

えてよく振り混ぜるとき、液は中性である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g を希エタノール 25 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL に希エタノール 25 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.071 % 以下)。

水分 6.0 % 以下 (0.2 g, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、200 mL の三角フラスコに入れ、エタノール (95) 10 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、還流冷却器を付けて 10 分間煮沸する。冷後、希硝酸 40 mL 及び正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を加え、よく振り混ぜ、ニトロベンゼン 3 mL を加え、沈殿が固まるまで激しく振り混ぜた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬: 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.915 mg  $C_6H_5Cl_3O$

貯法 容器 気密容器。

## ケイガイ

Schizonepeta Spike

**SCHIZONEPETAE SPICA**

荊芥穂

本品はケイガイ *Schizonepeta tenuifolia* Briquet (*La-biatae*) の花穂である。

性状 本品は細長い穂状を呈し、長さ 5 ~ 10 cm, 径 0.5 ~ 0.8 cm, 帯紫緑褐色~緑褐色である。花穂は細かい唇形花又はしばしば果実を含むがく筒を付ける。花穂の下部にはときに葉を付けることがあり、葉は線状又は狭ひ針形である。花軸は方柱形で紫褐色を呈する。ルーベ視するとき、類白色の短毛を認める。

本品は特異な芳香があり、口に含むとわずかに清涼感がある。

確認試験 本品の粉末 2 g に水 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、蒸留し、留液 3 mL をとり、これに 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、だいたい赤色の沈殿を生じる。

灰分 11.0 % 以下。

酸不溶性灰分 3.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 8.0 % 以上。

## 軽質無水ケイ酸

Light Anhydrous Silicic Acid

本品は定量するとき、換算した強熱物に対し、二酸化ケイ素 ( $SiO_2$ : 60.08) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~帯青白色の軽い微細な粉末で、におい及び味はなく、滑らかな触感がある。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品はフッ化水素酸、熱水酸化カリウム試液又は熱水酸化

ナトリウム試液に溶け、希塩酸に溶けない。

### 確認試験

(1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、煮沸して溶かし、塩化アンモニウム試液 12 mL を加えるとき、白色ゲル状の沈殿を生じる。この沈殿は希塩酸に溶けない。

(2) (1) の沈殿にメチレンブルー溶液 (1 → 10000) 10 mL を加え、次に水で洗うとき、沈殿は青色を呈する。

(3) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウムの融解球をつくり、これに本品を付け、再び融解するとき、球中に不溶融の塊を認め、その融解球は冷えると不透明となり、網目状の模様を生じる。

### 純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、希硝酸 18 mL を加えて振り混ぜた後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.15 mL に水酸化ナトリウム試液 20 mL、希硝酸 18 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。

(2) 重金属 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、酢酸 (31) 15 mL を加えて振り混ぜた後、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は水酸化ナトリウム試液 20 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液の赤色が消えるまで酢酸 (31) を加えた後、鉛標準液 2.0 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (40 ppm 以下)。

(3) アルミニウム 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 40 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL を量り、酢酸 (31) 17 mL を加えて振り混ぜ、アルミニオン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、30 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 0.176 g を水に溶かし 1000 mL とする。この液 15.5 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL、酢酸 (31) 17 mL、アルミニオン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(4) 鉄 本品 0.040 g に希塩酸 10 mL を加え、水浴中で 10 分間振り混ぜながら加熱する。冷後、L-酒石酸 0.5 g を加え、振り混ぜて L-酒石酸を溶かした後、以下第 2 法により検液を調製し、B 法により試験を行う。比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える (500 ppm 以下)。

(5) カルシウム 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 30 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液の赤色が消えるまで希硝酸を加え、直ちに希酢酸 5 mL を加えて振り混ぜた後、水を加えて 100 mL とし、遠心分離又はろ過して澄明な液を得る。この液 25 mL にシュウ酸試液 1 mL 及びエタノール (95) を加えて 50 mL とし、直ちに振り混ぜた後、10 分間放置するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液: 180 °C で 4 時間乾燥した炭酸カルシウム 0.250 g を希塩酸 3 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 4 mL に希酢酸 5 mL 及び水を加えて 100 mL

とする。この液 25 mL をとり、シュウ酸試液 1 mL 及びエタノール (95) を加えて 50 mL とし、振り混ぜる。

(6) ヒ素 本品 0.40 g を磁製のつばにとり、水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて振り混ぜ、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 7.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱減量 12.0 % 以下 (1 g, 850 ~ 900 °C, 恒量)。

