

本品の粉末約5g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)30mL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)30mL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℃以下で濃縮する。濃縮液を塩化ナトリウム試液100mLを入れた分液漏斗に移し、生薬純度試験用ヘキサン50mL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50mL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50mL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30g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20mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、減圧、40℃以下で濃縮して約5mL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)300mLを用いて1分間に5mL以下の速度で流出する。全流出液を減圧、40℃以下で濃縮し、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に5mLとし、試料溶液とする。別に $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC、 $\delta$ -BHC、 $o,p'$ -DDT、 $p,p'$ -DDT、 $p,p'$ -DDD、 $p,p'$ -DDE、それぞれ約0.01gを精密に量り、生薬純度試験用アセトン5mLに溶かし、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとする。更にこの液1mLを正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 $\mu$ 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 $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC、 $\delta$ -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 $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC、 $\delta$ -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0.2ppm以下である。

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

$$p,p'\text{-DDTの含量(ppm)} = \frac{p,p'\text{-DDTの量(g)}}{W} \times \frac{A_{TF}}{A_{SF}} \times 50$$

$$p,p'\text{-DDDの含量(ppm)} = \frac{p,p'\text{-DDDの量(g)}}{W} \times \frac{A_{TG}}{A_{SG}} \times 50$$

$$p,p'\text{-DDEの含量(ppm)} = \frac{p,p'\text{-DDEの量(g)}}{W} \times \frac{A_{TH}}{A_{SH}} \times 50$$

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0.3mm、長さ約30m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-メチルシリコンポリマーを0.25~1.0 $\mu$ mの厚さで被覆したもの。

カラム温度：注入後、2分間60℃に保ち、その後、200℃まで毎分10℃で昇温し、次いで260℃まで毎分2℃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 $\mu$ 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1.5~2.5cm、径0.5~1cm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

ん点として輪状に並び、皮層部にはところどころに維管束が赤褐色のはん点として、また分泌細胞が黄褐色の微小なはん点として多数存在する。中心柱には多数の維管束が点又は線として散在する。

本品は特異なおい及び味がある。

灰分 3.0 % 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 0.3 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。

## コウブシ末

Powdered Cyperus Rhizome

CYPERI RHIZOMA PULVERATUM

香附子末

本品は「コウブシ」を粉末としたものである。

性状 本品は淡赤褐色を呈し、特異なおい及び味がある。

本品を鏡検するとき、多角形の柔細胞の破片、階紋道管の破片、剛毛状の繊維の破片、多くはのり化した多量のでんぷん粒を認め、極めてわずかに石細胞を認める。

純度試験 異物 本品を鏡検するとき、石細胞以外の著しく木化した細胞及び結晶を認めない。

灰分 3.0 % 以下。

酸不溶性灰分 1.5 % 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 0.2 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。

## 乾燥酵母

Dried Yeast

本品は *Saccharomyces* に属する酵母の菌体を乾燥して粉末としたものである。

本品は定量するとき、その 1 g 中にたん白質 400 mg 以上及びチアミン〔塩酸チアミン ( $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$ : 337.27) として〕100  $\mu g$  以上を含む。

性状 本品は淡黄白色～褐色の粉末で、特異なおい及び味がある。

確認試験 本品は鏡検するとき、長径約 6 ~ 12  $\mu m$  の円形又は卵形の単細胞からなる。

純度試験

(1) 変敗 本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない。

(2) でんぷん 本品にヨウ素試液を加え、これを鏡検するとき、黒紫色に染まる粒子を認めないか、又は認めてもわずかである。

乾燥減量 8.0 % 以下 (1 g, 100 °C, 8 時間)。

灰分 9.0 % 以下 (1 g, 生薬試験法の灰分の項を準用する)。

定量法

(1) たん白質 本品約 0.05 g を精密に量り、窒素定量法

により試験を行う。

$$\begin{aligned} & \text{本品 1 g 中のたん白質の量 (mg)} \\ & = \text{窒素 (N) の量 (mg)} \times 6.25 \times \frac{1}{\text{試料の量 (g)}} \end{aligned}$$

(2) チアミン 本品約 1 g を精密に量り、希塩酸 1 mL 及び水 80 mL を加え、80 ~ 85 °C の水浴中でしばしば振り混ぜながら 30 分間加熱し、冷後、水を加えて正確に 100 mL とし、10 分間遠心分離する。上澄液 4 mL を正確に量り、酢酸・酢酸ナトリウム試液 5 mL 及び酵素試液 1 mL を正確に加え、45 ~ 50 °C で 3 時間放置する。この液 2 mL を正確に量り、クロマトグラフ柱 (40 ~ 110  $\mu m$  の弱酸性 CM-架橋セルロース陽イオン交換体 (H 型) 2.5 mL を内径約 1 cm, 高さ約 17 cm のクロマトグラフ管に注入して調製したもの) に入れ、1 分間に約 0.5 mL の速度で流出する。次に少量の水でクロマトグラフ管の内壁を洗い、更に水 10 mL で 1 分間に約 1 mL の速度でクロマトグラフ柱を洗う。この操作を 2 回繰り返す。次に薄めたリン酸 (1 → 50) 2.5 mL ずつを用いて 1 分間に約 0.5 mL の速度で 2 回溶出し、溶出液を集める。溶出液に内標準溶液 1 mL を正確に加え、更に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 0.01 g を加えて溶かし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 (別途「塩酸チアミン」と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.015 g を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加え、更に移動相 3 mL を加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200  $\mu L$  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チアミンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{本品 1 g 中のチアミンの量 (}\mu g\text{)} \\ & = \text{脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{\text{試料の量 (g)}} \times 12.5 \end{aligned}$$

内標準溶液 フェナセチン 0.01 g をアセトニトリルに溶かし、100 mL とする。この液 1 mL に薄めたアセトニトリル (1 → 5) 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：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10  $\mu m$  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：リン酸二水素カリウム 2.7 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 → 10) を加えて pH を 3.5 に調整する。この液 800 mL に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.6 g を溶かし、アセトニトリル 200 mL を加える。

流量：チアミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 200  $\mu L$  につき、上記の条件で操作するとき、チアミン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。