

一管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は硝酸 2 mL、硫酸 5 滴及び塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

(3) 第 3 法

医薬品各条に規定する量の試料を石英製又は磁製のるっぽに量り、初めは注意して弱く加熱し、次に強熱して灰化する。冷後、王水 1 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は王水 1 mL を水浴上で蒸発乾固し、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

(4) 第 4 法

医薬品各条に規定する量の試料を白金製又は磁製のるっぽに量り、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1→10）10 mL を加えて混和し、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化する。冷後、硫酸 1 mL を加え、注意して加熱した後、500～600 °C で強熱し、灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硫酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、水 10 mL を加え、加温して溶かす。次にフェノールフタレン試液を 1 滴加えた後、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1→10）10 mL をとり、エタノールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸 1 mL を加え、注意して加熱した後、500～600 °C で強熱する。冷後、塩酸 3 mL を加え、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

操作法

検液及び比較液に硫化ナトリウム試液 1 滴ずつを加えて混和し、5 分間放置した後、両管を白色の背景を用い、上方又は側方から観察して液の色を比較する。

検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

27. 消化力試験法

消化力試験法は、消化酵素剤の原体及び製剤のでんぶん消化力、たん白消化力及び脂肪消化力を測定する方法である。

(1) でんぶん消化力試験法

でんぶん消化力の測定は、次のでんぶん糖化力測定法、でんぶん糊精化力測定法又はでんぶん液化力測定法により行う。

(i) でんぶん糖化力測定法

でんぶん糖化力は、でんぶんにアミラーゼが作用するとき、

グルコシド結合の切断に伴って増加する還元力を測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間に 1 mg のブドウ糖に相当する還元力の増加をもたらす酵素量を 1 でんぶん糖化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、還元力の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、0.4～0.8 でんぶん糖化力単位/mL である。必要ならばろ過する。

基質溶液の調製

でんぶん消化力試験用パレイショデンプン試液を用いる。ただし、必要ならば pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL の代わりに医薬品各条で規定する緩衝液又は塩類溶液 10 mL を加える。

操作法

基質溶液 10 mL を正確に量り、37 ± 0.5 °C で 10 分間加温した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37 ± 0.5 °C で正確に 10 分間放置した後、でんぶん消化力試験用フェーリング試液のアルカリ性酒石酸塩液 2 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。次に、でんぶん消化力試験用フェーリング試液の銅液 2 mL を正確に加え、軽く振り混ぜた後、水浴中で正確に 15 分間加熱し、直ちに 25 °C 以下に冷却する。次に、濃ヨウ化カリウム試液 2 mL 及び薄めた硫酸（1→6）2 mL を正確に加え、遊離したヨウ素を 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（a mL）。ただし、滴定の終点は、滴定が終点近くなったとき、溶性デンプン試液 1～2 滴を加え、生じた青色が脱色するときとする。別に、基質溶液の代わりに水 10 mL を正確に量り、同様に操作して滴定する（b mL）。

でんぶん糖化力（単位/g）

$$= \text{ブドウ糖の量 (mg)} \times \frac{1}{10} \times \frac{1}{W}$$

ブドウ糖の量 (mg) = (b - a) × 1.6

W : 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

(ii) でんぶん糊精化力測定法

でんぶん糊精化力は、でんぶんにアミラーゼが作用するとき、でんぶんの直鎖成分（アミロース）の低分子化に伴うでんぶんのヨウ素による呈色の減少を測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にパレイショデンプンのヨウ素による呈色を 10 % 減少させる酵素量を 1 でんぶん糊精化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、でんぶんのヨウ素による呈色の減少が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、0.2～0.5 でんぶん糊精化力単位/mL である。必要ならばろ過する。

