

1 **以下の試業を次のように改める。**

2 **(E)ーケイ皮酸**、定量用  $C_9H_8O_2$  (E)ーケイ皮酸、薄層クロ  
3 マトグラフィー用。ただし、以下の定量用1又は定量用2  
4 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの。なお、定量用1は  
5 デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し、用いる。定量用  
6 2は定量法で求めた含量で補正して用いる。

7 **1) 定量用1**

8 **純度試験** 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を  
9 用いて行う。本品10 mgを移動相50 mLに溶かし、試料溶  
10 液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正  
11 確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
12 液10  $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
13 フィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々の  
14 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の  
15 (E)ーケイ皮酸以外のピークの合計面積は、標準溶液の  
16 (E)ーケイ皮酸のピーク面積より大きくない。

17 **試験条件**

18 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「荅  
19 桂朮甘湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用す  
20 る。

21 面積測定範囲：(E)ーケイ皮酸の保持時間の約6倍の  
22 範囲

23 **システム適合性**

24 システムの性能及びシステムの再現性は「荅桂朮甘湯  
25 エキス」の定量法(1)のシステム適合性を準用する。  
26 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を  
27 加えて正確に20 mLとする。この液10  $\mu$ Lから得た  
28 (E)ーケイ皮酸のピーク面積が、標準溶液の(E)ーケ  
29 イ皮酸のピーク面積の3.5～6.5 %になることを確認  
30 する。

31 **2) 定量用2 (qNMR純度規定)**

32 **ピークの単一性** 本操作は光を避け、遮光した容器を用い  
33 て行う。本品1 mgを移動相50 mLに溶かし、試料溶液と  
34 する。試料溶液10  $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグ  
35 ラフィー (2.01) により試験を行い、(E)ーケイ皮酸のピー  
36 クの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点  
37 を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトル  
38 を比較するとき、スペクトルの形状に差がない。

39 **試験条件**

40 カラム、カラム温度、移動相及び流量は「荅桂朮甘湯  
41 エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する。

42 検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：  
43 273 nm, スペクトル測定範囲：220～400 nm)

44 **システム適合性**

45 システムの性能は「荅桂朮甘湯エキス」の定量法(1)  
46 のシステム適合性を準用する。

47 **定量法** ウルトラマイクロ化学はかりを用い、本品5 mg及  
48 び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- $d_4$  1 mgを  
49 それぞれ精密に量り、核磁気共鳴スペクトル測定用重水素  
50 化クロロホルム1 mLに溶かし、試料溶液とする。この液  
51 を外径5 mmのNMR試料管に入れ、核磁気共鳴スペクトル  
52 測定用1,4-BTMSB- $d_4$ を内部基準物質として、次の試

53 験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び  
54 〈5.01〉)により、 $^1H$  NMRを測定する。内部基準物質のシ  
55 グナルを $\delta$  0 ppmとし、 $\delta$  6.20 ppm付近のシグナルの面積  
56 強度A(水素数1に相当)を算出する。

57 (E)ーケイ皮酸( $C_9H_8O_2$ )の量(%)  
58 
$$= M_s \times I \times P / (M \times N) \times 0.6541$$

59  $M$ : 本品の秤取量(mg)

60  $M_s$ : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- $d_4$ の  
61 秤取量(mg)

62  $I$ : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- $d_4$ のシ  
63 グナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A

64  $N$ : Aに由来するシグナルの水素数

65  $P$ : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB- $d_4$ の純  
66 度(%)

67 **試験条件**

68 装置： $^1H$ 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペ  
69 クトル測定装置

70 測定対象とする核： $^1H$

71 デジタル分解能：0.25以下

72 観測スペクトル幅：-5～15 ppmを含む20 ppm以上  
73 スピニング：オフ

74 パルス角：90°

75  $^{13}C$ 核デカップリング：あり

76 遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

77 積算回数：8回以上

78 ダミースキャン：2回以上

79 測定温度：20～30 °Cの一定温度

80 **システム適合性**

81 検出の確認：試料溶液につき、上記の条件で測定する  
82 とき、 $\delta$  6.20 ppm付近のシグナルのSN比は100以  
83 上である。

