、タンニン様物質などを含む。</p>	<p>生薬の性状 本品は縮んだ葉及びその破片からなり、しばしば細い茎を含む。葉の向軸面は暗緑色を呈し、背軸面は灰白色の綿毛を密生する。水に浸してしわを伸ばすと、形の整った葉身は長さ4～15 cm、幅4～12 cm、1～2回羽状中裂又は羽状深裂する。裂片は2～4対で、長楕円状ひ針形又は長楕円形で、先端は鋭尖形、ときに鈍形、辺縁は不揃いに切れ込むか全縁である。小型の葉は3中裂又は全縁で、ひ針形を呈する。</p> <p>本品は特異なおいがあり、味はやや苦い。</p> <p>本品の横切片を鏡検<5.01>するとき、主脈部の向軸側及び背軸側表皮の内側には数細胞層の厚角組織がある。主脈部の中央部には維管束があり、師部と木部に接して繊維束が認められることがある。葉肉部は向軸側表皮、柵状組織、海綿状組織、背軸側表皮からなり、葉肉部の表皮には長柔毛、T字状毛、腺毛が認められる。表皮細胞はタンニン様物質を含み、柔細胞は油状物質、タンニン様物質などを含む。</p>
カッコウ	<p>生薬の性状 本品は茎及びこれに対生した葉からなる。葉はしわがよって縮み、水に浸してしわを伸ばすと、卵形～卵状長楕円形を呈し、長さ2.5～10 cm、幅2.5～7 cm、辺縁に鈍鋸歯があり、基部は広くさび形で葉柄を付ける。葉の上面は暗褐色、下面は灰褐色を呈し、両面に密に毛がある。茎は方柱形、中実で、表面は灰緑色を呈し、灰白色～黄白色の毛があり、髄は大きく、類白色で海綿状を呈する。ルーベ視するとき、毛、腺毛及び腺りんを認める。</p> <p>本品は特異なおいがあり、味は僅かに苦い。</p> <p>本品の葉柄の横切片を鏡検<5.01>するとき、向軸面中央は大きく突出し、その表皮の内側に厚角細胞が認められる。中央部の維管束は2群に分かれる。葉身主脈部の横切片を鏡検<5.01>するとき、主脈の向軸面は大きく突出し、その表皮の内側に厚角細胞が認められる。中央部には扇状に配列した維管束がある。茎の横切片を鏡検<5.01>するとき、表皮の内側に数細胞層の厚角組織が認められる。ときに表皮下にコルク層が発達することがある。皮層の内側には並立維管束が環状に配列し、師部の外側に師部繊維群が認められる。皮層の柔細胞中に油滴が、髄の柔細胞中にシュウ酸カルシウムの針晶、単晶又は柱状晶が認められる。</p>	<p>生薬の性状 本品は茎及びこれに対生した葉からなる。葉はしわがよって縮み、水に浸してしわを伸ばすと、卵形～卵状長楕円形を呈し、長さ2.5～10 cm、幅2.5～7 cm、辺縁に鈍鋸歯があり、基部は広くさび形で葉柄を付ける。葉の向軸面は暗褐色、背軸面は灰褐色を呈し、両面に密に毛がある。茎は方柱形、中実で、表面は灰緑色を呈し、灰白色～黄白色の毛があり、髄は大きく、類白色で海綿状を呈する。ルーベ視するとき、毛、腺毛及び腺りんを認める。</p> <p>本品は特異なおいがあり、味は僅かに苦い。</p> <p>本品の葉柄の横切片を鏡検<5.01>するとき、向軸面中央は大きく突出し、その表皮の内側に厚角細胞が認められる。中央部の維管束は2群に分かれる。葉身主脈部の横切片を鏡検<5.01>するとき、主脈の向軸面は大きく突出し、その表皮の内側に厚角細胞が認められる。中央部には扇状に配列した維管束がある。茎の横切片を鏡検<5.01>するとき、表皮の内側に数細胞層の厚角組織が認められる。ときに表皮下にコルク層が発達することがある。皮層の内側には並立維管束が環状に配列し、師部の外側に師部繊維群が認められる。皮層の柔細胞中に油滴が、髄の柔細胞中にシュウ酸カルシウムの針晶、単晶又は柱状晶が認められる。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
カッコン	<p>生薬の性状 本品は、通例、一辺約0.5 cmの不正六面体に切断したもの、又は長さ20～30 cm、幅5～10 cm、厚さ約1 cmの板状に縦割したもので、外面は淡灰黄色～灰白色を呈する。横切面には形成層の特殊な発育による同心性の輪層又はその一部が認められる。ルーペ視するとき、師部は淡灰黄色、木部は多数の道管が小点として認められ、放射組織はやや陥没する。縦切面には繊維性の木部と柔組織とが交互に縦紋を形成する。本品は縦に割れやすく、折面は極めて繊維性である。</p> <p>本品はほとんどにおいがなく、味は僅かに甘く、後にやや苦い。</p> <p>本品の横切片を鏡検<5.01>するとき、師部には結晶細胞列を伴う繊維束、木部には道管及び木部繊維が著しく、柔組織には多数のでんぷん粒が認められる。でんぷん粒は多面体の単粒、まれに2～3個からなる複粒で、長径2～18 μm、多くは8～12 μm、中央にへそ又は欠裂を認め、層紋がある。</p>	<p>生薬の性状 本品は、通例、一辺約0.5 cmの不正六面体に切断したもの、又は長さ20～30 cm、幅5～10 cm、厚さ約1 cmの板状に縦割したもので、外面は淡灰黄色～灰白色を呈する。横切面には形成層の特殊な発育による同心性の輪層又はその一部が認められる。ルーペ視するとき、師部は淡灰黄色、木部は多数の道管が小点として認められ、放射組織はやや陥没する。縦切面には繊維性の木部と柔組織とが交互に縦紋を形成する。本品は縦に割れやすく、折面は極めて繊維性である。</p> <p>本品はほとんどにおいがなく、味は僅かに甘く、後にやや苦い。</p> <p>本品の横切片を鏡検<5.01>するとき、師部には結晶細胞を伴う繊維束が、木部には道管及び木部繊維がよく発達し、柔組織には多数のでんぷん粒が認められる。でんぷん粒は多面体の単粒、まれに2～3個からなる複粒で、径2～18 μm、多くは8～12 μm、中央にへそ又は欠裂を認め、層紋がある。縦切片を鏡検<5.01>するとき、師部繊維の周囲の結晶細胞は列をなす。</p>
キクカ	<p>生薬の性状</p> <p>1) Chrysanthemum indicum に由来 本品は径3～10 mmの頭花で、総苞は3～5列の総苞片からなり、総苞にはしばしば柄を伴う。総苞外片は線形～ひ針形、内片は狭卵形～卵形を呈する。舌状花は一輪で、黄色～淡黄褐色、管状花は多数で淡黄褐色を呈する。総苞の外片は黄褐色～褐色を呈する。質は軽く、砕きやすい。</p> <p>本品は特有のにおいがあり、味は僅かに苦い。</p> <p>2) Chrysanthemum morifolium に由来 本品は径15～40 mmの頭花で、総苞は3～4列の総苞片からなり、総苞にはしばしば柄を伴う。総苞外片は線形～ひ針形、内片は狭卵形～卵形を呈する。舌状花は多数で、類白色～黄色、管状花は少数で淡黄褐色を呈し、ときに退化して欠くことがある。総苞の外片は緑褐色～褐色を呈する。質は軽く、砕きやすい。</p> <p>本品は特有のにおいがあり、味は僅かに苦い。</p>	<p>生薬の性状</p> <p>1) Chrysanthemum indicum に由来 本品は径3～10 mmの頭花で、しばしば柄を伴う。総苞は3～5列の総苞片からなり、外片は線形～ひ針形、内片は狭卵形～卵形を呈し、外面は黄褐色～褐色を呈する。舌状花は一列で、黄色～淡黄褐色、管状花は多数で淡黄褐色を呈する。質は軽く、砕きやすい。</p> <p>本品は特異なにおいがあり、味は僅かに苦い。</p> <p>2) Chrysanthemum morifolium に由来 本品は径15～40 mmの頭花で、しばしば柄を伴う。総苞は3～4列の総苞片からなり、外片は線形～ひ針形、内片は狭卵形～卵形を呈し、外面は緑褐色～褐色を呈する。舌状花は多数で、類白色～黄色、管状花は少数で淡黄褐色を呈し、ときに退化して欠くことがある。質は軽く、砕きやすい。</p> <p>本品は特異なにおいがあり、味は僅かに苦い。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
クコシ	<p>確認試験 本品の粉末1.0 gに酢酸エチル5 mLを加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。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 μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン／酢酸エチル混液(10:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾するとき、Rf値0.6付近に黄色の主スポットを認める。</p>	<p>確認試験 本品の粗切1.0 gに酢酸エチル5 mLを加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。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 μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン／酢酸エチル混液(10:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾するとき、Rf値0.6付近に黄色の主スポットを認める。</p>
ゲンチアナ	<p>確認試験 (1) 本品の粉末をデシケーター(シリカゲル)で48時間乾燥し、その0.1 gをスライドガラス上にとり、内径、高さ各10mmのガラスリングをのせ、更にスライドガラスで覆い、注意して徐々に加熱するとき、上のスライドガラスに淡黄色の結晶が昇華する。この結晶は水又はエタノール(95)に溶けないが、水酸化カリウム試液に溶ける。</p>	<p>確認試験 (1) 本品の粉末0.1 gをスライドガラス上にとり、内径、高さ各10 mmのガラスリングをのせ、更にスライドガラスで覆い、注意して徐々に加熱するとき、上のスライドガラスに淡黄色の結晶が昇華する。この結晶は水又はエタノール(95)に溶けないが、水酸化カリウム試液に溶ける。</p>
ゲンチアナ末	<p>確認試験 (1) 本品をデシケーター(シリカゲル)で48時間乾燥し、その0.1 gをスライドガラス上にとり、内径、高さ各10 mmのガラスリングをのせ、更にスライドガラスで覆い、注意して徐々に加熱するとき、上のスライドガラスに淡黄色の結晶が昇華する。この結晶は水又はエタノール(95)に溶けないが、水酸化カリウム試液に溶ける。</p>	<p>確認試験 (1) 本品0.1 gをスライドガラス上にとり、内径、高さ各10 mmのガラスリングをのせ、更にスライドガラスで覆い、注意して徐々に加熱するとき、上のスライドガラスに淡黄色の結晶が昇華する。この結晶は水又はエタノール(95)に溶けないが、水酸化カリウム試液に溶ける。</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
牛車腎気丸エキス	<p>定量法 (3) 総アルカロイド</p> <p>乾燥エキス約1g(軟エキスは乾燥物として約1gに対応する量)を精密に量り、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、遠心分離し、ジエチルエーテル層を除いた後、ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、ジエチルエーテル層を除く。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、ジエチルエーテル層を分取する。水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、これを2回繰り返す。全抽出液を合わせ、低圧(真空)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)に溶かして正確に10mLとし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μL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、ATM及びASM、ATH及びASH、ATA及びASAを測定する。</p> <p>ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量(mg) $= \text{CSM} \times \text{ATM} / \text{ASM} \times 10$</p> <p>ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量(mg) $= \text{CSH} \times \text{ATH} / \text{ASH} \times 10$</p> <p>14-アニソイルアコニン塩酸塩の量(mg) $= \text{CSA} \times \text{ATA} / \text{ASA} \times 10$</p> <p>CSM: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)</p> <p>CSH: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)</p> <p>CSA: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用14-アニソイルアコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)</p>	<p>定量法 (3) 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、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)</p> <p>乾燥エキス約1g(軟エキスは乾燥物として約1gに対応する量)を精密に量り、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、遠心分離し、ジエチルエーテル層を除いた後、ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、ジエチルエーテル層を除く。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分間振り混ぜた後、遠心分離し、ジエチルエーテル層を分取する。水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、これを2回繰り返す。全抽出液を合わせ、低圧(真空)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)に溶かして正確に10mLとし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用安息香酸約10mgを精密に量り、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100mLとする。この液10mL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100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL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。試料溶液の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AM、AH及びAA並びに標準溶液の安息香酸のピーク面積ASを測定する。</p> <p>ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量(mg) $= \text{MS} \times \text{AM} / \text{AS} \times 1/100 \times 4.19$</p> <p>ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量(mg) $= \text{MS} \times \text{AH} / \text{AS} \times 1/100 \times 4.06$</p> <p>14-アニソイルアコニン塩酸塩の量(mg) $= \text{MS} \times \text{AA} / \text{AS} \times 1/100 \times 3.69$</p> <p>MS: qNMRで含量換算した定量用安息香酸の秤取量(mg)</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

