

28. 生薬試験法

生薬試験法は、生薬総則に規定する生薬に適用する試験法である。

試料の採取

別に規定するもののほか、次の方法によって試料を採取し、必要ならば気密容器に保存する。

- (1) 小形の生薬、切斷生薬及び粉末生薬は、よくかき混ぜた後、試料 50 ~ 250 g を採取する。
- (2) 大形の生薬はよくかき混ぜた後、試料 250 ~ 500 g を採取する。
- (3) 1 個の質量が 100 g 以上の生薬は 5 個以上を採取し、試料とするか、又は生薬を適当な大きさに切断してよくかき混ぜた後、試料 500 g 以上を採取する。

異物

別に規定するもののほか、試料 25 ~ 500 g を量り、薄く広げて生薬中の異物を、肉眼又は 10 倍のルーペを用いて選びだし、その質量を量り、異物の量 (%) とする。

分析用試料の調製

試料をよく混ぜ、粉末生薬はそのまま、粉末生薬でないものは、別に規定するもののほか、粉末とし、もし、粉末にできないものは、なるべく細かくした後、薄く広げて平均した部分をとり、分析用試料とする。必要ならば気密容器に保存する。

乾燥減量

別に規定するもののほか、分析用試料 2 ~ 6 g をあらかじめ質量を量ったはかり瓶に入れ、その質量を精密に量り、105 °C で 5 時間乾燥し、デシケーター（シリカゲル）で放冷し、その質量を精密に量る。再びこれを 105 °C で乾燥し、

時間ごとに質量を精密に量り、恒量になったときの減量を乾燥減量 (%) とする。ただし、乾燥時間の規定があるときは、規定された時間乾燥した後、質量を精密に量り、その減量を乾燥減量 (%) とする。

灰分

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを 500 ~ 550 °C で 1 時間強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。別に規定するもののほか、分析用試料 2 ~ 4 g を採取し、前のるつぼに入れ、その質量を精密に量り、必要ならばるつぼのふたをとるか、又はばらし、初めは弱く加熱し、徐々に温度を上げて 500 ~ 550 °C で 4 時間以上強熱して、炭化物が残らなくなるまで灰化する。放冷後、その質量を精密に量る。再び残留物を恒量になるまで灰化し、放冷後、その質量を精密に量り、灰分の量 (%) とする。この方法で、なお炭化物が残り、恒量にならないときは、熱湯を加えて浸出し、定量用ろ紙を用いてろ過し、残留物はろ紙及びろ紙上の不溶物と共に炭化物がなくなるまで強熱する。これにろ液を加えた後、蒸発乾固し、強熱する。放冷後、質量を精密に量り、灰分の量 (%) とする。この方法でも炭化物が残るときは、エタノール (95) 少量を加えて潤し、ガラス棒で炭化物を碎き、ガラス棒をエタノール (95) 少量で洗い、エタノールを注意して蒸発した後、前と同様に操作して灰分を量る。放冷はデシケーター（シリカゲル）で行う。

酸不溶性灰分

灰分に希塩酸 25 mL を注意して加え、5 分間穩やかに煮沸し、不溶物を定量用ろ紙を用いてろ取し、熱湯でよく洗い、残留物をろ紙と共に乾燥した後、灰分の項と同様に操作した質量既知の白金製、石英製又は磁製のるつぼ中で 3 時間強熱し、デシケーター（シリカゲル）で放冷後、その質量を精密に量り、酸不溶性灰分の量 (%) とする。得た値が規定の値より大きい場合は、恒量になるまで強熱する。

エキス含量

エキス含量の試験は次の定量法によって行う。

- (1) 希エタノールエキス定量法 別に規定するもののほか、分析用試料約 2.3 g を精密に量り、適当なフラスコに入れ、希エタノール 70 mL を加え、時々振り混ぜて 5 時間浸出し、更に 16 ~ 20 時間放置した後、ろ過する。フラスコ及び残留物は、ろ液が 100 mL になるまで希エタノールで洗う。ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固し、105 °C で 4 時間乾燥し、デシケーター（シリカゲル）で放冷後、その質量を精密に量り、2 を乗じて希エタノールエキスの量とする。乾燥減量によって得た数値より乾燥物に換算した試料量に対し、エキス含量 (%) を算出する。

- (2) 水製エキス定量法 (1) の希エタノールの代わりに水を用いて同様に操作し、その質量を精密に量り、2 を乗じて水製エキスの量とする。乾燥減量によって得た数値より乾燥物に換算した試料量に対し、エキス含量 (%) を算出する。

- (3) エーテルエキス定量法 別に規定するもののほか、分析用試料をデシケーター（シリカゲル）で 48 時間乾燥し、その約 2 g を精密に量り、適当なフラスコに入れ、ジエチルエーテル 70 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 4 時間穩やかに煮沸し、放冷後、ろ過する。フラスコ及び残留物は、ろ液が 100 mL になるまでジエチルエーテルで洗

う。ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固し、デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し、その質量を精密に量り、2 を乗じてエーテルエキスの量とし、エキス含量（%）を算出する。