84 システムの性能：試料溶液につき、上記の条件で測定  
85 するとき、 $\delta$  6.20 ppm付近のシグナルについて、  
86 明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを  
87 確認する。

88 システムの再現性：試料溶液につき、上記の条件で測  
89 定を6回繰り返し返すとき、面積強度Aの内標準物質の  
90 面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0 %以下で  
91 ある。

92 **サイコサポニン $b_2$** 、定量用  $C_{42}H_{68}O_{13}$  サイコサポニン $b_2$ 、  
93 薄層クロマトグラフィー用。ただし、以下の定量用1若しく  
94 は定量用2(qNMR純度規定)の試験に適合するもの。なお、  
95 定量用1はデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し、用い  
96 る。定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる。

97 **1) 定量用1**

98 **吸光度** (2.24)  $E_{1cm}^{1\%}$  (252 nm) : 352 ~ 424 (5 mg, メタノ  
99 ール, 250 mL)。ただし、デシケーター(減圧, シリカゲル)  
100 で24時間乾燥したもの。

101 **純度試験** 類縁物質 本品5 mgを移動相5 mLに溶かし、試  
102 料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて  
103 正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
104 10  $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ

105	一 (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク	157	試験条件
106	面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のサイコサ	158	装置： <sup>1</sup> H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク
107	ポニンb <sub>2</sub> 以外のピークの合計面積は、標準溶液のサイコサポ	159	トル測定装置
108	ニンb <sub>2</sub> のピーク面積より大きくない。	160	測定対象とする核： <sup>1</sup> H
109	試験条件	161	デジタル分解能：0.25以下
110	検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「柴苓	162	観測スペクトル幅：-5～15 ppmを含む20 ppm以上
111	湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する。	163	スピニング：オフ
112	面積測定範囲：溶媒のピークの後からサイコサポニンb <sub>2</sub>	164	パルス角：90°
113	の保持時間の約6倍の範囲	165	<sup>13</sup> C核デカップリング：あり
114	システム適合性	166	遅延時間：繰り返しパルス待ち時間 60 秒以上
115	システムの性能及びシステムの再現性は「柴苓湯エキ	167	積算回数：8 回以上
116	ス」の定量法(1)のシステム適合性を準用する。	168	ダミーキャン：2 回以上
117	検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加	169	測定温度：20～30℃の一定温度
118	えて正確に20 mLとする。この液10 μLから得たサイ	170	システム適合性
119	コサポニンb <sub>2</sub> のピーク面積が、標準溶液のサイコサポ	171	検出の確認：試料溶液につき、上記の条件で測定すると
120	ニンb <sub>2</sub> のピーク面積の3.5～6.5%になることを確認	172	とき、δ 6.20 ppm付近のシグナルのSN比は100以上で
121	する。	173	ある。
122	2) 定量用2 (qNMR純度規定)	174	システムの性能：試料溶液につき、上記の条件で測定す
123	ピークの単一性 本品1 mgを移動相50 mLに溶かし、試料	175	るとき、δ 6.20 ppm付近のシグナルについて、明ら
124	溶液とする。試料溶液10 μLにつき、次の条件で液体クロマ	176	かな混在物のシグナルが重なっていないことを確認す
125	トグラフィー (2.01) により試験を行い、サイコサポニンb <sub>2</sub>	177	る。
126	のピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの midpoint 付近の2	178	システムの再現性：試料溶液につき、上記の条件で測定
127	時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトル	179	を6回繰り返し返すとき、面積強度Aの内標準物質の面積
128	を比較するとき、スペクトルの形状に差がない。	180	強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である。