品目	JP18/第1追補	第2追補
牛車腎気丸エキス (続き)	<p>(続き) 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 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 (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: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL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: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL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。</p>	<p>(続き) 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, ベンゾイルメサコニン及び安息香酸は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 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 システム適合性 システムの性能: 分離確認用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL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, ベンゾイルヒパコニン, 14-アニソイルアコニンの順に溶出し, 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: 標準溶液20 μLにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, 安息香酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>



環境技研では最新のNMRを使用したGMP試験が可能です。

お問い合わせ下さい。

営業課 (小野) : t-ono@get-c.co.jp



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ゴミシ	<p>確認試験 本品の粉末1.0 gにメタノール10 mLを加えて水浴上で3分間振り混ぜながら加温し、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シザンドリン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 μL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／ヘキサン／酢酸(100)混液(10:10:1)を展開溶媒として約7 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、標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい。</p>	<p>確認試験 本品の粗切1.0 gにメタノール10 mLを加えて水浴上で3分間振り混ぜながら加温し、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シザンドリン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 μL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／ヘキサン／酢酸(100)混液(10:10:1)を展開溶媒として約7 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、標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい。</p>
サンシュユ	<p>純度試験 (2) 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉各々0.2 ppm以下。</p>	<p>純度試験 (2) 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉各々0.2 ppm以下(分析用試料は細切とする)。</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ジオウ	<p>確認試験1) 乾ジオウ 本品の細切0.5 gに水5 mLを加えて振り混ぜた後、メタノール20 mLを加えて10分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用スタキオース2 mgを水／メタノール混液(1:1) 1 mLに溶かして標準溶液とする。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2 μL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2-プロパノール／水／メタノール混液(3:2:2)を展開溶媒として約7 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。また、これを更に5分間以上加熱するとき、上記のスポットのすぐ下に青色のスポットを認めないか、認めても僅かである。</p> <p>確認試験2) 熟ジオウ 本品の細切0.5 gに水5 mLを加えて振り混ぜた後、メタノール20 mLを加えて10分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用果糖2 mgを水／メタノール混液(1:1) 1 mLに溶かして標準溶液(1)とする。また、薄層クロマトグラフィー用マンニトリオース3 mgを水／メタノール混液(1:1) 1 mLに溶かして標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 2 μL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2-プロパノール／水／メタノール混液(3:2:2)を展開溶媒として約7 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10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポットは、標準溶液(1)から得たスポットと色調及びR f値が等しい。また、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(2)から得た青色のスポットと色調及びR f値が等しい。</p> <p>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)。</p> <p>純度試験(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)。</p>	<p>確認試験1) 乾ジオウ 本品の粗切0.5 gに水5 mLを加えて振り混ぜた後、メタノール20 mLを加えて10分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用スタキオース2 mgを水／メタノール混液(1:1) 1 mLに溶かして標準溶液とする。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2 μL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2-プロパノール／水／メタノール混液(3:2:2)を展開溶媒として約7 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。また、これを更に5分間以上加熱するとき、上記のスポットのすぐ下に青色のスポットを認めないか、認めても僅かである。</p> <p>確認試験2) 熟ジオウ 本品の粗切0.5 gに水5 mLを加えて振り混ぜた後、メタノール20 mLを加えて10分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用果糖2 mgを水／メタノール混液(1:1) 1 mLに溶かして標準溶液(1)とする。また、薄層クロマトグラフィー用マンニトリオース3 mgを水／メタノール混液(1:1) 1 mLに溶かして標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 2 μL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2-プロパノール／水／メタノール混液(3:2:2)を展開溶媒として約7 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10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポットは、標準溶液(1)から得たスポットと色調及びR f値が等しい。また、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(2)から得た青色のスポットと色調及びR f値が等しい。</p> <p>純度試験(1) 重金属〈1.07〉 本品の粗切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)。</p> <p>純度試験(2) ヒ素〈1.11〉 本品の粗切1.0 gをとり、第4法により検液を調製し、試験を行う。ただし、標準色の調製にはヒ素標準液5.0 mLを用いる(5 ppm以下)。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ショウズク	日本名別名 小豆蔻 小豆蔻 小豆蔻 小豆蔻	日本名別名 小豆蔻 小豆蔻
シギ	<p>生薬の性状 本品はほぼ円柱形を呈し、長さ20～100 cm、径0.5～2.5 cm、外面は黄褐色～赤褐色で、不規則な縦じわがあり、しばしば横長の皮目及び側根の跡がある。外皮は剥がれやすく、剥がれた跡は淡黄褐色～淡赤褐色を呈する。質は柔軟で折りにくく、折面は繊維性で、粉質である。横切面は皮部が類白色、形成層付近はやや褐色を帯び、木部は淡黄褐色を呈し、放射組織が明瞭である。</p> <p>本品は僅かに特異なおいがあり、味は僅かに甘い。</p> <p>本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、コルク層は6～8細胞層で、その内側に2～4細胞層のやや厚壁化した柔細胞がある。二次皮層は放射組織が明瞭で、しばしば外側に裂隙が認められる。師部には師部繊維束が階段状に認められる。木部は放射組織が明瞭で、道管は網紋道管、階紋道管、有縁孔紋道管及びらせん紋道管からなり、その周囲に木部組織が認められる。師部繊維束及び木部繊維束の外辺にシュウ酸カルシウムの単晶を含む薄壁性の細胞があり、縦切片では結晶細胞列をなす。単晶は径7～20 μm。柔組織中に認められるでんぷん粒は単粒及び2～8個の複粒である。</p>	<p>生薬の性状 本品はほぼ円柱形を呈し、長さ20～100 cm、径0.5～2.5 cm、外面は黄褐色～赤褐色で、不規則な縦じわがあり、しばしば横長の皮目及び側根の跡がある。外皮は剥がれやすく、剥がれた跡は淡黄褐色～淡赤褐色を呈する。質は柔軟で折りにくく、折面は繊維性で、粉質である。横切面は皮部が類白色、形成層付近はやや褐色を帯び、木部は淡黄褐色を呈し、放射組織が明瞭である。</p> <p>本品は僅かに特異なおいがあり、味は僅かに甘い。</p> <p>本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、コルク層は6～8細胞層で、その内側に2～4細胞層のやや厚壁化した柔細胞がある。二次皮層は放射組織が明瞭で、しばしば外側に裂隙が認められる。師部には師部繊維束が階段状に認められる。木部は放射組織が明瞭で、道管の周囲に木部繊維が認められる。師部繊維束及び木部繊維束の外辺にシュウ酸カルシウムの単晶を含む薄壁性の結晶細胞があり、単晶の径は7～20 μmである。柔組織中に認められるでんぷん粒は単粒及び2～8個の複粒である。縦切片を鏡検(5.01)するとき、道管は網紋、階紋、有縁孔紋及びらせん紋道管で、師部繊維束及び木部繊維束の周囲の結晶細胞は列をなす。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18/第1追補	第2追補
真武湯エキス	<p>定量法 (3) 総アルカロイド</p> <p>本品約1gを精密に量り、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、遠心分離し、ジエチルエーテル層を除いた後、ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、ジエチルエーテル層を除く。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、ジエチルエーテル層を分取する。水層は、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。全抽出液を合わせ、低圧(真空)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)に溶かして正確に10mLとし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μL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、ATM及びASM、ATH及びASH、ATA及びASAを測定する。</p> <p>ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量(mg) = CSM × ATM/ASM × 10</p> <p>ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量(mg) = CSH × ATH/ASH × 10</p> <p>14-アニソイルアコニン塩酸塩の量(mg) = CSA × ATA/ASA × 10</p> <p>CSM: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)</p> <p>CSH: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)</p> <p>CSA: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用14-アニソイルアコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)</p>	<p>定量法 (3) 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、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)</p> <p>本品約1gを精密に量り、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、遠心分離し、ジエチルエーテル層を除いた後、ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、ジエチルエーテル層を除く。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分間振り混ぜた後、遠心分離し、ジエチルエーテル層を分取する。水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、これを2回繰り返す。全抽出液を合わせ、低圧(真空)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)に溶かして正確に10mLとし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用安息香酸約10mgを精密に量り、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100mLとする。この液10mL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100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL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。試料溶液の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AM、AH及びAA並びに標準溶液の安息香酸のピーク面積ASを測定する。</p> <p>ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量(mg) = MS × AM/AS × 1/100 × 4.19</p> <p>ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量(mg) = MS × AH/AS × 1/100 × 4.06</p> <p>14-アニソイルアコニン塩酸塩の量(mg) = MS × AA/AS × 1/100 × 3.69</p> <p>MS: qNMRで含量換算した定量用安息香酸の秤取量(mg)</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

