生薬の定量法における標準品の水分測定法の追記について（意見募集）

標記については、定量法における標準品の水分測定に関する記載に従い、水分測定法に関する情報を追記するものです。

下記の品目の定量法に使用する標準品について、「○○標準品(別途水分を測定しておく)」を「○○標準品(別途10 mgにつき，電量滴定法により水分〈*2.48*〉を測定しておく)」に改めることとしました。

記

1. 対象品目

各条名	標準品名	該当箇所	備考 *
オウゴン	バイカリン標準品	定量法	JP16-2
オウゴン末	バイカリン標準品	定量法	JP16-2
黄連解毒湯エキス	バイカリン標準品	定量法(2)	JP16-1
乙字湯エキス	バイカリン標準品	定量法(2)	JP16-2
	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
カッコン	プエラリン標準品	定量法	
葛根湯エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(2)	
	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
葛根湯加川芎辛夷エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(2)	JP16-2
	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
加味逍遥散エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(1)	
	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
カンゾウ	グリチルリチン酸標準品	定量法	
カンゾウ末	グリチルリチン酸標準品	定量法	
カンゾウエキス	グリチルリチン酸標準品	定量法	
カンゾウ粗エキス	グリチルリチン酸標準品	定量法	
桂枝茯苓丸エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(2)	
コウジン	ギンセノシドRg1標準品	定量法(1)	
	ギンセノシドRb1標準品	定量法(2)	
牛車腎気丸エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(2)	
柴胡桂枝湯エキス	バイカリン標準品	定量法(2)	
	ペオニフロリン標準品	定量法(3)	
	グリチルリチン酸標準品	定量法(4)	
柴朴湯エキス	バイカリン標準品	定量法(2)	
	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
柴苓湯エキス	バイカリン標準品	定量法(2)	JP16-1
	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
シャカンゾウ	グリチルリチン酸標準品	定量法	JP16-2
シャクヤク	ペオニフロリン標準品	定量法	
シャクヤク末	ペオニフロリン標準品	定量法	
芍薬甘草湯エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(1)	
	グリチルリチン酸標準品	定量法(2)	
十全大補湯エキス	ギンセノシドRb1標準品	定量法(1)	
	ペオニフロリン標準品	定量法(2)	
	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
小柴胡湯エキス	バイカリン標準品	定量法(2)	JP16-1
	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
小青竜湯エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(2)	

	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
真武湯エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(1)	
センナ	センノシドA標準品	定量法	
	センノシドB標準品	定量法	
センナ末	センノシドA標準品	定量法	
	センノシドB標準品	定量法	
センブリ	スウェルチアマリン標準品	定量法	
センブリ末	スウェルチアマリン標準品	定量法	
ダイオウ	センノシドA標準品	定量法	
ダイオウ末	センノシドA標準品	定量法	
大黄甘草湯エキス	センノシドA標準品	定量法(1)	
	グリチルリチン酸標準品	定量法(2)	
無コウイ大建中湯エキス	ギンセノシドRb1標準品	定量法(1)	
大柴胡湯エキス	バイカリン標準品	定量法(2)	JP16-2
	ペオニフロリン標準品	定量法(3)	
釣藤散エキス	グリチルリチン酸標準品	定量法(2)	
当帰芍薬散エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(2)	JP16-1
ニンジン	ギンセノシドRg1標準品	定量法(1)	
	ギンセノシドRb1標準品	定量法(2)	
ニンジン末	ギンセノシドRg1標準品	定量法(1)	
	ギンセノシドRb1標準品	定量法(2)	
麦門冬湯エキス	ギンセノシドRb1標準品	定量法(1)	
	グリチルリチン酸標準品	定量法(2)	
八味地黄丸エキス	ペオニフロリン標準品	定量法(2)	
半夏瀉心湯エキス	バイカリン標準品	定量法(1)	JP16-1
	グリチルリチン酸標準品	定量法(2)	
補中益気湯エキス	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
麻黄湯エキス	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	JP16-2
六君子湯エキス	ギンセノシドRb1標準品	定量法(1)	
	グリチルリチン酸標準品	定量法(3)	
苓桂朮甘湯エキス	グリチルリチン酸標準品	定量法(2)	

* JP16-1：第十六改正日本薬局方第一追補に収載
JP16-2：第十六改正日本薬局方第二追補に収載

２．改正案(オウゴンの例)

オウゴン

定量法の項を次のように改める.

定量法　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) 30 mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する．冷後，共栓遠心沈殿管に移し，遠心分離し，上澄液を分取する．還流抽出の容器は，薄めたメタノール(7→10) 30 mLで洗い，洗液は先の共栓遠心沈殿管に入れ，5分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に薄めたメタノール(7→10) 30 mLを加え，5分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に20 mLとし，試料溶液とする．別にバイカリン標準品(別途10 mgにつき，電量滴定法により水分〈*2.48*〉を測定しておく)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(7→10)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，それぞれの液のバイカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したバイカ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：277 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 ℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→146)／アセトニトリル混液(18：7)

流量：バイカリンの保持時間が約6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：バイカリン標準品1 mg及び分離確認用パラオキシ安息香酸メチル2 mgをメタノールに溶かして100 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，バイカリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は3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，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5 %以下である．