基質溶液の調製

でんぶん糖化力測定法に準じて調製する。

操作法

基質溶液 10 mL を正確に量り、37 ± 0.5 °C で 10 分間

加温した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を $37 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ で正確に 10 分間放置した後、この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に加え、直ちに振り混ぜる。次に、この液 0.5 mL を正確に量り、0.0002 mol/L ヨウ素試液 10 mL を正確に加え、振り混ぜた後、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_T を測定する。別に、試料溶液の代わりに水 1 mL を正確に加えて同様に操作し、吸光度 A_B を測定する。

$$\text{でんぶん糊精化力 (単位/g)} = \frac{A_B - A_T}{A_B} \times \frac{1}{W}$$

W : 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

(iii) でんぶん液化力測定法

でんぶん液化力は、でんぶんにアミラーゼが作用するとき、でんぶんの低分子化に伴う粘度の低下を測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にバレイショデンプン 1 g に相当する基質溶液の粘度を 50 % ショ糖標準液の粘度の 2 倍から 1 倍に減少させる酵素量を 1 でんぶん液化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、粘度の低下が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、0.15 ~ 0.25 でんぶん液化力単位/mL である。

基質溶液の調製

あらかじめ、バレイショデンプン約 1 g を精密に量り、 105°C で 2 時間乾燥し、その減量を測定する。その換算した乾燥物 15.00 g に対応するバレイショデンプンを正確に量り、水 300 mL を加え、よく振り混ぜながら、徐々に 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えてのり状とし、時々振り混ぜながら水浴中で 10 分間加熱する。冷後、2 mol/L 塩酸試液で正確に中和し、医薬品各条に規定する緩衝液 50 mL 及び水を加えて正確に 500 g とする。用時製する。

50 % ショ糖標準液の調製

白糖 50.0 g を水 50.0 mL に溶かす。

操作法

50 % ショ糖標準液 50 mL を 100 mL の三角フラスコに入れ、 $37 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ の恒温槽中に 15 分間放置した後、図 27-1 に示す粘度計をその下端がフラスコ底にほとんど触れる程度に垂直に取り付け、恒温槽の水を粘度計の外筒に循環させる。50 % ショ糖標準液を粘度計の上の球の中ほどまで静かに吸い上げた後、重力により流下させ、上下の標線間の流下時間 (t_1 秒) を測定する。次に、基質溶液 50 g を 100 mL の三角フラスコに正確に量りとり、 $37 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ の恒温槽中に 20 分間放置した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜ、粘度計をその下端がフラスコの底にほとんど触れる程度に垂直に取り付け、恒温槽の水を粘度計の外筒に循環させる。時々、反応液を粘度計の上の球の中ほどまで静かに吸い上げた後、重力により流下させ、上下の標線間の流下時間 (t 秒) を測定し、 t が t_1 より短くなるまで繰り返す。測定のつど、試料溶液を加えたときから液面が上の標線を通過するときまでの

時間 (T' 秒) を記録する。 $(T' + t/2)$ を t に対応する反応時間 (T) とし、 t と T の曲線を描き、内挿により t_1 及び $(2 \times t_1)$ に対応する T_1 及び T_2 を求める。