品目	JP18／第1追補	第2追補
真武湯エキス (続き)	<p>(続き) 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 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填する。 カラム温度: 40℃付近の一定温度 移動相: プ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: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL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: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL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。</p>	<p>(続き) 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, ベンゾイルメサコニン及び安息香酸は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 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填する。 カラム温度: 40℃付近の一定温度 移動相: プ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 システム適合性 システムの性能: 分離確認用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL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, ベンゾイルヒパコニン, 14-アニソイルアコニンの順に溶出し, 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: 標準溶液20 μLにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, 安息香酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>



環境技研では最新のNMRを使用したGMP試験が可能です。

お問い合わせ下さい。

営業課 (小野) : t-ono@get-c.co.jp



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
センナ	<p>生薬の性状 本品はひ針形～狭ひ針形を呈し、長さ1.5～5cm、幅0.5～1.5cm、淡灰黄色～淡灰黄緑色である。全縁で先端はとがり、基部は非相称、小葉柄は短い。ルーペ視するとき、葉脈は浮き出て、一次側脈は辺縁に沿って上昇し、直上の側脈に合一する。下面は僅かに毛がある。 本品は弱いにおいがあり、味は苦い。 本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、両面の表皮は厚いクチクラを有し、多数の気孔及び厚壁で表面に粒状突起のある単細胞毛があり、表皮細胞はしばしば葉面に平行な隔壁によって2層に分かれ、内層に粘液を含む。両面の表皮下には1細胞層の柵状組織があり、海綿状組織は3～4細胞層からなり、シュウ酸カルシウムの集晶及び単晶を含む。維管束に接する細胞は結晶細胞列を形成する。</p>	<p>生薬の性状 本品はひ針形～狭ひ針形を呈し、長さ1.5～5cm、幅0.5～1.5cm、淡灰黄色～淡灰黄緑色である。全縁で先端はとがり、基部は非相称、小葉柄は短い。ルーペ視するとき、葉脈は浮き出て、一次側脈は辺縁に沿って上昇し、直上の側脈に合一する。背軸面は僅かに毛がある。 本品は弱いにおいがあり、味は苦い。 本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、向軸側及び背軸側表皮は厚いクチクラを有し、多数の気孔及び厚壁で表面に粒状突起のある単細胞毛がある。表皮細胞はしばしば葉面に平行な隔壁によって2層に分かれ、内層に粘液を含む。葉肉部では、向軸側及び背軸側表皮下に1細胞層の柵状組織、その間に3～4細胞層の海綿状組織があり、それぞれの組織はシュウ酸カルシウムの集晶を含む。葉脈部では、維管束に隣接してシュウ酸カルシウムの単晶を含む結晶細胞が認められる。縦切片を鏡検(5.01)するとき、維管束の周囲の結晶細胞は列をなす。</p>
ソボク	<p>確認試験 本品の粉末1gにメタノール10mLを加えて5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ィー(2.03)により試験を行う。試料溶液5μL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/2-プロパノール混液(20:1:1:1)を展開溶媒として約7cm展開した後、薄層板を風乾する。これに炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧し、薄層板を風乾するとき、Rf値0.7付近に赤紫色のスポットを認める。</p>	<p>確認試験 本品の細切1gにメタノール10mLを加えて5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ィー(2.03)により試験を行う。試料溶液5μL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/2-プロパノール混液(20:1:1:1)を展開溶媒として約7cm展開した後、薄層板を風乾する。これに炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧し、薄層板を風乾するとき、Rf値0.7付近に赤紫色のスポットを認める。</p>
ソヨウ	<p>生薬の性状 本品は、通例、しわがよって縮んだ葉からなり、しばしば細い茎を含む。葉は両面とも帯褐紫色、又は上面は灰緑色～帯褐緑色で下面は帯褐紫色を呈する。水に浸してしわを伸ばすと、葉身は広卵形～倒心臓形で、長さ5～12cm、幅5～8cm、先端はややとがり、辺縁に鋸歯があり、基部は広くさび状を呈する。葉柄は長さ3～5cmである。茎及び葉柄の横切面は方形である。葉をルーペ視するとき、両面に毛を認め、毛は葉脈上に多く、他はまばらである。下面には細かい腺毛を認める。本品は特異なおいがあり、味は僅かに苦い。</p>	<p>生薬の性状 本品は、通例、しわがよって縮んだ葉からなり、しばしば細い茎を含む。葉は向軸面及び背軸面とも帯褐紫色、又は向軸面は灰緑色～帯褐緑色で背軸面は帯褐紫色を呈する。水に浸してしわを伸ばすと、葉身は広卵形～倒心臓形で、長さ5～12cm、幅5～8cm、先端はややとがり、辺縁に鋸歯があり、基部は広くさび状を呈する。葉柄は長さ3～5cmである。茎及び葉柄の横切面は方形である。葉をルーペ視するとき、向軸面及び背軸面に毛を認め、毛は葉脈上に多く、他はまばらである。背軸面には細かい腺毛を認める。本品は特異なおいがあり、味は僅かに苦い。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ダイオウ	<p>確認試験 本品の粉末1.0 gに水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、ジエチルエーテル層を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用レイン1 mgをアセトン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5 μL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7 cm展開した後、薄層板を風乾するとき、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Rf値が等しい。また、このスポットは、炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、赤色を呈する。</p>	<p>確認試験 本品の粉末1.0 gに水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10分間振り混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用レイン1 mgをアセトン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5 μL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7 cm展開した後、薄層板を風乾するとき、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Rf値が等しい。また、このスポットは、炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、赤色を呈する。</p>
ダイオウ末	<p>確認試験 本品1.0 gに水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、ジエチルエーテル層を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用レイン1 mgをアセトン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5 μL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7 cm展開した後、薄層板を風乾するとき、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Rf値が等しい。また、このスポットは、炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、赤色を呈する。</p>	<p>確認試験 本品1.0 gに水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10分間振り混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用レイン1 mgをアセトン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5 μL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7 cm展開した後、薄層板を風乾するとき、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Rf値が等しい。また、このスポットは、炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、赤色を呈する。</p>
タイソウ	<p>純度試験 (2) 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉 各々0.2 ppm以下。</p>	<p>純度試験 (2) 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉 各々0.2 ppm以下(分析用試料は細切とする)。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
タンジン	<p>生薬の性状 本品はほぼ円柱形で、長さ5～25 cm、径0.3～1.5 cm、やや湾曲し、しばしば側根を付ける。外面は赤褐色、暗赤褐色又は黒褐色で、不規則な粗い縦じわがある。質は堅く折りやすい。折面は緻密であるか又は粗く裂隙があり、皮部は灰黄白色又は赤褐色、木部は淡黄白色又は黒褐色を呈する。</p> <p>本品は僅かににおいがあり、味は初め甘く、後に僅かに苦く渋い。</p> <p>本品の横切片を鏡検<5.01>するとき、最外層は通常コルク層で、まれにその外側に柔組織又は内皮がある。二次皮層中に厚壁細胞が数個散在するか又は認められない。形成層は明瞭である。二次木部の道管は放射状に配列し、しばしば中心部に向かって合一する。道管周囲に木部繊維が認められる。一次木部は2～3部分に分かれる。縦切片では、二次木部の道管は主に孔紋道管及び網紋道管である。</p>	<p>生薬の性状 本品はほぼ円柱形で、長さ5～25 cm、径0.3～1.5 cm、やや湾曲し、しばしば側根を付ける。外面は赤褐色、暗赤褐色又は黒褐色で、不規則な粗い縦じわがある。質は堅く折りやすい。折面は緻密であるか又は粗く裂隙があり、皮部は灰黄白色又は赤褐色、木部は淡黄白色又は黒褐色を呈する。</p> <p>本品は僅かににおいがあり、味は初め甘く、後に僅かに苦く渋い。</p> <p>本品の横切片を鏡検<5.01>するとき、最外層は通常コルク層で、まれにその外側に柔組織又は内皮がある。二次皮層中に厚壁細胞が数個散在するか又は認められない。形成層は明瞭である。二次木部の道管は放射状に配列し、しばしば中心部に向かって合一する。道管周囲に木部繊維が認められる。一次木部は2～3部分に分かれる。縦切片を鏡検<5.01>するとき、二次木部の道管は主に孔紋及び網紋道管である。</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

