

性状 本品は淡黄色～灰褐色の粉末で、わずかに特異な肉臭がある。

確認試験 本品を薄めたホルムアルデヒド液 (1 → 10) で固定し、ヘマトキシリン試液で 10 ～ 30 分間染色し、水で洗った後、塩酸 1 mL 及び薄めたエタノール (7 → 10) 99 mL の混液中で 5 ～ 10 秒間弁色し、再び約 1 時間水で洗う。更にエオシン Y 溶液 (1 → 100) で 1 ～ 5 分間染色し、水で洗った後、薄めたエタノール (7 → 10) で 5 ～ 10 秒間、薄めたエタノール (4 → 5) で 5 ～ 10 秒間、薄めたエタノール (9 → 10) で 1 ～ 2 分間、エタノール (95) で 1 ～ 5 分間更にエタノール (99.5) で 1 ～ 5 分間の順に脱水弁色する。キシレンで透徹し、パルサムで封じて鏡検するとき、甲状腺に特異なる胞を構成する上皮細胞の核を認める。

純度試験

(1) 無機ヨウ化物 本品 1.0 g に硫酸亜鉛飽和溶液 10 mL を加え、5 分間振り混ぜてろ過し、ろ液 5 mL によく振り混ぜながらデンプン試液 0.5 mL、亜硝酸ナトリウム試液 4 滴及び希硫酸 4 滴を加えるとき、液は青色を呈しない。

(2) 脂肪 本品 1.0 g をソックスレー抽出器を用い、ジエチルエーテルで 2 時間抽出する。ジエチルエーテル抽出液からジエチルエーテルを留去し、残留物を 105 °C で恒量になるまで乾燥するとき、その量は 0.030 g 以下である。

乾燥減量 6.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 恒量)。

灰分 5.0 % 以下 (0.5 g, 生薬試験法の灰分の項を準用する)。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、ろつぽに入れ、炭酸カリウム 7 g を加えてよく混ぜ、ろつぽを台上で静かにたたいて内容物を密にし、その上部に更に炭酸カリウム 10 g を加え、再びたたいて密にする。これを 600 ～ 700 °C に加熱したマッフル炉中に入れ、その温度で 25 分間強熱し、冷後、水 20 mL を加え、穏やかに煮沸した後、フラスコにろ過する。残留物に水 20 mL を加えて煮沸し、前のフラスコにろ過し、次にろつぽ及び漏斗上の炭化物をろ液の全量が 200 mL となるまで熱湯で洗い込む。この液に新たに製した臭素試液 7 mL 及び薄めたリン酸 (1 → 2) 40 mL を徐々に加えた後、発生するガスが潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変しなくなるまで煮沸し、フラスコの内壁を水で洗い、更に 5 分間煮沸を続ける。煮沸時にはしばしば水を補い、液が少なくとも 200 mL に保つようにする。冷後、フェノール溶液 (1 → 20) 5 mL を加え、再びフラスコの内壁を水で洗い込み、5 分間放置した後、これに薄めたリン酸 (1 → 2) 2 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、直ちに遊離したヨウ素を 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.21151 mg I

貯法 容器 気密容器。

コウジン

Red Ginseng

GINSENG RADIX RUBRA

紅参

本品はオタネニンジン *Panax ginseng* C. A. Meyer (*Panax schinseng* Nees) (*Araliaceae*) の根を蒸したものである。

性状 本品は細長い円柱形～紡錘形で、しばしばなかほどから 2 ～ 5 本の側根を分枝し、長さ 5 ～ 25 cm、主根は径 0.5 ～ 3 cm、外面はおおむね淡黄褐色～赤褐色を呈し、半透明で、縦じわがある。根頭部はやくびれて短い根茎を付けることがある。折面は平らで、質は角質ようで堅い。

本品は特異なおいがあり、味は初めわずかに甘く、後にやや苦い。

確認試験

(1) 本品の粉末 0.2 g に無水酢酸 2 mL を加え、水浴上で 2 分間加温した後、ろ過する。ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき、境界面は赤褐色を呈する。

(2) 本品の粉末 2.0 g にメタノール 20 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 15 分間穏やかに煮沸し、冷後、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ギンセノシド R_{G_1} 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 10 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。次にクロロホルム/メタノール/水混液 (13:7:2) の下層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、110 °C で 5 分間加熱するとき、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、標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

純度試験

(1) 異物 本品は茎及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない。

(2) 重金属 本品の粉末 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (15 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品の粉末 1.0 g をとり、第 4 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 (2 ppm 以下)。

(4) 総 BHC 及び総 DDT 本操作に用いる塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム及びカラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウムは、それぞれにつき、約 130 °C で 12 時間以上加熱した後、デシケーター (シリカゲル) で放冷したものを用いる。また、本操作法に用いるクロマトグラフ柱は、カラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム 20 g を 200 mL のフラスコにとり、生薬純度試験用ヘキサン 50 mL を加えて激しく振とうし、直ちに内径約 2 cm、長さ約 30 cm のクロマトグラフ管に注入し、上部のヘキサン層の深さが約 5 cm になるまでヘキサンを流出し、次に、無水硫酸ナトリウム 8 g をカラム上端から入れ、無水硫酸ナトリウムの上部に少量のヘキサンが残る程度まで更にヘキサンを流出させたものを用いる。