精油含量

精油含量の試験は次の精油定量法により行う。

精油定量法 医薬品各条に規定する量の分析用試料を、1 L の共通すり合わせ硬質ガラスフラスコに入れ、5 ~ 10 倍量の水を加えた後、精油定量器（図 28-1）を装置し、定量器の上端に還流冷却器（図 28-2）を付け、油浴中で注意して 130 ~ 150 °C で加熱し、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、更にキシレン 2.0 mL を加えておく。別に規定するものほか、5 時間沸騰を続けた後、加熱をやめ、しばらく放置した後、定量器の活栓を開き、水を徐々に流出させ、油層の上端を目盛り管の予備線にほぼ一致させ、常温で 1 時間以上放置する。次に油層の上面を目盛り管のゼロ線まで低下させ、常温で油量（mL）を量り、キシレンの量を減じて生薬中の精油量とする。

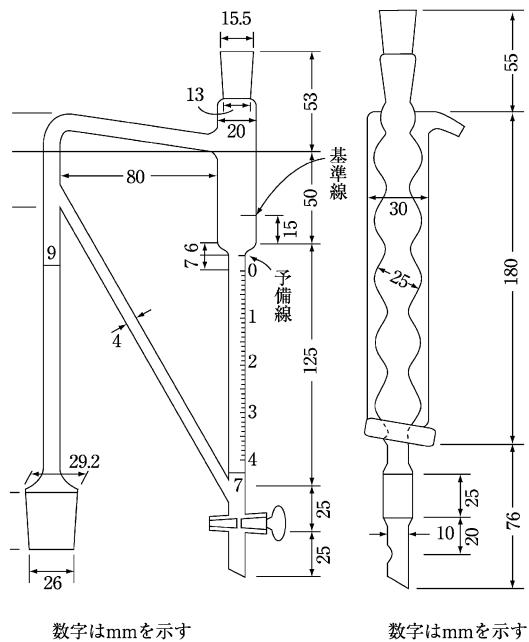


図 28-1

図 28-2

鏡 検

(1) 装置

光学顕微鏡を使用する。対物レンズは 10 倍及び 40 倍を、接眼レンズは 10 倍を用いる。

(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。

(ii) 粉末 粉末の試料約 0.1 g を膨潤剤 2 ~ 3 滴を滴加した時計皿にとり、気泡が入らないように小ガラス棒の先でよくかき混ぜた後、10 分間以上放置して試料を膨潤させる。膨潤した試料の少量をガラス棒の先でスライドガラスに塗抹し、その上に封入剤 1 滴を滴加した後、組織片が重ならないようにほぼ均等に広がり、また気泡が封入されない

よう注意してカバーガラスで覆う。

封入剤及び膨潤剤は、別に規定するもののほか、水/グリセリン混液（1 : 1）を用いる。

(3) 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。

29. 生薬の微生物限度試験法

生薬の微生物限度試験法は、生薬に存在する増殖能力を有する特定の微生物の定性、定量試験法である。本試験法には生菌数試験（好気性細菌と真菌）及び特定微生物試験（腸内細菌と他のグラム陰性菌、大腸菌、サルモネラ及び黄色ブドウ球菌）が含まれる。試験を遂行するに当たって、外部からの微生物汚染が起こらないように、細心の注意を払う必要がある。また、被検試料が抗菌作用を有する場合又は抗菌作用を持つ物質が混在する場合は、希釈、ろ過、中和又は不活性などの手段によりその影響を除去しなければならない。試料は任意に選択した異なる箇所（又は部分）から採取したものを混和し用いる。試料を液体培地で希釈する場合は、速やかに試験を行う。また、本試験を行うに当たっては、バイオハザード防止にじゅうぶん留意する。

1. 生菌数試験

本試験は、好気的条件下において増殖しうる中温性の好気性細菌と真菌（かび及び酵母）を測定する試験である。本試験では低温菌、高温菌、好塩菌、嫌気性菌、特殊な成分を増殖に要する菌などは、大量に存在しても陰性となることがある。本試験法には、カンテン平板混釀法、カンテン平板表面塗抹法、液体培地段階希釈法（最確数法）及びメンプランフィルター法の 4 つの方法がある。試験を行うときは、その目的に応じて適当と思われる方法を採用する。なお、ここに示した方法と同等以上の検出感度と精度を有する場合は、自動化した方法の適用も可能である。好気性細菌と真菌では使用培地及び培養温度が異なる。液体培地段階希釈法（最確数法）は細菌のみに用いられる試験法である。

試料の採取と調製

別に規定するもののほか、次の方法によって試料を採取し、測定用の試料を調製する。

- (1) 小形の生薬、切断生薬及び粉末生薬は、よくかき混ぜた後、試料 50 ~ 250 g を採取する。
- (2) 大形の生薬はよくかき混ぜた後、試料 250 ~ 500 g を採取し、切断生薬を調製する。
- (3) 1 個の質量が 100 g 以上の生薬は 5 個以上を採取し、試料とするか、又は生薬を適当な大きさに切斷してよくかき混ぜた後、試料 500 g 以上を採取し、必要に応じて切断生薬を調製する。
- (4) 液状の生薬又は製剤は混和したのち採取する。
- (5) 不溶性固形剤は不溶性物質をできるだけ細かく磨碎したのち採取する。