品目	JP18／第1追補	第2追補
<p>チョウトウコウ</p>	<p>定量法 本品の中末約0.2 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管にとり、メタノール／希酢酸混液(7:3) 30 mLを加えて30分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物にメタノール／希酢酸混液(7:3) 10 mLを加えて更に2回、同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノール／希酢酸混液(7:3)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に定量用リンコフィリン約5 mgを精密に量り、メタノール／希酢酸混液(7:3)に溶かして正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、メタノール／希酢酸混液(7:3)を加えて正確に10 mLとし、標準溶液(1)とする。別にヒルスチン1 mgをメタノール／希酢酸混液(7:3) 100 mLに溶かし、標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 20 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〉により試験を行う。試料溶液のリンコフィリン及びヒルスチンのピーク面積ATa及びATb並びに標準溶液(1)のリンコフィリンのピーク面積ASを測定する。</p> <p>総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)の量(mg) $=MS \times (ATa + 1.405ATb) / AS \times 1/20$ MS: 定量用リンコフィリンの秤取量(mg)</p> <p>試験条件 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 245 nm) カラム: 内径4.6 mm, 長さ25 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填する。 カラム温度: 40°C付近の一定温度 移動相: 酢酸アンモニウム3.85 gを水200 mLに溶かし、酢酸(100) 10 mLを加え、水を加えて1000 mLとする。この液にアセトニトリル350 mLを加える。 流量: リンコフィリンの保持時間が約17分になるように調整する。</p> <p>システム適合性 システムの性能: 定量用リンコフィリン5 mgをメタノール／希酢酸混液(7:3) 100 mLに溶かす。この液5 mLにアンモニア水(28) 1 mLを加えて50°Cで2時間加熱、又は還流冷却器を付けて10分間加熱する。冷後、反応液1 mLを量り、メタノール／希酢酸混液(7:3)を加えて5 mLとする。この液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、リンコフィリン以外にイソリンコフィリンのピークを認め、リンコフィリンとイソリンコフィリンの分離度は1.5以上である。</p> <p>システムの再現性: 標準溶液(1) 20 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、リンコフィリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>	<p>定量法 本品の中末約0.2 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管にとり、メタノール／希酢酸混液(7:3) 30 mLを加えて30分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物にメタノール／希酢酸混液(7:3) 10 mLを加えて更に2回、同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノール／希酢酸混液(7:3)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に定量用リンコフィリン約5 mgを精密に量り、メタノール／希酢酸混液(7:3)に溶かして正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、メタノール／希酢酸混液(7:3)を加えて正確に10 mLとし、標準溶液(1)とする。別にヒルスチン1 mgをメタノール／希酢酸混液(7:3) 100 mLに溶かし、標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 20 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〉により試験を行う。試料溶液のリンコフィリン及びヒルスチンのピーク面積ATa及びATb並びに標準溶液(1)のリンコフィリンのピーク面積ASを測定する。</p> <p>総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)の量(mg) $=MS \times (ATa + 1.23ATb) / AS \times 1/20$ MS: 定量用リンコフィリンの秤取量(mg)</p> <p>試験条件 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 245 nm) カラム: 内径4.6 mm, 長さ25 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填する。 カラム温度: 40°C付近の一定温度 移動相: 酢酸アンモニウム3.85 gを水200 mLに溶かし、酢酸(100) 10 mLを加え、水を加えて1000 mLとする。この液にアセトニトリル350 mLを加える。 流量: リンコフィリンの保持時間が約17分になるように調整する。</p> <p>システム適合性 システムの性能: 定量用リンコフィリン5 mgをメタノール／希酢酸混液(7:3) 100 mLに溶かす。この液5 mLにアンモニア水(28) 1 mLを加えて50°Cで2時間加熱、又は還流冷却器を付けて10分間加熱する。冷後、反応液1 mLを量り、メタノール／希酢酸混液(7:3)を加えて5 mLとする。この液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、リンコフィリン以外にイソリンコフィリンのピークを認め、リンコフィリンとイソリンコフィリンの分離度は1.5以上である。</p> <p>システムの再現性: 標準溶液(1) 20 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、リンコフィリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
チンピ	<p>定量法 本品の粉末約0.1 gを精密に量り、メタノール30 mLを加え、還流冷却器を付けて15分間加熱し、冷後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物にメタノール20 mLを加えて同様に操作する。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、試料溶液とする。別に定量用ヘスペリジンデンシケータ(シリカゲル)で24時間以上乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かして正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積AT及びASを測定する。</p> <p>ヘスペリジンの量(mg)=MS × AT/AS × 1/2 MS: 定量用ヘスペリジンの秤取量(mg)</p> <p>試験条件 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 285 nm) カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。 カラム温度: 40°C付近の一定温度 移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(82:18:1) 流量: 毎分1.0 mL (ヘスペリジンの保持時間約15分) システム適合性 システムの性能: 定量用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン1 mgずつをメタノール10 mLに溶かし、水を加えて20 mLとする。この液10 μLにつき、上記の条件で操作するとき、ナリンギン、ヘスペリジンの順に溶出し、その分離度は1.5以上である。システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>	<p>定量法 本品の粉末約0.1 gを精密に量り、メタノール30 mLを加え、還流冷却器を付けて15分間加熱し、冷後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物にメタノール20 mLを加えて同様に操作する。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10 mLとし、試料溶液とする。別に定量用ヘスペリジンデンシケータ(シリカゲル)で24時間以上乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かして正確に100 mLとする。この液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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積AT及びASを測定する。</p> <p>ヘスペリジンの量(mg)=MS × AT/AS × 1/2 MS: 定量用ヘスペリジンの秤取量(mg)</p> <p>試験条件 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 285 nm) カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。 カラム温度: 40°C付近の一定温度 移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(82:18:1) 流量: 毎分1.0 mL (ヘスペリジンの保持時間約15分) システム適合性 システムの性能: 定量用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン1 mgずつをメタノール10 mLに溶かし、水を加えて20 mLとする。この液10 μLにつき、上記の条件で操作するとき、ナリンギン、ヘスペリジンの順に溶出し、その分離度は1.5以上である。システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
テンモンドウ	<p>純度試験</p> <p>(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)。</p> <p>(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)。</p>	<p>純度試験</p> <p>(1) 重金属<1.07> 本品の粗切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)。</p> <p>(2) ヒ素<1.11> 本品の粗切1.0 gをとり、第4法により検液を調製し、試験を行う。ただし、標準色の調製にはヒ素標準液5.0 mLを用いる(5 ppm以下)。</p>
当帰芍薬散エキス	<p>定量法</p> <p>(1) (E)ーフェルラ酸 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。乾燥エキス約0.5 g(軟エキスは乾燥物として約0.5 gに対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール(1→2)50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用(E)ーフェルラ酸約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2 mLを正確に量り、薄めたメタノール(1→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 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(E)ーフェルラ酸のピーク面積AT及びASを測定する。</p> <p>(E)ーフェルラ酸の量(mg) = MS × AT/AS × 1/50 MS: 定量用(E)ーフェルラ酸の秤取量(mg)</p> <p>試験条件</p> <p>検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 320 nm)</p> <p>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填する。</p> <p>カラム温度: 40℃付近の一定温度</p> <p>移動相: リン酸二水素ナトリウム7.8 gを水1000 mLに溶かし、リン酸2 mLを加える。この液850 mLにアセトニトリル150 mLを加える。</p> <p>流量: 毎分1.0 mL ((E)ーフェルラ酸の保持時間約10分)</p> <p>システム適合性</p> <p>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)ーフェルラ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。</p> <p>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)ーフェルラ酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>	<p>定量法</p> <p>(1) (E)ーフェルラ酸 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。乾燥エキス約0.5 g(軟エキスは乾燥物として約0.5 gに対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール(1→2)50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用(E)ーフェルラ酸約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2 mLを正確に量り、薄めたメタノール(1→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 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(E)ーフェルラ酸のピーク面積AT及びASを測定する。</p> <p>(E)ーフェルラ酸の量(mg) = MS × AT/AS × 1/50 MS: qNMRで含量換算した定量用(E)ーフェルラ酸の秤取量(mg)</p> <p>試験条件</p> <p>検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 320 nm)</p> <p>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填する。</p> <p>カラム温度: 40℃付近の一定温度</p> <p>移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8 gを水1000 mLに溶かし、リン酸2 mLを加える。この液850 mLにアセトニトリル150 mLを加える。</p> <p>流量: 毎分1.0 mL ((E)ーフェルラ酸の保持時間約10分)</p> <p>システム適合性</p> <p>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)ーフェルラ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。</p> <p>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)ーフェルラ酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