129	試験条件	181	サイコサポニンb <sub>2</sub> , 薄層クロマトグラフィー用 C <sub>42</sub> H <sub>68</sub> O <sub>13</sub>
130	カラム、カラム温度、移動相及び流量は「柴苓湯エキ	182	白色の結晶又は結晶性の粉末である。エタノール(99.5)に溶
131	ス」の定量法(1)の試験条件を準用する。	183	けやすく、メタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶け
132	検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：	184	ない。融点：240℃
133	252 nm, スペクトル測定範囲：220～400 nm)	185	確認試験 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外
134	システム適合性	186	可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定する
135	システムの性能は「柴苓湯エキス」の定量法(1)のシ	187	とき、波長241～245 nm, 250～254 nm及び259～263 nm
136	ステム適合性を準用する。	188	に吸収の極大を示す。
137	定量法 ウルトラマイクロ化学はかりを用い、本品 5 mg及び	189	純度試験 類縁物質 本品2 mgをメタノール2 mLに溶かし、
138	核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d <sub>4</sub> 1 mgをそれ	190	試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを
139	ぞれ精密に量り、核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタ	191	加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標
140	ノール1 mLに溶かし、試料溶液とする。この液を外径5 mm	192	準溶液10 μLにつき、「柴苓湯エキス」の確認試験(1)を準用
141	のNMR試料管に入れ、核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-	193	し、試験を行うとき、試料溶液から得たR <sub>f</sub> 値約0.3の主スポ
142	BTMSB-d <sub>4</sub> を内部基準物質として、次の試験条件で核磁気	194	ット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃く
143	共鳴スペクトル測定法 (2.21) 及び (5.01) )により、 <sup>1</sup> H	195	ない。
144	NMRを測定する。内部基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし、	196	ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> S <sub>2</sub> 白
145	δ 6.20 ppm付近のシグナルの面積強度A (水素数1に相当)を	197	色又は淡黄色の結晶性の粉末である。水にやや溶けにくく、
146	算出する。	198	エタノール(95)に極めて溶けにくい。
147	サイコサポニンb <sub>2</sub> (C <sub>42</sub> H <sub>68</sub> O <sub>13</sub> )の量(%)	199	貯法 遮光したガラス容器に入れ、2～10℃で保存する。
148	$=M_s \times I \times P / (M \times N) \times 3.4480$	200	ベルゲニン, 薄層クロマトグラフィー用 C <sub>14</sub> H <sub>16</sub> O <sub>9</sub> 白色の
149	M: 本品の秤取量(mg)	201	結晶又は結晶性の粉末で、メタノールに溶けやすい。エタノ
150	M <sub>s</sub> : 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d <sub>4</sub> の秤取量	202	ール(99.5)に溶けにくく、水に極めて溶けにくく、ジエチル
151	(mg)	203	エーテルにほとんど溶けない。
152	I: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d <sub>4</sub> のシグナ	204	確認試験 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外
153	ルの面積強度を18.000としたときの面積強度A	205	可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定する
154	N: Aに由来するシグナルの水素数	206	とき、波長217～221 nm及び273～277 nmに吸収の極大を
155	P: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d <sub>4</sub> の純度	207	示し、波長241～245 nmに吸収の極小を示す。
156	(%)	208	純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをメタノール1 mLに溶か
		209	した液20 μLにつき、「アカメガシワ」の確認試験を準用し、
		210	試験を行うとき、R <sub>f</sub> 値約0.5の主スポット以外のスポットを

