

(CaO) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の堅い塊で、粉末を含み、においはない。
本品は熱湯に極めて溶けにくく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

本品 1 g は水 2500 mL にほとんど溶ける。

本品は空气中で徐々に湿気及び二酸化炭素を吸収する。

確認試験

(1) 本品を水で潤すとき、発熱して白色の粉末となり、これを約 5 倍量の水と混ぜたものはアルカリ性を呈する。

(2) 本品 1 g に水 20 mL を混ぜ、酢酸 (31) を滴加して溶かした液は、カルシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 酸不溶物 本品 5.0 g に水少量を加えて崩壊し、水 100 mL を加えてかき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し、更に塩酸 1 mL を加える。この液を 5 分間煮沸し、冷後、ガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い、105 °C で恒量になるまで乾燥するとき、その量は 10.0 mg 以下である。

(2) 炭酸塩 本品 1.0 g に水少量を加えて崩壊し、水 50 mL とよく混ぜ、しばらく放置し、上層の乳状液の大部分を傾斜して除き、残留物に過量の希塩酸を加えるとき、著しく泡立たない。

(3) マグネシウム又はアルカリ金属 本品 1.0 g に水 75 mL を混ぜ、塩酸を滴加して溶かし、更に塩酸 1 mL を追加する。1 ~ 2 分間煮沸し、アンモニア試液で中和し、これに過量の熱シュウ酸アンモニウム試液を滴加した後、水浴上で 2 時間加熱する。冷後、水を加えて 200 mL とし、よく混ぜてろ過する。ろ液 50 mL を量り、硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し、残留物を 600 °C で恒量になるまで強熱するとき、その量は 0.015 g 以下である。

強熱減量 10.0 % 以下 (1 g, 900 °C, 恒量)。

定量法 本品を 900 °C で恒量になるまで強熱し、デシケーター (シリカゲル) で放冷し、その約 0.7 g を精密に量り、水 50 mL 及び薄めた塩酸 (1 → 3) 8 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 250 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 50 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え、更に NN 指示薬 0.1 g を加えた後、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

$$\begin{aligned} &0.02 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素} \\ &\text{ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 1.1215 \text{ mg CaO} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

酸化チタン

Titanium Oxide

TiO₂ : 79.87

本品を乾燥したものは定量するとき、酸化チタン (TiO₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は熱硫酸又はフッ化水素酸に溶けるが、塩酸、硝酸又は希硫酸に溶けない。

本品は硫酸水素カリウム、水酸化カリウム又は炭酸カリウムを加え、加熱して融解するとき、可溶性塩に変わる。

本品 1 g に水 10 mL を加え、振り混ぜた液は中性である。

確認試験 本品 0.5 g に硫酸 5 mL を加え、白煙を発生するまで加熱し、冷後、注意して水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 5 mL に過酸化水素試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は黄赤色を呈する。

純度試験

(1) 鉛 本品 1.0 g を白金るつばにとり、硫酸水素カリウム 10.0 g を加え、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強く加熱し、時々揺り動かしながら内容物が融解して澄明な液となるまで強熱する。冷後、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (9 → 20) 30 mL 及び水 50 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、試料原液とする。試料原液 25 mL を分液漏斗に入れ、硫酸アンモニウム溶液 (2 → 5) 10 mL 及びチモールブルー試液 5 滴を加え、アンモニア試液で中和し、更にアンモニア試液 2.5 mL を加えた後、この液にジチゾンの酢酸 *n*-ブチル溶液 (1 → 500) 20 mL を正確に加え、10 分間振り混ぜて得た酢酸 *n*-ブチル溶液を試料溶液とする。別に鉛標準液 6.0 mL を白金るつばにとり、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である (60 ppm 以下)。

使用ガス :

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ : 鉛中空陰極ランプ

波長 : 283.3 nm

(2) ヒ素 (1) の試料原液 20 mL を検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行うとき、次の標準色より濃くない。

標準色 : 本品を用いないで同様に操作した後、この液 20 mL を発生瓶に入れ、ヒ素標準液 2.0 mL を加え、以下検液と同様に操作する (10 ppm 以下)。

(3) 水可溶物 本品 4.0 g に水 50 mL を加え、よく振り混ぜて一夜放置する。次に塩化アンモニウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜ、必要ならば更に塩化アンモニウム試液 2 mL を加え、酸化チタンが沈着した後、水を加えて 200 mL とし、よく振り混ぜ、二重ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、澄明なる液 100 mL をとり、水浴上で蒸発した後、650 °C で恒量になるまで強熱するとき、残留物の量は 5.0 mg 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、るつばに入れ、二硫酸カリウム 3 g を加え、ふたをし、初めは弱く、次に徐々に温度を上げ、内容物が融解した状態で 30 分間加熱し、更に高温で融解物が濃い黄赤色のほとんど澄明