品目	JP18／第1追補	第2追補
当帰芍薬散エキス (続き)	<p>定量法 (3) アラクチレノリドⅢ 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。別に定量用アラクチレノリドⅢをデンケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、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100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のアラクチレノリドⅢのピーク面積AT及びASを測定する。 アラクチレノリドⅢの量(mg)=MS × AT/AS × 1/40 MS: 定量用アラクチレノリドⅢ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填する。 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(550:450:1) 流量: 毎分1.0 mL (アラクチレノリドⅢ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 μLにつき、上記の条件で操作するとき、アラクチレノリドⅢ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、アラクチレノリドⅢのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>	<p>定量法 (3) アラクチレノリドⅢ 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。別に定量用アラクチレノリドⅢ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、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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、それぞれの液のアラクチレノリドⅢのピーク面積AT及びASを測定する。 アラクチレノリドⅢの量(mg)=MS × AT/AS × 1/40 MS: 定量用アラクチレノリドⅢ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填する。 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(550:450:1) 流量: 毎分1.0 mL (アラクチレノリドⅢ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 μLにつき、上記の条件で操作するとき、アラクチレノリドⅢ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、アラクチレノリドⅢのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
トウジン	<p>確認試験 本品の粉末2.0 gに水50 mLを加えて水浴中で1時間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液を酢酸エチル20 mLずつで2回洗浄する。水層を分取し、水飽和1-ブタノール30 mLずつを用い2回抽出する。水飽和1-ブタノール層を合わせ、水浴中で低圧(真空)で溶媒を留去する。残留物にメタノール1 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5 μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1-プロパノール/水/酢酸エチル混液(6:5:2)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これにナフトレゾルシン・リン酸試液を均等に噴霧し、105°Cで10分間加熱するとき、R f値0.5付近に橙色～赤紫色のスポットを認める。</p> <p>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)。</p>	<p>確認試験 本品の粗切2.0 gに水50 mLを加えて水浴中で1時間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液を酢酸エチル20 mLずつで2回洗浄する。水層を分取し、水飽和1-ブタノール30 mLずつを用い2回抽出する。水飽和1-ブタノール層を合わせ、水浴中で低圧(真空)で溶媒を留去する。残留物にメタノール1 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5 μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1-プロパノール/水/酢酸エチル混液(6:5:2)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これにナフトレゾルシン・リン酸試液を均等に噴霧し、105°Cで10分間加熱するとき、R f値0.5付近に橙色～赤紫色のスポットを認める。</p> <p>純度試験 (1) 重金属〈1.07〉 本品の粗切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〉 本品の粗切1.0 gをとり、第4法により検液を調製し、試験を行う。ただし、標準色の調製にはヒ素標準液5.0 mLを用いる(5 ppm以下)。</p>
ニクズク	<p>日本名別名</p> <p>肉豆蔻 肉豆蔻 肉豆蔻 肉豆蔻</p>	<p>日本名別名</p> <p>肉豆蔻 肉豆蔻</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ニンドウ	<p>生薬の性状 本品は葉及び短い茎に対生する葉からなる。葉は短い葉柄を付け、楕円形で全縁、長さ3～7cm、幅1～3cm、上面は緑褐色、下面は淡灰緑色を呈し、ルーペ視するとき、両面に軟毛をまばらに認める。茎は径1～4mm、外面は灰黄褐色～帯紫褐色で、横切面は円形、中空である。</p> <p>本品はほとんどにおいがなく、味は収れん性で、後僅かに苦い。</p> <p>本品の葉の横切片を鏡検(5.01)するとき、最外層は上下面とも表皮からなり、表皮には単細胞性の非腺毛と多細胞性の腺毛が認められる。主脈部では、表皮の内側数細胞層は厚角組織からなり、中央部には維管束がある。葉肉部では上面表皮に接して柵状組織があり、下面表皮に接して海綿状組織がある。腺毛には褐色の分泌物が含まれ、柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの集晶を含み、でんぷん粒が認められることがある。</p>	<p>生薬の性状 本品は茎及びこれに対生した葉からなる。葉は短い葉柄を付け、楕円形で全縁、長さ3～7cm、幅1～3cm、向軸面は緑褐色、背軸面は淡灰緑色を呈し、ルーペ視するとき、両面に軟毛をまばらに認める。茎は径1～4mm、外面は灰黄褐色～帯紫褐色で、横切面は円形、中空である。</p> <p>本品はほとんどにおいがなく、味は収れん性で、後僅かに苦い。</p> <p>本品の葉の横切片を鏡検(5.01)するとき、最外層は向軸側、背軸側とも表皮からなり、表皮には単細胞性の非腺毛と多細胞性の腺毛が認められる。主脈部では、表皮の内側数細胞層は厚角組織からなり、中央部には維管束がある。葉肉部では向軸側表皮に接して柵状組織があり、背軸側表皮に接して海綿状組織がある。腺毛には褐色の分泌物が含まれ、柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの集晶を含み、でんぷん粒が認められることがある。</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
バクモンドウ	<p style="text-align: center; color: red;">新規追加</p> <p>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)。</p> <p>(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)。</p> <p>(3) 細根部 本品は、異物<5.01>に従い試験を行うとき、細根部1.0%以上を含まない。</p>	<p>確認試験 本品の中切5 gに水15 mL及び酢酸エチル25 mLを加えて10分間振り混ぜた後、遠心分離し、酢酸エチル層を分取する。この液10 mLをとり、低圧(真空)で溶媒を留去した後、残留物をアセトン0.5 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メチルオフィオポゴナノンA1 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 μL及び標準溶液10 μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン／酢酸エチル／酢酸(100)混液(30:10:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール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、標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい。</p> <p>純度試験 (1) 重金属<1.07> 本品の中切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)。</p> <p>(2) ヒ素<1.11> 本品の中切1.0 gをとり、第4法により検液を調製し、試験を行う。ただし、標準色の調製にはヒ素標準液5.0 mLを用いる(5 ppm以下)。</p> <p style="text-align: center; color: red;">削除</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
八味地黄丸エキス	<p>定量法 (3) 総アルカロイド</p> <p>乾燥エキス約1g(軟エキスは乾燥物として約1gに対応する量)を精密に量り、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、遠心分離し、ジエチルエーテル層を除いた後、ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、ジエチルエーテル層を除く。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分間振り混ぜた後、遠心分離し、ジエチルエーテル層を分取する。水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、これを2回繰り返す。全抽出液を合わせ、低圧(真空)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)に溶かして正確に10mLとし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μL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、ATM及びASM、ATH及びASH、ATA及びASAを測定する。</p> <p>ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量(mg) $= CSM \times ATM / ASM \times 10$</p> <p>ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量(mg) $= CSH \times ATH / ASH \times 10$</p> <p>14-アニソイルアコニン塩酸塩の量(mg) $= CSA \times ATA / ASA \times 10$</p> <p>CSM: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩の濃度(mg/mL) CSH: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の濃度(mg/mL) CSA: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用14-アニソイルアコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)</p>	<p>定量法 (3) 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、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)</p> <p>乾燥エキス約1g(軟エキスは乾燥物として約1gに対応する量)を精密に量り、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、遠心分離し、ジエチルエーテル層を除いた後、ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、ジエチルエーテル層を除く。