

ない。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) に溶けやすいが、わずかに混濁することがある。この混濁は塩酸少量を加えるとき澄明となる。

本品 1.0 g を水 2 mL に溶かした液の pH は 3.3 ～ 5.3 である。

本品は潮解性である。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 30) は亜鉛塩及び塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL 及び塩酸 2 滴を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.010 % 以下)。

(3) アンモニウム 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 6) 10 mL を加えて加温するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(4) 重金属 本品 0.5 g をネスラー管にとり、水 5 mL に溶かし、シアン化カリウム試液 15 mL を加え、よく振り混ぜ、硫化ナトリウム試液 1 滴を加え、5 分間後に白色の背景を用いて上方から直ちに観察するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：鉛標準液 2.5 mL に水 3 mL 及びシアン化カリウム試液 15 mL を加え、よく振り混ぜ、硫化ナトリウム試液 1 滴を加える (50 ppm 以下)。

(5) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 2.0 g を水 120 mL に溶かし、硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完結させ、水を加えて 200 mL とし、よく振り混ぜた後、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 100 mL をとり、硫酸 3 滴を加え、蒸発乾固し、残留物を恒量になるまで 600 °C で強熱するとき、その量は 10.0 mg 以下である。

(6) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

(7) オキシ塩化物 本品 0.25 g に水 5 mL 及びエタノール (95) 5 mL を加え、穏やかに振り混ぜ、1 mol/L 塩酸 0.30 mL を加えるとき、液は澄明である。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、希塩酸 0.4 mL 及び水を加えて溶かし正確に 200 mL とし、この液 20 mL を正確に量り、水 80 mL、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する (指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。

$$\begin{aligned} & 0.01 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二} \\ & \text{水素二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 1.3630 \text{ mg ZnCl}_2 \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

エンゴサク

Corydalis Tuber

CORYDALIS TUBER

延胡索

本品は *Corydalis turtschaninovii* Besser forma *yanhusuo* Y. H. Chou et C. C. Hsu (*Papaveraceae*) の塊茎である。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、デヒドロコリダリン (硝酸デヒドロコリダリンとして) 0.08 % 以上を含む。

性状 本品はほぼ偏球形を呈し、径 1 ～ 2 cm で、一端に茎の跡がある。外面は灰黄色～灰褐色で質は堅く、破砕面は黄色で平滑又は灰黄緑色で粒状である。

本品はほとんどにおいがなく、味は苦い。

確認試験 本品の粉末 0.5 g に希酢酸 10 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴上で 3 分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液 5 mL にドラーゲンドルフ試液 2 滴を加えるとき、直ちにだいたい黄色の沈殿を生じる。

乾燥減量 15.0 % 以下。

灰分 3.0 % 以下。

成分含量測定法 本品の粉末約 1 g を精密に量り、メタノール/希塩酸混液 (3 : 1) 30 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し、冷後、ろ過する。残留物はメタノール/希塩酸混液 (3 : 1) 15 mL を加え、同様に操作する。全ろ液を合わせ、メタノール/希塩酸混液 (3 : 1) を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリンをデシケーター (シリカゲル) で 1 時間以上乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、メタノール/希塩酸混液 (3 : 1) に溶かして正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のデヒドロコリダリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

デヒドロコリダリン [硝酸デヒドロコリダリン

($C_{22}H_{24}N_2O_7$) として] の量 (mg)

$$\begin{aligned} & = \text{成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリンの量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{4} \end{aligned}$$

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：340 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 17.91 g を水 970 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 2.2 に調整する。この液に過塩素酸ナトリウム 14.05 g を加えて溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液にアセトニトリル 450 mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 0.20 g を加えて溶かす。

流量：デヒドロコリダリンの保持時間が約 24 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：成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン 1 mg 及び塩化ベルベリン 1 mg を水/アセトニトリル混液 (20 : 9) 20 mL に溶かす。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベルベリン、デヒドロコリダリンの順に溶出し、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 5 μ L につき、試験を 6 回繰り返すとき、デヒドロコリダリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

塩酸アヘンアルカロイド

Opium Alkaloids Hydrochlorides

アヘンアルカロイド塩酸塩

オピアル

本品はアヘン中の数種の主要なアルカロイドの塩酸塩で、定量するとき、モルヒネ ($C_{17}H_{19}NO_3$; 285.34) 47.0 ~ 52.0 % 及び他のアルカロイド 33.0 ~ 38.5 % を含む。

性状 本品は白色～淡褐色の粉末である。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくい。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を薄めたエタノール (1 → 2) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。別に「塩酸モルヒネ」0.06 g、「塩酸ノスカピン」0.04 g、「リン酸コデイン」0.01 g 及び「塩酸パバベリン」0.01 g をそれぞれ薄めたエタノール (1 → 2) 10 mL に溶かし、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び各標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/トルエン/エタノール (99.5) /アンモニア水 (28) 混液 (20 : 20 : 3 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい (モルヒネ、ノスカピン、コデイン及びパバベリン)。

(2) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液： $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム液 6.0 mL に水を加えて 1000 mL とする。

(2) メコン酸 本品 0.1 g を水 2 mL に溶かし、あらかじめ水 5 mL を通したクロマトグラフ柱 (55 ~ 105 μ m の前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル約 0.36 g を内径約 1 cm のポリエチレン製のクロマトグラフ管に注入して調製したものに注入する。次に水 5 mL、メタノール 5 mL、

0.1 mol/L 塩酸 10 mL の順にカラムを洗浄し、1 mol/L 塩酸 2 mL を通し、溶出液を試験液とする。試験液に希水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化鉄(III)試液 1 滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。

乾燥減量 6.0 % 以下 (0.5 g, 120 °C, 8 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.5 g)。

定量法

(1) モルヒネ 本品約 0.2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸モルヒネ約 0.025 g を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後、更に水を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

モルヒネ ($C_{17}H_{19}NO_3$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの量 (mg)} \\ \times \frac{Q_r}{Q_s} \times 0.8867 \times 5$$

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液 (1 → 500)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (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 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

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 1.0 g に薄めたリン酸 (1 → 1000) 500 mL を加えて溶かした後、水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する。この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する。

流量：モルヒネの保持時間が約 10 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：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、モルヒネ、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L 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モルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

(2) 他のアルカロイド 本品約 1 g を精密に量り、水 20 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 25 mL を加え、クロロホルム 50 mL、40 mL、30 mL 及び 20 mL で抽出する。全抽出液を合わせ、水 10 mL で洗った後、あらかじめクロロホルムで潤したろ紙でろ過する。洗液は更にクロロホルム 5 mL ずつで 2 回抽出し、抽出液を先のろ紙でろ過し、先のろ液に合わせる。ろ紙をクロロホルム 5 mL ずつで 4 回洗い、洗液をろ液に合わせ、水浴上でクロロホルムを蒸発し、クロロホルム臭がなくなったとき、エタノール (99.5) 2 mL を加えて蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 4 時間乾燥し、質量を量り、他のアルカロイドの量とする。