$$\text{でんぶん液化力 (単位/g)} = \frac{60}{T_1 - T_2} \times \frac{1.5}{W}$$

W : 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

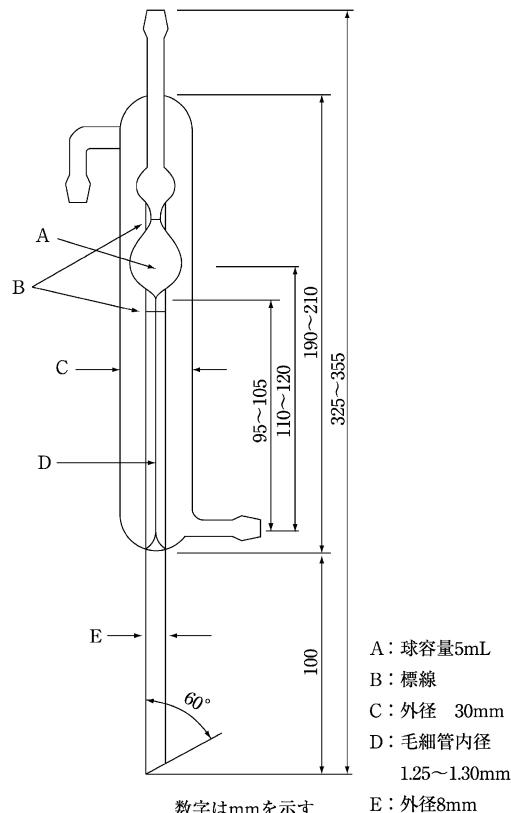


図27-1 でんぶん液化力測定用粘度計

(2) たん白消化力試験法

たん白消化力は、カゼインにプロテアーゼが作用するとき、ペプチド結合の切断に伴って増加する酸可溶性低分子分解産物の量をフォリン反応で比色測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にチロジン 1 μg に相当するフォリン試液呈色物質の増加をもたらす酵素量を 1 たん白消化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、非たん白性のフォリン試液呈色物質の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、15 ~ 30 たん白消化力単位/mL である。

チロジン検量線

チロジン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その 0.050 g を正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL, 2 mL, 3 mL 及び 4 mL を正確に量り、それぞれに 0.2 mol/L 塩酸試液を加え、正確に 100 mL とする。それぞれの液 2 mL を正確に量り、0.55 mol/L 炭

酸ナトリウム試液 5 mL 及び薄めたフォリン試液 (1 → 3) 1 mL をそれぞれ正確に加え、直ちに振りませ、37 ± 0.5 °C で 30 分間放置した後、これらの液につき、0.2 mol/L 塩酸試液 2 mL を正確に量り、同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_1 、 A_2 、 A_3 及び A_4 を測定する。縦軸に吸光度 A_1 、 A_2 、 A_3 及び A_4 を、横軸にそれぞれの液 2 mL 中のチロジン量 (μg) をとり、検量線を作成する。吸光度差 1 に対するチロジン量 (μg) を求める。

基質溶液の調製

基質溶液 1：カゼイン（乳製）約 1 g を精密に量り、105 °C で 2 時間乾燥し、その減量を測定する。その換算した乾燥物 1.20 g に対応するカゼイン（乳製）を正確に量り、乳酸試液 12 mL 及び水 150 mL を加え、水浴中で加温して溶かす。流水で冷却した後、1 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で医薬品各条に規定した pH に調整し、水を加えて正確に 200 mL とする。用時製する。

基質溶液 2：カゼイン（乳製）約 1 g を精密に量り、105 °C で 2 時間乾燥し、その減量を測定する。その換算した乾燥物 1.20 g に対応するカゼイン（乳製）を正確に量り、0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 160 mL を加え、水浴中で加温して溶かす。流水で冷却した後、1 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で医薬品各条に規定した pH に調整し、水を加えて正確に 200 mL とする。用時製する。

沈殿試液の調製

トリクロロ酢酸試液 A：トリクロロ酢酸 7.20 g を水に溶かし、100 mL とする。

トリクロロ酢酸試液 B：トリクロロ酢酸 1.80 g 及び無水酢酸ナトリウム 1.80 g に 6 mol/L 酢酸試液 5.5 mL 及び水を加えて溶かし、100 mL とする。

操作法

医薬品各条に規定する基質溶液 5 mL を正確に量り、37 ± 0.5 °C で 10 分間加温した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37 ± 0.5 °C で正確に 10 分間放置した後、医薬品各条の規定に従い、トリクロロ酢酸試液 A 又は B 5 mL を正確に加えて振り混ぜ、再び 37 ± 0.5 °C で 30 分間放置し、ろ過する。初めのろ液 3 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、0.55 mol/L 炭酸ナトリウム試液 5 mL 及び薄めたフォリン試液 (1 → 3) 1 mL をそれぞれ正確に加え、よく振り混ぜ、37 ± 0.5 °C で 30 分間放置する。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_T を測定する。別に、試料溶液 1 mL を正確に量り、医薬品各条の規定に従い、トリクロロ酢酸試液 A 又は B 5 mL を正確に加えて振り混ぜた後、医薬品各条に規定する基質溶液 5 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜ、37 ± 0.5 °C で 30 分間放置し、以下同様に操作し、吸光度 A_B を測定する。

