

灰分 4.0 % 以下。

酸不溶性灰分 1.0 % 以下。

定量法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り、メタノール/希塩酸混液 (100 : 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 (100 : 1) 30 mL 及び 20 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。最後の残留物にメタノール 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。全ろ液を合わせ、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩化ベルベリン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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。それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ベルベリン [塩化ベルベリン ($C_{20}H_{18}ClNO_4$) として] の量 (mg)
= 脱水物に換算した塩化ベルベリン標準品の量 (mg) $\times \frac{A_T}{A_S}$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：345 nm)

カラム：内径 4 ~ 6 mm、長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 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：水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 1000 mL にリン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす。

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：塩化ベルベリン標準品及び塩化パルマチン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 10 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パルマチン、ベルベリンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 5 回繰り返すとき、ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

オウレン末

Powdered Coptis Rhizome

COPTIDIS RHIZOMA PULVERATUM

黄連末

本品は「オウレン」を粉末としたものである。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、ベルベリン [塩化ベルベリン ($C_{20}H_{18}ClNO_4$: 371.81) として] 4.2 % 以上を含む。

性状 本品は黄褐色～灰黄褐色を呈し、弱いにおいがあり、味は極めて苦く、残留性で、だ液を黄色に染める。

本品を鏡検するとき、ほとんどすべての要素は黄色を呈し、道管の破片、仮道管の破片、木部繊維の破片、でんぷん粒を含む柔細胞、多角性のコルク組織、通例、円形～鈍多角形を呈する石細胞又はその群、径 10 ~ 20 μ m の師部繊維又はその束の破片を認め、更に多角性で細長く膜が特異な肥厚を

示す葉柄の表皮細胞を認めるものがある。でんぷん粒は単粒で、径 1 ~ 7 μ m である。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 10 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、ろ過する。ろ液 2 ~ 3 滴に塩酸 1 mL を加え、過酸化水素試液 1 ~ 2 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.5 g にメタノール 20 mL を加え、2 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用塩化ベルベリン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。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。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (7 : 2 : 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 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい。

純度試験

(1) オウバク 本品を鏡検するとき、結晶細胞列又は粘液塊を認めない。また、本品 0.5 g に水 2 mL を加えてかき混ぜるとき、液はゲル状を呈しない。

(2) ウコン 本品をろ紙上に置き、その上にジエチルエーテルを滴加し放置した後、粉末を除き、水酸化カリウム試液 1 滴を滴加するとき、赤紫色を呈しない。また、本品を鏡検するとき、のり化でんぷん及び黄赤色の樹脂を含有する分泌細胞を認めない。

乾燥減量 9.0 % 以下 (60 °C, 8 時間)。

灰分 4.0 % 以下。

酸不溶性灰分 1.0 % 以下。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、メタノール/希塩酸混液 (100 : 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 (100 : 1) 30 mL 及び 20 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。最後の残留物にメタノール 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。全ろ液を合わせ、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩化ベルベリン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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。それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ベルベリン [塩化ベルベリン ($C_{20}H_{18}ClNO_4$) として] の量 (mg)
= 脱水物に換算した塩化ベルベリン標準品の量 (mg) $\times \frac{A_T}{A_S}$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：345 nm)

カラム：内径 4 ~ 6 mm、長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 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：水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 1000 mL にリ

ン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす。

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：塩化ベルベリン標準品及び塩化パルマチン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 10 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パルマチン、ベルベリンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 5 回繰り返すとき、ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

複方オキシコドン注射液

Compound Oxycodone Injection

複方ヒコデノン注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、塩酸オキシコドン ($C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$: 405.87) 0.74 ~ 0.86 w/v% 及び塩酸ヒドロコタルニン ($C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$: 275.73) 0.18 ~ 0.22 w/v% を含む。

製法

塩酸オキシコドン	8 g
塩酸ヒドロコタルニン	2 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

本品は光によって変化する。

pH: 2.5 ~ 4.0

確認試験

(1) 本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 1 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる(オキシコドン)。

(2) 本品 1 mL を水浴上で蒸発し、残留物を硫酸 2 mL に溶かすとき、液は黄色を呈し、加熱するとき、赤色に変わり、次に濃だいたい赤色に変わる(ヒドロコタルニン)。

(3) 本品 1 mL を水浴上で蒸発し、残留物を硫酸 3 mL に溶かし、タンニン酸のエタノール (95) 溶液 (1 → 20) 2 滴を加えて放置するとき、液は濃緑色を呈する(ヒドロコタルニン)。

定量法 本品 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用塩酸オキシコドン約 0.4 g 及び 105 °C で 3 時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約 0.1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸オキシコドン } (C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times 1.1536 \times \frac{1}{25} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{塩酸ヒドロコタルニン } (C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{定量用塩酸ヒドロコタルニンの量 (mg)} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \\ & \quad \times 1.0699 \times \frac{1}{25} \end{aligned}$$

内標準溶液 フェナセチン 0.02 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：285 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 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ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 500 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH 8.0 に調整する。この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加えて混和する。

流量：オキシコドンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、オキシコドン、ヒドロコタルニンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

複方オキシコドン・アトロピン注射液

Compound Oxycodone and Atropine Injection

ヒコアト注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、塩酸オキシコドン ($C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$: 405.87) 0.74 ~ 0.86 w/v%、塩酸ヒドロコタルニン ($C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$: 275.73) 0.18 ~ 0.22 w/v% 及び硫酸アトロピン [$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$: 694.83] 0.027 ~ 0.033 w/v% を含む。

製法

塩酸オキシコドン	8 g
塩酸ヒドロコタルニン	2 g
硫酸アトロピン	0.3 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

本品は光によって変化する。

pH: 2.5 ~ 4.0

確認試験

(1) 本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エ