本品の粉末約 5 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、生薬純度試験用アセトン/水混液（5 : 2）30 mL を加え、密栓して 15 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は、生薬純度試験用アセトン/水混液（5 : 2）30 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。全抽出液を合わせ、アセトン臭がほとんどなくなるまで、減圧、40 °C 以下で濃縮する。濃縮液を塩化ナトリウム試液 100 mL を入れた分液漏斗に移し、生薬純度試験用ヘキサン 50 mL を加えて 5 分間振り混ぜて抽出する。水層は生薬純度試験用ヘキサン 50 mL を用いて再度この操作を行う。ヘキサン層を合わせ、塩化ナトリウム試液 50 mL を入れた分液漏斗に移し、5 分間振り混ぜる。ヘキサン層をとり、無水硫酸ナトリウム 30 g で乾燥後、ろ過する。ろ紙上の残留物を生薬純度試験用ヘキサン 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、減圧、40 °C 以下で濃縮して約 5 mL とする。減圧、濃縮して得た液をクロマトグラフ柱に入れ、生薬純度試験用ヘキサン/生薬純度試験用ジエチルエーテル混液（17 : 3）300 mL を用いて 1 分間に 5 mL 以下の速度で流出する。全流出液を減圧、40 °C 以下で濃縮し、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 5 mL とし、試料溶液とする。別に α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、 o,p' -DDT、 p,p' -DDT、 p,p' -DDD、 p,p' -DDE、それぞれ約 0.01 g を精密に量り、生薬純度試験用アセトン 5 mL に溶かし、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 1 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液における α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、 o,p' -DDT、 p,p' -DDT、 p,p' -DDD、 p,p' -DDE に対応する各ピーク面積、 A_{TA} 及び A_{SA} 、 A_{TB} 及び A_{SB} 、 A_{TC} 及び A_{SC} 、 A_{TD} 及び A_{SD} 、 A_{TE} 及び A_{SE} 、 A_{TF} 及び A_{SF} 、 A_{TG} 及び A_{SG} 、 A_{TH} 及び A_{SH} を測定し、次式により α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、 o,p' -DDT、 p,p' -DDT、 p,p' -DDD 及び p,p' -DDE の量を求めた後、総 BHC の量及び総 DDT の量を求めるとき、それぞれに対応する量は各々 0.2 ppm 以下である。

$$\begin{aligned} \alpha\text{-BHC の含量 (ppm)} &= \frac{\alpha\text{-BHC の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TA}}{A_{SA}} \times 50 \\ \beta\text{-BHC の含量 (ppm)} &= \frac{\beta\text{-BHC の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TB}}{A_{SB}} \times 50 \\ \gamma\text{-BHC の含量 (ppm)} &= \frac{\gamma\text{-BHC の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TC}}{A_{SC}} \times 50 \\ \delta\text{-BHC の含量 (ppm)} &= \frac{\delta\text{-BHC の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TD}}{A_{SD}} \times 50 \\ o,p'\text{-DDT の含量 (ppm)} &= \frac{o,p'\text{-DDT の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TE}}{A_{SE}} \times 50 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} p,p'\text{-DDT の含量 (ppm)} &= \frac{p,p'\text{-DDT の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TF}}{A_{SF}} \times 50 \\ p,p'\text{-DDD の含量 (ppm)} &= \frac{p,p'\text{-DDD の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TG}}{A_{SG}} \times 50 \\ p,p'\text{-DDE の含量 (ppm)} &= \frac{p,p'\text{-DDE の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TH}}{A_{SH}} \times 50 \end{aligned}$$

ただし、 W : 本品の粉末の採取量 (g)

総 BHC の量 (ppm)

$$= \alpha\text{-BHC の含量 (ppm)} + \beta\text{-BHC の含量 (ppm)} + \gamma\text{-BHC の含量 (ppm)} + \delta\text{-BHC の含量 (ppm)}$$

総 DDT の量 (ppm)

$$= o,p'\text{-DDT の含量 (ppm)} + p,p'\text{-DDT の含量 (ppm)} + p,p'\text{-DDD の含量 (ppm)} + p,p'\text{-DDE の含量 (ppm)}$$

操作条件

検出器 : 電子捕獲検出器

注入方法 : スプリットレス注入法

カラム : 内径約 0.3 mm、長さ約 30 m の石英製キャピラリーカラムの内壁にガスクロマトグラフ用 7 % シアノプロピル-7 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 0.25~1.0 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 : 注入後、2 分間 60 °C に保ち、その後、200 °C まで毎分 10 °C で昇温し、次いで 260 °C まで毎分 2 °C で昇温する。

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : すべての対象物質の保持時間が 10 分から 30 分となるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 1 μ L につき、上記の条件で操作するとき、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 6 回繰り返すとき、各対象物質のピーク面積の相対標準偏差は 10 % 以下である。

灰分 4.5 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 18.0 % 以上。

コウブシ

Cyperus Rhizome

CYPERI RHIZOMA

香附子

本品はハマスゲ *Cyperus rotundus* Linné (*Cyperaceae*) の根茎である。

性状 本品は紡錘形を呈し、長さ 1.5 ~ 2.5 cm、径 0.5 ~ 1 cm である。外面は灰褐色~灰黒褐色で、5 ~ 8 個の不整な輪節があり、その部分に毛状になった繊維束がある。質は堅い。横切面は赤褐色~淡黄色で、ろうようのつやを帯び、皮層部の厚さは中心柱の径とほぼ等しいか又はわずかに薄い。これをルーベ視するとき、周辺には繊維束が褐色のは