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分間振り混ぜた後、遠心分離し、ジエチルエーテル層を分取する。水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、これを2回繰り返す。全抽出液を合わせ、低圧(真空)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)に溶かして正確に10mLとし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用安息香酸約10mgを精密に量り、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100mLとする。この液10mL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100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL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。試料溶液の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AM、AH及びAA並びに標準溶液の安息香酸のピーク面積ASを測定する。</p> <p>ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量(mg) $= MS \times AM / AS \times 1/100 \times 4.19$</p> <p>ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量(mg) $= MS \times AH / AS \times 1/100 \times 4.06$</p> <p>14-アニソイルアコニン塩酸塩の量(mg) $= MS \times AA / AS \times 1/100 \times 3.69$</p> <p>MS: qNMRで含量換算した定量用安息香酸の秤取量(mg)</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
<p>八味地黄丸エキス (続き)</p>	<p>(続き) 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 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填する。 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: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL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: 定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL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。</p>	<p>(続き) 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, ベンゾイルメサコニン及び安息香酸は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 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填する。 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 システム適合性 システムの性能: 分離確認用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μL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, ベンゾイルヒパコニン, 14-アニソイルアコニンの順に溶出し, ベンゾイルメサコニンのピークの理論段数及びシメトリー係数は, 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20 μLにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, 安息香酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>
<p>ハッカ</p>	<p>生薬の性状 本品は茎及びそれに對生する葉からなり, 茎は方柱形で淡褐色～赤紫色を呈し, 細毛がある。水に浸してしわを伸ばすと, 葉は卵円形～長楕円形で, 両端はとがり, 長さ2～8 cm, 幅1～2.5 cm, 辺縁に不ぞろいの鋸歯があり, 上面は淡褐黄色～淡緑黄色, 下面は淡緑色～淡緑黄色を呈する。葉柄は長さ0.3～1 cmである。ルーペ視するとき, 毛, 腺毛及び腺りんを認める。 本品は特異な芳香があり, 口に含むと清涼感がある。</p>	<p>生薬の性状 本品は茎及びこれに對生した葉からなり, 茎は方柱形で淡褐色～赤紫色を呈し, 細毛がある。水に浸してしわを伸ばすと, 葉は卵円形～長楕円形で, 両端はとがり, 長さ2～8 cm, 幅1～2.5 cm, 辺縁に不ぞろいの鋸歯があり, 向軸面は淡褐黄色～淡緑黄色, 背軸面は淡緑色～淡緑黄色を呈する。葉柄は長さ0.3～1 cmである。ルーペ視するとき, 毛, 腺毛及び腺りんを認める。 本品は特異な芳香があり, 口に含むと清涼感がある。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ビワヨウ	<p>生薬の性状 本品は長楕円形～広ひ針形で、長さ12～30cm、幅4～9cm、先端はとがり、基部はくさび形で、短い葉柄を付け、辺縁には粗い鋸歯がある。ときに、短径5～10mm、長径数cmの短冊状に切裁されている。上面は緑色～緑褐色を呈し、下面は淡緑褐色で、淡褐色の綿毛を残存する。葉脈部は淡黄褐色を呈し、下面に突出している。 本品は僅かににおいがあり、味はほとんどない。 本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、上面及び下面のクチクラは厚く、柵状組織はおおむね4～5細胞層で、ところどころに葉緑粒を欠く大型の細胞を認める。主脈部では並立維管束は木部側の基本組織の湾入によって一部切断されたほぼ環状を呈し、師部に接する繊維群を認める。葉肉中にはシュウ酸カルシウムの単晶及び集晶を認める。綿毛は単細胞性で湾曲し、太さ約25μm、長さ1.5mmに達する。</p>	<p>生薬の性状 本品は長楕円形～広ひ針形で、長さ12～30cm、幅4～9cm、先端はとがり、基部はくさび形で、短い葉柄を付け、辺縁には粗い鋸歯がある。ときに、短径0.5～1cm、長径数cmの短冊状に切裁されている。向軸面は緑色～緑褐色を呈し、背軸面は淡緑褐色で、淡褐色の綿毛を残存する。葉脈部は淡黄褐色を呈し、背軸面に突出している。 本品は僅かににおいがあり、味はほとんどない。 本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、向軸側及び背軸側表皮は厚いクチクラを有し、柵状組織はおおむね4～5細胞層で、ところどころに葉緑体を欠く大型の細胞を認める。主脈部では並立維管束は木部側の基本組織の湾入によって一部切断されたほぼ環状を呈し、師部に接する繊維群を認める。葉肉部の組織中にはシュウ酸カルシウムの単晶及び集晶を認める。綿毛は単細胞性で湾曲し、太さ約25μm、長さ1.5mmに達する。</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ブシ	<p>生薬の性状</p> <p>1) ブシ1 本品は径10 mm以下の不整な多角形に破碎されている。外面は暗灰褐色～黒褐色を呈する。質は堅く、切面は平らで、淡褐色～暗褐色を呈し、通常角質で光沢がある。</p> <p>本品は弱い特異なおいがある。</p> <p>本品の横切片及び縦切片を鏡検(5.01)するとき、道管は孔紋、階紋、網紋又はらせん紋道管である。柔細胞中のでんぷん粒は通例糊化しているが、ときにでんぷん粒が認められるものもある。でんぷん粒は円形若しくは楕円形の単粒で径2～25 μm、又は2～10数個の複粒として認められる。でんぷん粒のへそは明らかである。</p> <p>2) ブシ2 本品はほぼ倒円錐形で、長さ15～30 mm、径12～16 mm、又は縦ときに横に切断され、長さ20～60mm、幅15～40 mm、厚さ200～700 μm、又は径12 mm以下の不整な多角形に破碎されている。外面は淡褐色～暗褐色又は黄褐色を呈する。質は堅く、通例、しわはなく、切面は平らで、淡褐色～暗褐色又は黄白色～淡黄褐色を呈し、通常角質、半透明で光沢がある。</p> <p>本品は弱い特異なおいがある。</p> <p>本品の横切片及び縦切片を鏡検(5.01)するとき、外側から擬上皮、一次皮層、内皮、二次皮層、形成層、木部が認められる。一次皮層には楕円形～楕円状四角形、短径30～75 μm、長径60～150 μmの厚壁細胞がある。内皮は接線方向に長い細胞層の細胞からなっている。形成層輪は星形又は不整の多角形～円形であり、木部の道管群はV字形を呈する。</p> <p>二次皮層及び髄中に独立した形成層輪が認められるものもある。道管は孔紋、階紋、網紋又はらせん紋道管である。柔細胞中のでんぷん粒は糊化している。</p> <p>3) ブシ3 本品は径5 mm以下の不整な多角形に破碎されている。外面は灰褐色を呈する。質は堅く、切面は平らで、淡灰褐色～灰白色を呈し、光沢がない。</p> <p>本品は弱い特異なおいがある。</p> <p>本品の横切片及び縦切片を鏡検(5.01)するとき、道管は孔紋、階紋、網紋又はらせん紋道管である。柔細胞中のでんぷん粒は円形若しくは楕円形の単粒で径2～25 μm、又は2～10数個の複粒として認められる。でんぷん粒のへそは明らかである。</p>	<p>生薬の性状</p> <p>1) ブシ1 本品は径10 mm以下の不整な多角形に破碎されている。外面は暗灰褐色～黒褐色を呈する。質は堅く、切面は平らで、淡褐色～暗褐色を呈し、通常角質で光沢がある。</p> <p>本品は弱い特異なおいがある。</p> <p>本品の切片を鏡検(5.01)するとき、道管は孔紋、階紋、網紋又はらせん紋道管である。柔細胞中のでんぷん粒は通例糊化しているが、ときにでんぷん粒が認められるものもある。でんぷん粒は円形若しくは楕円形で径2～25 μm、単粒又は2～10数個の複粒として認められる。でんぷん粒のへそは明らかである。</p> <p>2) ブシ2 本品はほぼ倒円錐形で、長さ15～30 mm、径12～16 mm、又は縦ときに横に切断され、長さ20～60mm、幅15～40 mm、厚さ0.2～0.7 mm、又は径12 mm以下の不整な多角形に破碎されている。外面は淡褐色～暗褐色又は黄褐色を呈する。擬上皮を除いたものでは、外面が黄白色～黄褐色である。質は堅く、通例、しわはなく、切面は平らで、淡褐色～暗褐色又は黄白色～淡黄褐色を呈し、通常角質、半透明で光沢がある。</p> <p>本品は弱い特異なおいがある。</p> <p>本品の横切片を鏡検(5.01)するとき、外側から擬上皮、一次皮層、内皮、二次皮層、形成層、木部が認められる。擬上皮を除いたものでは、擬上皮に加えて、一次皮層及び内皮の一部を欠くものがある。一次皮層には楕円形～楕円状四角形で、短径30～75 μm、長径60～150 μmの厚壁細胞がある。内皮は接線方向に長い細胞層の細胞からなっている。形成層輪は星形又は不整の多角形～円形であり、木部の道管群はV字形を呈する。</p> <p>二次皮層及び髄中に独立した形成層輪が認められるものもある。柔細胞中のでんぷん粒は糊化している。縦切片を鏡検(5.01)するとき、道管は孔紋、階紋、網紋又はらせん紋道管である。</p> <p>3) ブシ3 本品は径5 mm以下の不整な多角形に破碎されている。外面は灰褐色を呈する。質は堅く、切面は平らで、淡灰褐色～灰白色を呈し、光沢がない。</p> <p>本品は弱い特異なおいがある。</p> <p>本品の切片を鏡検(5.01)するとき、道管は孔紋、階紋、網紋又はらせん紋道管である。柔細胞中のでんぷん粒は円形若しくは楕円形で径2～25 μm、単粒又は2～10数個の複粒として認められる。でんぷん粒のへそは明らかである。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ベラドンナエキス	性状 本品は暗褐色で、特異なにおいがあり、味は苦い。	性状 本品は暗褐色で、特異なにおいがある。