211	認めない。	265	検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：
212	<b>ローズベンガル</b> $C_{20}H_2Cl_4I_4Na_2O_5$ [特級] 赤褐色の粉末で、	266	330 nm, スペクトル測定範囲：220~400 nm)
213	水に溶けて紫赤色を示す。	267	カラム：内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
214	<b>ロスマリン酸, 定量用</b> $C_{18}H_{16}O_8$ ロスマリン酸, 薄層ク	268	$\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ
215	ロマトグラフィー用。ただし, 以下の定量用1又は定量用2	269	ル化シリカゲルを充填する。
216	(qNMR純度規定)の試験に適合するもの。なお, 定量用1は	270	カラム温度：40℃付近の一定温度
217	デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し, 用いる。定量用	271	移動相：薄めた酢酸(1→100)/メタノール混液(13：7)
218	2は定量法で求めた含量で補正して用いる。	272	流量：ロスマリン酸の保持時間が約10分になるよう
219	<b>1) 定量用1</b>	273	に調整する。
220	<b>吸光度</b> (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (325 nm)：502~534 (5 mg, 水, 500	274	システム適合性
221	mL)。	275	システムの性能：試料溶液に紫外線(主波長365 nm)
222	<b>純度試験</b> 類縁物質 本操作は光を避け, 遮光した容器を	276	を30分間照射した液10 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で操
223	用いて行う。本品5 mgを移動相20 mLに溶かし, 試料溶	277	作するとき, ロスマリン酸の直前に明瞭なピークを
224	液とする。この液1 mLを正確に量り, 移動相を加えて正	278	認め, そのピークとロスマリン酸のピークの分離度
225	確に50 mLとし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液	279	は1.5以上である。
226	10 $\mu\text{L}$ ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフ	280	<b>定量法</b> ウルトラマイクロ化学はかりを用い, 本品5 mg及
227	ィー (2.0l) により試験を行う。それぞれの液の各々のピ	281	び核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- $d_6$ 1 mgをそれぞれ
228	ーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のロ	282	精密に量り, 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチ
229	スマリン酸以外のピークの合計面積は, 標準溶液のロスマ	283	ルスルホキシド1 mLに溶かし, 試料溶液とする。この液
230	リン酸のピーク面積より大きくない。	284	を外径5 mmのNMR試料管に入れ, 核磁気共鳴スペクト
231	<b>試験条件</b>	285	ル測定用DSS- $d_6$ を内部基準物質として, 次の試験条件で
232	検出器：紫外吸光度計(測定波長240 nm)	286	核磁気共鳴スペクトル測定法(2.2l)及び(5.0l)により,
233	カラム：内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5	287	$^1\text{H}$ NMRスペクトルを測定する。内部基準物質のシグナル
234	$\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ	288	を $\delta$ 0 ppmとし, $\delta$ 6.27 ppm付近のシグナルの面積強度A
235	ル化シリカゲルを充填する。	289	(水素数1に相当)を算出する。
236	カラム温度：40℃付近の一定温度	290	ロスマリン酸( $C_{18}H_{16}O_8$ )の量(%)
237	移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液(800：	291	$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.6059$
238	200：1)	292	$M$ ：本品の秤取量(mg)
239	流量：ロスマリン酸の保持時間が約14分になるよう	293	$M_S$ ：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- $d_6$ の秤取量
240	に調整する。	294	(mg)
241	面積測定範囲：ロスマリン酸の保持時間の約4倍の範	295	$I$ ：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- $d_6$ のシグナルの
242	囲	296	面積強度を9.000としたときのシグナルの面積強度
243	システム適合性	297	$N$ ：Aに由来するシグナルの水素数
244	検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り, 移動相を	298	$P$ ：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- $d_6$ の純度(%)
245	加えて正確に20 mLとする。この液10 $\mu\text{L}$ から得た	299	<b>試験条件</b>
246	ロスマリン酸のピーク面積が, 標準溶液のロスマリ	300	装置： $^1\text{H}$ 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペ
247	ン酸のピーク面積の3.5~6.5%になることを確認す	301	クトル測定装置
248	る。	302	測定対象とする核： $^1\text{H}$
249	システムの性能：標準溶液10 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件	303	デジタル分解能：0.25以下
250	で操作するとき, ロスマリン酸のピークの理論段数	304	観測スペクトル幅：-5~15 ppmを含む20 ppm以上
251	及びシンメトリー係数は, それぞれ5000段以上,	305	スピニング：オフ
252	1.5以下である。	306	パルス角：90°
253	システムの再現性：標準溶液10 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条	307	$^{13}\text{C}$ 核デカップリング：あり
254	件で試験を6回繰り返すとき, ロスマリン酸のピー	308	遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
255	ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。	309	積算回数：8回以上
256	<b>2) 定量用2 (qNMR純度規定)</b>	310	ダミースキャン：2回以上
257	<b>ピークの単一性</b> 本操作は光を避け, 遮光した容器を用い	311	測定温度：20~30℃の一定温度
258	て行う。本品1 mgをエタノール50 mLに溶かし, 試料溶	312	システム適合性
259	液とする。試料溶液10 $\mu\text{L}$ につき, 次の条件で液体クロマ	313	検出の確認：試料溶液につき, 上記の条件で測定する
260	トグラフィー (2.0l) により試験を行い, ロスマリン酸の	314	とき, $\delta$ 6.27 ppm付近のシグナルのSN比は100以
261	ピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2	315	上である。
262	時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペ		
263	クトルを比較するとき, スペクトルの形状に差がない。		
264	<b>試験条件</b>		