たん白消化力 (単位/g)

$$= (A_T - A_B) \times F \times \frac{11}{2} \times \frac{1}{10} \times \frac{1}{W}$$

W : 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

F : チロジン検量線より求めた吸光度差が 1 のときのチロジン量 (μg)

(3) 脂肪消化力試験法

脂肪消化力は、オリブ油にリバーゼが作用するとき、エステル結合の切断に伴って生成する脂肪酸の量を滴定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間に 1 マイクロモル (μmol) の脂肪酸の増加をもたらす酵素量を 1 脂肪消化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、脂肪酸量の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に冷やした適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、又は懸濁し、試料溶液とする。その濃度は、通例、1 ~ 5 脂肪消化力単位/mL である。

基質溶液の調製

乳化液/オリブ油混液 (3 : 1) 200 ~ 300 mL を乳化器 (図 27-2) の容器に入れ、10 °C 以下に冷却しながら、毎分 12000 ~ 16000 回転で 10 分間乳化する。この溶液は乳化後 1 時間冷所に放置し、油層の分離しないことを確認した後に使用する。

乳化液の調製

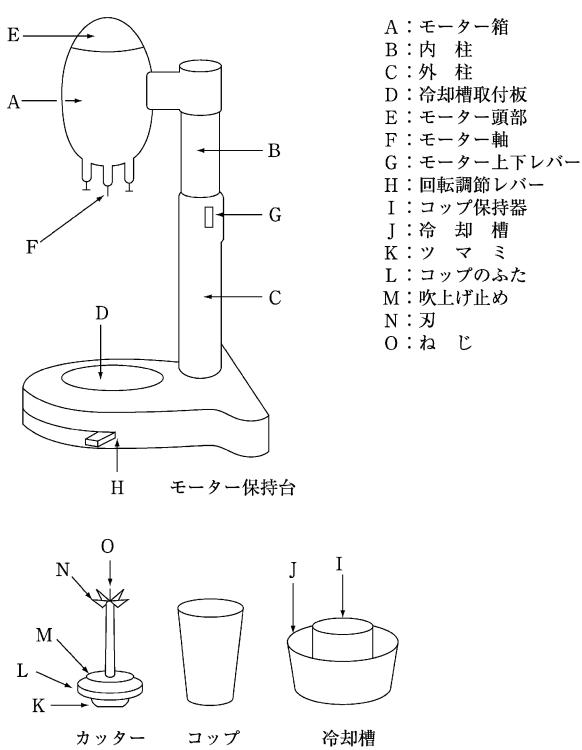
医薬品各条に規定するポリビニルアルコール 20 g に水 800 mL を加え、かき混ぜながら 75 ~ 80 °C で約 1 時間加熱して溶かす。冷後、必要ならばろ過し、水を加えて正確に 1000 mL とする。

操作法

基質溶液 5 mL 及び医薬品各条に規定する緩衝液 4 mL をそれぞれ正確に量り、三角フラスコに入れて振り混ぜ、37 ± 0.5 °C で 10 分間放置した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37 ± 0.5 °C で正確に 20 分間放置した後、エタノール (95) / アセトン混液 (1 : 1) 10 mL を加えて振り混ぜる。次に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を正確に加え、更にエタノール (95) / アセトン混液 (1 : 1) 10 mL を加えて振り混ぜた後、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 塩酸で滴定する (b mL) (指示薬：フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴)。別に基質溶液 5 mL 及び医薬品各条に規定する緩衝液 4 mL をそれぞれ正確に量り、三角フラスコに入れて振り混ぜ、37 ± 0.5 °C で 10 分間放置した後、エタノール (95) / アセトン混液 (1 : 1) 10 mL を加え、次に試料溶液 1 mL を正確に加えて振り混ぜる。次に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を正確に加え、以下同様に操作して滴定する (a mL)。

$$\text{脂肪消化力 (単位/g)} = 50 \times (a - b) \times \frac{1}{20} \times \frac{1}{W}$$

W : 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)



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