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
防已黄耆湯エキス	<p>定量法 (1) シノメニン 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、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5.0 mLを加えて10分間振り混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を除く。水層にジエチルエーテル20 mLを加えて同様に操作する。水層に薄めた水酸化ナトリウム試液(1→10) 5.0 mL及びメタノール10 mLを加えて15分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物に薄めたメタノール(1→2)20 mLを加えて15分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。先の上澄液と合わせ、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に定量用シノメニン約5 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 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、それぞれの液のシノメニンのピーク面積AT及びASを測定する。 $\text{シノメニンの量(mg)} = \text{MS} \times \text{AT} / \text{AS} \times 1 / 2$ MS: 定量用シノメニンの秤取量(mg) 試験条件 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 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填する。 カラム温度: 30℃付近の一定温度 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム3 gにアセトニトリル350 mLを加えて振り混ぜた後、水650 mL及びリン酸1 mLを加えて溶かす。 流量: 毎分1.0 mL (シノメニンの保持時間約18分) システム適合性 システムの性能: 試料溶液, シノメニン標準溶液及び定量法(2)のグリチルリチン酸標準溶液10 μLにつき, 上記の条件で操作するとき, 試料溶液にシノメニン及びグリチルリチン酸のピークを認め, グリチルリチン酸, シノメニンの順に溶出し, その分離度は4.5以上である。また, グリチルリチン酸のピーク以外にシノメニンのピークの前後に明瞭なピークを認め, シノメニンとそれぞれのピークとの分離度は1.5以上である。 システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, シノメニンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>	<p>定量法 (1) シノメニン 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、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5.0 mLを加えて10分間振り混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を除く。水層にジエチルエーテル20 mLを加えて同様に操作する。水層に薄めた水酸化ナトリウム試液(1→10) 5.0 mL及びメタノール10 mLを加えて15分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物に薄めたメタノール(1→2)20 mLを加えて15分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。先の上澄液と合わせ、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に定量用シノメニン約5 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 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、それぞれの液のシノメニンのピーク面積AT及びASを測定する。 $\text{シノメニンの量(mg)} = \text{MS} \times \text{AT} / \text{AS} \times 1 / 2$ MS: qNMRで含量換算した定量用シノメニンの秤取量(mg) 試験条件 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 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填する。 カラム温度: 30℃付近の一定温度 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム3 gにアセトニトリル350 mLを加えて振り混ぜた後、水650 mL及びリン酸1 mLを加えて溶かす。 流量: 毎分1.0 mL (シノメニンの保持時間約18分) システム適合性 システムの性能: 試料溶液, シノメニン標準溶液及び定量法(2)のグリチルリチン酸標準溶液10 μLにつき, 上記の条件で操作するとき, 試料溶液にシノメニン及びグリチルリチン酸のピークを認め, グリチルリチン酸, シノメニンの順に溶出し, その分離度は4.5以上である。また, グリチルリチン酸のピーク以外にシノメニンのピークの前後に明瞭なピークを認め, シノメニンとそれぞれのピークとの分離度は1.5以上である。 システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, シノメニンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ボクソク	<p>生薬の性状 本品は板状又は半管状の皮片で、厚さ5～15mm、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。 本品はに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。</p>	<p>生薬の性状 本品は板状又は半管状の皮片で、厚さ5～15mm、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。 本品はに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、二次皮層には師部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。石細胞や師部繊維に隣接してシュウ酸カルシウムの単晶を含む結晶細胞が認められる。縦切片を鏡検(5.01)するとき、繊維細胞に接する結晶細胞は列をなす。</p>
ホミカエキス	<p>性状 本品は黄褐色～褐色の粉末で、弱いにおいがあり、味は極めて苦い。</p>	<p>性状 本品は黄褐色～褐色の粉末で、弱いにおいがある。</p>
ホミカエキス散	<p>性状 本品は黄褐色～灰褐色の粉末で、僅かに弱いにおいがあり、味は苦い</p>	<p>性状 本品は黄褐色～灰褐色の粉末で、僅かに弱いにおいがある。</p>
ホミカチンキ	<p>性状 本品は黄褐色の液で、味は極めて苦い。 比重 d 20/20:約0.90</p>	<p>性状 本品は黄褐色の液である。 比重 d 20/20 :約0.90</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
マクリ	<p>確認試験 本品の粉末2 gに希エタノール10 mLを加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にカインン酸5 mgを希エタノール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5 μL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。次にギ酸エチル／水／ギ酸混液(5:1:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ニンヒドリン・エ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、標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい。</p>	<p>確認試験 本品の粗切2 gに希エタノール10 mLを加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にカインン酸5 mgを希エタノール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5 μL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。次にギ酸エチル／水／ギ酸混液(5:1:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ニンヒドリン・エ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、標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい。</p>
モクツウ	<p>生薬の性状 本品は円形又は楕円形の切片で厚さ0.2～0.3 cm、径1～3 cmである。切面の皮部は暗灰褐色を呈し、木部は淡褐色の道管部と灰白色の放射組織とが交互に放射状に配列する。髄は淡灰黄色で、明らかである。側面は灰褐色で、円形又は横に長い楕円形の皮目がある。 本品はほとんどにおいがなく、味は僅かにえぐい。 本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、主として結晶細胞列を伴う繊維束と石細胞群とからなる輪層が師部の外辺を弧状に囲んでいる。皮層の放射組織は単晶を含む厚壁細胞からなる。形成層付近は明らかで、髄周辺の細胞は極めて厚壁である。木部放射組織及び髄周辺の柔細胞にはシュウ酸カルシウムの単晶及びでんぷん粒を含む。でんぷん粒の径は8 μm以下である。</p>	<p>生薬の性状 本品は円形又は楕円形の切片で厚さ0.2～0.3cm、径1～3 cmである。切面の皮部は暗灰褐色を呈し、木部は淡褐色の道管部と灰白色の放射組織とが交互に放射状に配列する。髄は淡灰黄色で、明らかである。側面は灰褐色で、円形又は横に長い楕円形の皮目がある。 本品はほとんどにおいがなく、味は僅かにえぐい。 本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、主として結晶細胞を伴う繊維束と石細胞群とからなる輪層が師部の外辺を弧状に囲んでいる。二次皮層の放射組織は単晶を含む厚壁細胞からなる。形成層付近は明らかで、髄周辺の細胞は極めて厚壁である。木部放射組織及び髄周辺の柔細胞にはシュウ酸カルシウムの単晶及びでんぷん粒を含む。でんぷん粒の径は8 μm以下である。縦切片を鏡検〈5.01〉するとき、繊維束の周囲の結晶細胞は列をなす。</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ヤクモソウ	<p>生薬の性状 本品は茎、葉及び花からなり、通例、横切したもの。茎は方柱形で、径0.2～3 cm、黄緑色～緑褐色を呈し、白色の短毛を密生する。髓は白色で切面中央部の多くを占める。質は軽い。葉は対生し、有柄で3全裂～3深裂し、裂片は羽状に裂け、終裂片は線状ひ針形で先端は鋭形、又は鋭尖形、上面は淡緑色を呈し、下面は白色の短毛を密生し、灰緑色を呈する。花は輪生し、がくは筒状で上端は針状に5裂し、淡緑色～淡緑褐色、花冠は唇形で淡赤紫色～淡褐色を呈する。</p> <p>本品は僅かににおいがあり、味は僅かに苦く、収れん性である。</p> <p>本品の茎の横切片を鏡検(5.01)するとき、四稜を認め、Leonurus sibiricusの稜は一部がこぶ状に突出する。表皮には、1～3細胞からなる非腺毛、頭部が1～4細胞からなる腺毛及び8細胞からなる腺りんが認められる。稜部では表皮下に厚角組織が発達し、木部繊維の発達が著しい。皮層は数細胞層の柔細胞からなる。維管束は並立維管束で、ほぼ環状に配列する。師部の外側には師部繊維を認める。皮層及び髓中の柔細胞にシュウ酸カルシウムの針晶又は板状晶が認められる。</p>	<p>生薬の性状 本品は茎、葉及び花からなり、通例、横切したものである。茎は方柱形で、径0.2～3 cm、黄緑色～緑褐色を呈し、白色の短毛を密生する。髓は白色で切面中央部の多くを占める。質は軽い。葉は対生し、有柄で3全裂～3深裂し、裂片は羽状に裂け、終裂片は線状ひ針形で先端は鋭形、又は鋭尖形、向軸面は淡緑色を呈し、背軸面は白色の短毛を密生し、灰緑色を呈する。花は輪生し、がくは筒状で上端は針状に5裂し、淡緑色～淡緑褐色、花冠は唇形で淡赤紫色～淡褐色を呈する。</p> <p>本品は僅かににおいがあり、味は僅かに苦く、収れん性である。</p> <p>本品の茎の横切片を鏡検(5.01)するとき、四稜を認め、Leonurus sibiricusの稜は一部がこぶ状に突出する。表皮には、1～3細胞からなる非腺毛、頭部が1～4細胞からなる腺毛及び8細胞からなる腺りんが認められる。稜部では表皮下に厚角組織が発達し、木部繊維の発達が著しい。皮層は数細胞層の柔細胞からなる。維管束は並立維管束で、ほぼ環状に配列する。師部の外側には師部繊維を認める。皮層及び髓の柔細胞中にシュウ酸カルシウムの針晶又は板状晶が認められる。</p>
ヨクイニン	<p>確認試験 本品の横切面にヨウ素試液を滴下するとき、内乳は暗赤褐色、胚盤は暗灰色を呈する。</p>	<p>確認試験 本品を横切し、薄めたヨウ素試液(1→10)に5秒間浸漬した後、取り出し、余分な試液を拭き取り、切面を観察するとき、内乳は暗赤褐色を呈する。</p>
ヨクイニン末	<p>確認試験 本品の少量をスライドガラス上にとり、ヨウ素試液を滴下して鏡検(5.01)するとき、通例、径10～15 μm、ほぼ等径性で鈍多角形の単でんぷん粒及び複でんぷん粒は帯赤褐色を呈し、脂肪油、アリューロン粒と共存して柔細胞中に含まれる小球形のでんぷん粒は青紫色を呈する。</p> <p>純度試験 異物 本品を鏡検(5.01)するとき、ケイ酸化した細胞壁を持つ組織の破片、石細胞その他厚壁木化した細胞、網紋道管、階紋道管、孔紋道管、繊維及び毛の破片、ヨウ素試液で青紫色を呈する径10 μm以上の大型でんぷん粒を認めない。</p>	<p>確認試験 本品の少量をスライドガラス上にとり、薄めたヨウ素試液(1→10)を滴下して鏡検(5.01)するとき、通例、径10～20 μm、ほぼ等径性で鈍多角形の単粒及び複粒のでんぷん粒は帯赤褐色を呈し、脂肪油、アリューロン粒と共存して柔細胞中に含まれる小球形のでんぷん粒は青紫色を呈する。</p> <p>純度試験 異物 本品を鏡検(5.01)するとき、ケイ酸化した細胞壁を持つ組織の破片、石細胞その他厚壁木化した細胞、網紋道管、階紋道管、孔紋道管、繊維及び毛の破片を認めない。また、薄めたヨウ素試液(1→10)で青紫色を呈する径20 μmを超える大型でんぷん粒は認めないか、又は認めることがあっても僅かである。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
抑肝散加陳皮半夏エキス	<p>基原 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、サイコサポニン b2 0.6 ～ 2.4 mg, グリチルリチン酸(C₄₂H₆₂O₁₆:822.93) 10 ～ 30 mg及びヘスペリジン 18 ～ 72 mgを含む。</p> <p>次ページへ続く</p>	<p>基原 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、サイコサポニン b2 0.6 ～ 2.4 mg, グリチルリチン酸(C₄₂H₆₂O₁₆:822.93) 10 ～ 30 mg, ヘスペリジン18 ～ 72 mg及び総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン) 0.15 mg以上を含む。</p> <p>次ページへ続く</p>