容積試験 本品 5.0 g を量り、200 mL のメスシリンダーに徐々にに入れて静置するとき、その容積は 70 mL 以上である。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、塩酸 20 mL を加え、砂浴上で蒸発乾固し、残留物を更に塩酸で潤して蒸発乾固した後、110 ~ 120 °C で 2 時間加熱する。冷後、希塩酸 5 mL を加え、加熱した後、室温に放冷し、熱湯 20 ~ 25 mL を加えて速やかにろ過し、洗液が塩化物の定性反応 (2) を呈しなくなるまで温湯で洗い、残留物をろ紙とともに白金つばに入れ、強熱して灰化し、更に 30 分間強熱し、冷後、質量を量り  $a$  (g) とする。次に残留物を水で潤し、フッ化水素酸 6 mL 及び硫酸 3 滴を加え、蒸発乾固した後、5 分間強熱し、冷後、質量を量り  $b$  (g) とする。

$$\text{二酸化ケイ素 (SiO}_2\text{) の量 (g) = } a - b$$

貯法 容器 気密容器。

## ケイヒ

Cinnamon Bark

CINNAMOMI CORTEX

桂皮

本品は *Cinnamomum cassia* Blume (*Lauraceae*) の樹皮又は周皮の一部を除いたものである。

性状 本品は、通例、半管状又は巻き込んだ管状の皮片で、厚さ 0.1 ~ 0.5 cm、長さ 5 ~ 50 cm、径 1.5 ~ 5 cm である。外面は暗赤褐色を呈し、内面は赤褐色を呈し、平滑である。破折しやすく、折面はやや繊維性で赤褐色を呈し淡褐色の薄層がある。

本品は特異な芳香があり、味は甘く、辛く、後にやや粘液性で、わずかに収れん性である。

本品の横切片を鏡検するとき、一次皮部と二次皮部はほとんど連続した石細胞環で区別され、環の外辺にはほぼ円形に結集した繊維束を伴い、環の各石細胞の壁はしばしば U 字形に肥厚する。二次皮部中には石細胞を認めず、まばらに少数の厚膜繊維を認める。柔組織中には油細胞、粘液細胞及びでんぷん粒を含む。放射組織中には微細なシュウ酸カルシウムの針晶を含む細胞がある。

確認試験 本品の粉末 2.0 g にジエチルエーテル 10 mL を加え、3 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10  $\mu$ L 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。次にヘキササン/酢酸エチル混液 (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 254 nm) を照射するとき、 $R_f$  値 0.4 付近に紫色の

スポットを認める。このスポットは、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき、黄だいたい色を呈する。

乾燥減量 15.5 % 以下 (6 時間)。

灰分 5.0 % 以下。

精油含量 本品の粉末 50.0 g をとり、精油定量法により試験を行うとき、その量は 0.5 mL 以上である。ただし、あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え、試験を行う。

## ケイヒ末

Powdered Cinnamon Bark

CINNAMOMI CORTEX PULVERATUS

桂皮末

本品は「ケイヒ」を粉末としたものである。

性状 本品は赤褐色～褐色を呈し、特異な芳香があり、味は甘く、辛く、後にやや粘液性で、わずかに収れん性である。

本品を鏡検するとき、でんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片、繊維の破片、黄褐色の油滴を含む油細胞の破片、石細胞の破片、コルク石細胞の破片、コルク組織の破片、微細なシュウ酸カルシウムの針晶を認める。でんぷん粒は単粒及び複粒で、径 6 ~ 20  $\mu$ m である。

確認試験 本品の粉末 2.0 g にジエチルエーテル 10 mL を加え、3 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10  $\mu$ L 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。次にヘキササン/酢酸エチル混液 (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 254 nm) を照射するとき、 $R_f$  値 0.4 付近に紫色のスポットを認める。このスポットは、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき、黄だいたい色を呈する。

純度試験 葉柄 本品を鏡検するとき、表皮細胞、毛、葉緑粒を含む細胞及び維管束の破片を認めない。

乾燥減量 15.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 5.0 % 以下。

精油含量 本品 50.0 g をとり、精油定量法により試験を行うとき、その量は 0.35 mL 以上である。ただし、あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え、試験を行う。

貯法 容器 気密容器。

## ケイヒ油

Cinnamon Oil

OLEUM CINNAMOMI

桂皮油

本品は *Cinnamomum cassia* Blume の葉と小枝若しくは樹皮又は *Cinnamomum zeylanicum* Nees (*Lauraceae*) の樹皮を水蒸気蒸留して得た精油である。

本品は定量するとき、総アルデヒド 60 vol% 以上を含む。

性状 本品は黄色～褐色の液で、特異な芳香があり、味は甘