な液となる程度に 30 分間加熱する。冷後、ろつぼの内容物を 250 mL のビーカーに移し、更に水 75 mL 及び硫酸 2.5 mL の混液で洗い込み、水浴上でほとんど澄明になるまで加熱する。これに L-酒石酸 2 g を加えて溶かし、プロモチモールブルー試液 2 ～ 3 滴を加え、アンモニア試液で中和し、薄めた硫酸 (1 → 2) 1 ～ 2 mL を加えて酸性とし、硫化水素をじゅうぶん通じる。次にアンモニア試液 30 mL を加え、再び硫化水素を通じて飽和した後、10 分間放置してろ過する。ろ紙上の沈殿を硫化アンモニウム試液 2.5 mL を含む L-酒石酸アンモニウム溶液 (1 → 100) 25 mL ずつで 10 回洗う。ろ過及び洗浄のときにはろ紙を液で満たして硫化第一鉄の酸化を防ぐ。ろ液及び洗液を合わせ、薄めた硫酸 (1 → 2) 40 mL を加え、煮沸して硫化水素を除き、冷後、水を加えて 400 mL とする。これにクベロン試液 40 mL をかき混ぜながら徐々に加え、放置して黄色の沈殿が沈着した後、更に白色の沈殿が生じるまでクベロン試液を加える。沈殿を軽く吸引しながら定量用ろ紙でろ過し、薄めた塩酸 (1 → 10) で 20 回洗い、最後はやや強く吸引して水分を除く。沈殿をろ紙とともに 70 °C で乾燥し、質量既知のろつぼに入れ、初めは極めて弱く、煙を発生しなくなれば最後に強く加熱し、900 ～ 950 °C で恒量になるまで強熱し、冷後、質量を量り、酸化チタン (TiO₂) の量とする。

貯法 容器 密閉容器。

サンキライ

Smilax Rhizome

SMILACIS RHIZOMA

山帰来

本品は *Smilax glabra* Roxburgh (*Liliaceae*) の塊茎である。

性状 本品は偏圧された不整円柱形を呈し、しばしば結節状に分枝し、通例、長さ 5 ～ 15 cm、径 2 ～ 5 cm である。外面は帯灰黄褐色～黄褐色で、上面のところどころにこぶ状の茎の残基がある。横切面は不整だ円形～鈍三角形を呈し、類白色～帯赤白色で、皮層は極めて薄く、ほとんど中心柱からなる。

本品はわずかににおいがあり、味はほとんどない。

本品の横切片を鏡検するとき、コルク層は二～三細胞層で、皮層は極めて狭く、通例、二～四細胞層の膜の厚い柔細胞からなり、ところどころに大きい粘液細胞を認める。粘液細胞中にはシュウ酸カルシウムの束晶を含む。中心柱は主として柔組織からなり、維管束が散在する。柔細胞はでんぷん粒を含む。でんぷん粒は多くは単粒で、ときに 2 ～ 4 個からなる複粒を混じえ、単粒の径は 12 ～ 36 μm である。

灰分 5.0 % 以下。

サンキライ末

Powdered Smilax Rhizome

SMILACIS RHIZOMA PULVERATUM

山帰来末

本品は「サンキライ」を粉末としたものである。

性状 本品は淡黄褐色を呈し、わずかににおいがあり、味は

ほとんどない。

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、粘液塊中に含まれるシュウ酸カルシウムの束晶の破片、木化した皮層の柔細胞の破片、コルク組織の破片、階紋道管の破片を認める。でんぷん粒は主として単粒及び少数の 2 ～ 4 個の複粒で、それらの径は 12 ～ 36 μm である。

純度試験 異物 本品を鏡検するとき、多量の石細胞及び厚膜繊維を認めない。

灰分 5.0 % 以下。

サンシシ

Gardenia Fruit

GARDENIAE FRUCTUS

山梔子

本品はクチナシ *Gardenia jasminoides* Ellis (*Rubiaceae*) の果実である。

性状 本品はほぼ長卵形～卵形を呈し、長さ 1 ～ 5 cm、幅 1 ～ 1.5 cm である。外面は黄褐色～黄赤色で、通例 6 本、まれに 5 本又は 7 本の明らかな綾線がある。一端にはがく又はその跡があり、他端には果柄を付けているものもある。果皮の内面は黄褐色を呈し、平らでつやがある。内部は二室で、黄赤色～暗赤色の胎座に種子の団塊が付く。種子はほぼ円形で偏平、長径約 0.5 cm で、黒褐色又は黄赤色である。

本品は弱いにおいがあり、味は苦い。

確認試験

(1) 本品の粉末をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その 1.0 g に温湯 100 mL を加え、しばしば振り混ぜながら 60 ～ 70 °C で 30 分間加温し、冷後、ろ過する。ろ液 1.0 mL に水を加えて 10 mL とする。この液の色は黄色で、次の比較液よりうすくない。

比較液：二クロム酸カリウム 2.0 mg を水に溶かし正確に 10 mL とする。

(2) 本品の粉末 1.0 g にメタノール 20 mL を加え、水浴上で 3 分間加温し、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ゲニポシド 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 μL 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。次に酢酸エチル/メタノール混液 (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 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105 °C で 10 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、標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

灰分 6.0 % 以下。

サンシシ末

Powdered Gardenia Fruit

GARDENIAE FRUCTUS PULVERATUS

山梔子末

本品は「サンシシ」を粉末としたものである。