316 システムの性能：試料溶液につき、上記の条件で測定  
317 するとき、 $\delta$  6.27 ppm付近のシグナルについて、  
318 明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを  
319 確認する。  
320 システムの再現性：試料溶液につき、上記の条件で測  
321 定を6回繰り返すとき、面積強度Aの内標準物質の  
322 面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0 %以下で  
323 ある。

324 **以下の試薬を追加する。**

325 サイコサポニン $b_2$ 標準試液、定量用 以下の1)、2)-1又は2)-2  
326 により調製する。

327 1) 定量用サイコサポニン $b_2$  (定量用1)をデシケーター(シリ  
328 カゲル)で24時間以上乾燥し、その約10 mgを精密に量り、  
329 メタノール50 mLに溶かし、水を加えて正確に100 mLとす  
330 る。この液10 mLを正確に量り、薄めたメタノール(1 → 2)  
331 を加えて正確に100 mLとし、定量用サイコサポニン $b_2$ 標準  
332 溶液とする。

333 2)-1 定量用サイコサポニン $b_2$  (定量用2)約10 mgを精密に量  
334 り、メタノールを加えて正確に250 mLとする。この液 500  
335  $\mu$ Lを正確に量り。減圧で溶媒を留去する。用時、これに水  
336 /メタノール混液(1 : 1) 2 mLを正確に加えて定量用サイコ  
337 サポニン $b_2$ 標準溶液とする。本品は水/メタノール混液(1 :  
338 1) 1000 mL中に定量用サイコサポニン $b_2$  10 mgを含む。な  
339 お、本品は定量用サイコサポニン $b_2$ の定量法(定量用2)で求  
340 めた含量で補正する。

341 2)-2 定量用サイコサポニン $b_2$  (定量用2)約10 mgを精密に量  
342 り、メタノール50 mLに溶かし、水を加えて正確に100 mL  
343 とする。この液10 mLを正確に量り、水/メタノール混液  
344 (1 : 1)を加えて正確に100 mLとし、定量用サイコサポニン  
345  $b_2$ 標準溶液とする。なお、本品は定量用サイコサポニン $b_2$ の  
346 定量法(定量用2)で求めた含量で補正する。

347 ニコチン酸  $C_6H_5NO_2$  本品は白色の結晶又は結晶性の粉末  
348 である。

349 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25)  
350 の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数2440  $cm^{-1}$ 、  
351 1707  $cm^{-1}$ 、1418  $cm^{-1}$ 、811  $cm^{-1}$ 、747  $cm^{-1}$ 及び641  $cm^{-1}$ 付  
352 近に吸収を認める。

353 **以下の試薬を削除する。**

354 ローゼベンガル試液

355