第2追補 医薬品各条(生薬等)

品目	JP18／第1追補	第2追補
抑肝散加陳皮半夏エキス (続き)	新規追加	<p>定量法</p> <p>(4) 総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン) 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, 1 mol/L塩酸試液3 mL及び水7 mLを加えて10分間振り混ぜ, 遠心分離し, ジエチルエーテル層を除く. 水層にジエチルエーテル20 mLを加えて同様に操作する. 水層に水酸化ナトリウム試液10 mL及びジエチルエーテル20 mLを加えて10分間振り混ぜた後, 遠心分離し, ジエチルエーテル層を分取する. 水層にジエチルエーテル20 mLを加えて同様に操作し, これを2回繰り返す. 全抽出液を合わせ, 40°C以下, 低圧(真空)で溶媒を留去した後, 残留物を移動相に溶かして正確に10 mLとし, 試料溶液とする. 別に定量用リンコフィリン及び定量用ヒルスチン約5 mgずつを精密に量り, メタノール/希酢酸混液(7:3)に溶かし, 正確に100 mLとする. この液10 mLを正確に量り, メタノール/希酢酸混液(7:3)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 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, それぞれの液のリンコフィリン及びヒルスチンのピーク面積ATR及びATH並びにASR及びASHを測定する.</p> <p>総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)の量(mg) $=(MSR \times ATR/ASR + MSH \times ATH/ASH) \times 1/50$ MSR: 定量用リンコフィリンの秤取量(mg) MSH: 定量用ヒルスチンの秤取量(mg)</p> <p>試験条件</p> <p>検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 245 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填する. カラム温度: 40°C付近の一定温度 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1 gにメタノール600 mLを加えて振り混ぜた後, 水400 mL及び酢酸(100)5 mLを加えて溶かす. 流量: 毎分1.0 mL</p> <p>システム適合性</p> <p>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, リンコフィリン及びヒルスチ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, リンコフィリン及びヒルスチ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.</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18/第1追補	第2追補
レンニク	<p>生薬の性状 本品は卵形体～楕円体で、一端には乳頭状の突起があり、その周辺はへこんでいる。長さ1.0～1.7 cm、幅0.5～1.2 cm、外面は淡赤褐色～淡黄褐色を呈し、突起部は暗赤褐色を呈する。内果皮は艶がなく、剝離しにくい。内部は黄白色の胚乳からなり、中央部にある胚は緑色である。 本品はほとんどにおいがなく、味は僅かに甘く、やや油様で、胚は極めて苦い。 本品中央部の横切片を鏡検(5.01)するとき、内果皮は柔組織からなり、ときに脱落して見られないことがある。種皮は表皮と圧縮された柔細胞からなる柔組織で形成され、柔組織中に維管束が散在する。内乳は表皮と柔組織で形成される。残存する内果皮中には、シュウ酸カルシウムの集晶及びタンニン様物質を含み、種皮の柔細胞中にはタンニン様物質を含み、内乳の柔組織中にはでんぷん粒を含む。</p>	<p>生薬の性状 本品は卵形体～楕円体で、一端には乳頭状の突起があり、その周辺はへこんでいる。長さ1.0～1.7 cm、幅0.5～1.2 cm、外面は淡赤褐色～淡黄褐色を呈し、突起部は暗赤褐色を呈する。内果皮は艶がなく、剝離しにくい。内部は黄白色の子葉からなり、中央部にある胚は緑色である。 本品はほとんどにおいがなく、味は僅かに甘く、やや油様で、胚は極めて苦い。 本品中央部の横切片を鏡検(5.01)するとき、内果皮は柔組織からなり、ときに脱落して見られないことがある。種皮は表皮と圧縮された柔細胞からなる柔組織で形成され、柔組織中に維管束が散在する。種皮の内側には子葉が見られる。残存する内果皮中にはシュウ酸カルシウムの集晶及びタンニン様物質を、子葉の柔組織中にはでんぷん粒を含む。</p>
ロートエキス	<p>性状 本品は褐色～暗褐色で、特異なおいがあり、味は苦い。本品は水に僅かに混濁して溶ける。</p>	<p>性状 本品は褐色～暗褐色で、特異なおいがある。本品は水に僅かに混濁して溶ける。</p>
ロートエキス散	<p>性状 本品は帯褐黄色～灰黄褐色の粉末で、僅かに弱いにおいがあり、味は僅かに苦い。</p>	<p>性状 本品は帯褐黄色～灰黄褐色の粉末で、僅かに弱いにおいがある。</p>
ロートエキス・アネスタミン散	<p>性状 本品は僅かに褐色を帯びた白色の粉末で、味は僅かに苦く、舌を麻痺させる。</p>	<p>性状 本品は僅かに褐色を帯びた白色の粉末である。</p>
ロートエキス・カーボン散	<p>性状 本品は黒色の飛散しやすい粉末で、味はない。</p>	<p>性状 本品は黒色の飛散しやすい粉末である。</p>
複方ロートエキス・ジアスターゼ散	<p>性状 本品は淡黄色の粉末で、味は苦い。</p>	<p>性状 本品は淡黄色の粉末である。</p>

第2追補 医薬品各条(生薬等)

ヒ素試験の削除以外の変更

品目	JP18／第1追補	第2追補
ローヤルゼリー	<p>定量法 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。別に定量用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 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、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。</p> <p>10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸の量(mg) $=MS \times QT / QS \times 3 / 4$</p> <p>MS: 定量用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)</p> <p>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 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。</p> <p>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、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 μL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。</p>	<p>定量法 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。別に定量用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 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、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。</p> <p>10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸の量(mg) $=MS \times QT / QS \times 3 / 4$</p> <p>MS: qNMRで含量換算した定量用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)</p> <p>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 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。</p> <p>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、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 μL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。</p>

Appendix



第2追補 標準品（一般試験法）

<9.01> 標準品

(1)別に厚生労働大臣が定めるところにより厚生労働大臣の登録を受けたものが製造する標準品

<p>新規 収載</p>	<p>アリピプラゾール標準品 システム適合性試験用アリピプラゾールN-オキシド標準品 オキサリプラチン標準品 純度試験用オキサリプラチン類縁物質B二硝酸塩標準品 ゴセレリン酢酸塩標準品 システム適合性試験用ゴセレリン酢酸塩類縁物質標準品 残留溶媒クラス2D標準品 残留溶媒クラス2E標準品 トルバプタン標準品 フェブキソスタット標準品 システム適合性試験用フェブキソスタット類縁物質A標準品 システム適合性試験用フェブキソスタット類縁物質B標準品 ロルノキシカム標準品</p>	<p>(2)国立感染症研 究所が製造する 標準品</p> <p>から削除し、 (1)に移動</p>	<p>セフォゾラン塩酸塩標準品 セフォペラゾン標準品 セフカペンピボキシル塩酸塩標準品 セフジレンピボキシル標準品 セフトジジム標準品 セフポドキシムプロキセチル標準品</p>
<p>削除</p>	<p>アンレキサノクス標準品 トルブタミド標準品</p>		

(2)国立感染症研究所が製造する標準品

<p>削除</p>	<p>セファドロキシル標準品</p>
------------------	--------------------



第2追補 試薬・試液(一般試験法)

<9.41> 試薬・試液

<p>新規 収載 (35試薬)</p>	<p>14-アニソイルアコニン塩酸塩 2-アミノピリジン 安息香酸, 定量用 アンモニア水(25) オキサリプラチン 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化酢酸 確認試験用テセロイキン 過マンガン酸カリウム試液, 0.3 mol/L 還元試液 緩衝液, テセロイキンSDSポリアクリルアミドゲル電気泳動用 緩衝液, テセロイキン試料用 酢酸アンモニウム試液, 40 mmol/L 重水素化酢酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用 水酸化ナトリウム試液, 0.02 mol/L 炭酸リチウム, 定量用 定量用安息香酸 定量用炭酸リチウム</p>	<p>テセロイキンSDSポリアクリルアミドゲル電気泳動用緩衝液 テセロイキン, 確認試験用 テセロイキン試料用緩衝液 テセロイキン用ポリアクリルアミドゲル テセロイキン用リシルエンドペプチダーゼ テトラメチルベンジジン テトラメチルベンジジン試液 トリス緩衝液, 1 mol/L, pH 9.0 薄層クロマトグラフィー用メチルオフィオポゴナノンA ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液, 分離確認用 分離確認用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 ベンゾイルヒパコニン塩酸塩 ポリアクリルアミドゲル, テセロイキン用 メチルオフィオポゴナノンA, 薄層クロマトグラフィー用 2-(N-モルホリノ)エタンスルホン酸 ラウリル硫酸リチウム リシルエンドペプチダーゼ, テセロイキン用 両性担体液, pH 7 ~ 9用</p>
-----------------------------	--	--

第2追補 試薬・試液(一般試験法)

<9.41> 試薬・試液

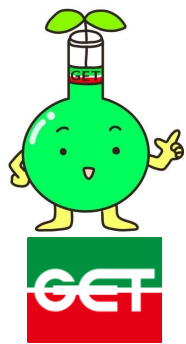
<p>改正 (9試薬)</p>	<p>アトラクチレノリドⅢ, 定量用 アトラクチロジン, 定量用 アトラクチロジン試液, 定量用 シノメニン, 定量用 水酸化カルシウム, pH測定用 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸, 定量用 (E)-フェルラ酸, 定量用 分子量マーカー, テセロイキン用 メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬</p>
---------------------	---



第2追補 試薬・試液(一般試験法)

<9.41> 試薬・試液

運用の追加を伴うもの	アトラクチレノリドⅢ, 定量用	1)定量用1 純度試験 類縁物質 デシケータ(シリカゲル)で24時間乾燥して用いる 試験条件:流量は「当帰薬散エキス」の定量法(3)の試験条件を準用 qNMRを使用した2)定量用2が追加
	アトラクチロジン, 定量用	定量用1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合することが規定 (定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる) 1)定量用1 と2)定量用2が追加 これまでの確認試験と吸光度、純度試験 類縁物質は1)定量用 に記載 1)定量用1 純度試験 類縁物質(ii) 試験条件:流量は「当帰薬散エキス」の定量法(3)の試験条件を準用
	アトラクチロジン試液, 定量用	調製法が上記アトラクチロジン, 定量用1と定量用2に分かれて記載



第2追補 試薬・試液(一般試験法)

運用の追加を伴うもの	シノメニン, 定量用	1)定量用1(紫外可視吸光度測定法)が削除
	10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸, 定量用	1)定量用1(HPLC法)が削除
	(E)-フェルラ酸, 定量用	1)定量用1(HPLC法)が削除
	メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬	鋭敏度 本品20 mgを0.02 mol/L水酸化ナトリウム液100mLに溶かすとき, 液の色は僅かに青色である... → 本品20 mgを0.02 mol/L水酸化ナトリウム試液100mLに溶かすとき, 液の色は僅かに青色である...
記載整備	水酸化カルシウム, pH測定用	水酸化カルシウムをpH測定用に調製したもの. → 水酸化カルシウムを参照.
	分子量マーカー, テセロイキン用	リゾチーム, 大豆トリプシンインヒビター, 炭酸脱水酵素, 卵白アルブミン, ウシ血清アルブミン及びホスホリラーゼbをそれぞれ0.4 mgずつ薄めたグリセリン(1→2) 200 μLに溶かす. →分子量既知のマーカータンパク質で分子量測定用に調整したもの. [分子量: 1.0×10^4 , 1.5×10^4 , 2.0×10^4 , 2.5×10^4 , 3.7×10^4 , 5.0×10^4 , 7.5×10^4 , 1.0×10^5 , 1.5×10^5 , 2.5×10^5]

