

3 秒間とする。これを 5 分間隔で心臓の停止により死亡するまで繰り返す。標準溶液又は試料溶液によって死亡するまでに要した注入回数の 1 群平均が 12 回以下か、20 回以上の場合又は 2 群の平均回数間の差が 5 回以上の場合には、これらは予試験とみなし、これらの成績を参考として、濃度を適当に加減し、新たに製した標準溶液又は試料溶液を用いて試験を繰り返す。

(vii) 計算法 標準溶液及び試料溶液を注入した 1 群中の試験動物数をそれぞれ  $N_s$  及び  $N_T$  とし、各群の試験動物が死亡するまでに要した注入回数の和をそれぞれ  $Y_s$  及び  $Y_T$  とし、また各群の平均値をそれぞれ  $\bar{Y}_s$  及び  $\bar{Y}_T$  とする。

$$\text{本品 1 g 中の単位数} = \frac{\text{標準溶液 1 mL 中の単位数}}{\text{試料溶液 1 mL 中の本品の g 数}} \times \frac{\bar{Y}_s}{\bar{Y}_T}$$

ただし、次の式によって  $L$  ( $P=0.95$ ) を計算するとき、 $L$  は 0.30 以下である。もし、この値を超えるときは、この値以下となるまで試験動物数を増加し、又は実験条件を整備して試験を繰り返す。

$$L = 2 \sqrt{(C - 1) \left[ C \times \left( \frac{\bar{Y}_s}{\bar{Y}_T} \right)^2 + \frac{N_T}{N_s} \right]}$$

$$C = \frac{\bar{Y}_T^2}{Y_T^2 - \frac{s^2 t^2}{N_T}}$$

$$s^2 = \frac{\sum y^2 - \frac{Y_s^2}{N_s} - \frac{Y_T^2}{N_T}}{n}$$

$\sum y^2$ : 標準溶液及び試料溶液のそれぞれの注入回数を 2 乗し、合計した値。

$$n = N_s + N_T - 2$$

$t^2 : s^2$  を計算したときの  $n$  に対する次の表の値。

$n$	$t^2 = F_1$	$n$	$t^2 = F_1$	$n$	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	$\infty$	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ジギタリス末

Powdered Digitalis

DIGITALIS PULVERATA

本品は「ジギタリス」を粉末としたもの又はこれにデンプン若しくは「乳糖」を加えたものである。本品は定量するとき、1 g につき 8 ~ 13 ジギタリス単位を含む。

性状 本品は、緑色〜灰緑色を呈し、弱いにおいがあり、味は極めて苦い。

本品を鏡検するとき、多細胞毛、腺毛、さく状組織、海綿状組織、細い道管を認める。多細胞毛は 2 ~ 8 個の細胞からなり、先端がとがり、しばしばやや湾曲し、細胞のいくつかはつぶれた形をしている。腺毛は小形で 1 ~ 2 個の柄細胞及び頭部を持つ。組織中にはシュウ酸カルシウムの結晶を認めない。

確認試験 本品 1 g に薄めたエタノール (7 → 10) 10 mL を加えて、2 分間煮沸し、ろ過する。ろ液 5 mL に水 10 mL 及び次酢酸鉛試液 0.5 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液にクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム層を分取し、水浴上で穏やかに蒸発する。冷後、残留物に塩化鉄 (III) 六水和物の酢酸 (100) 溶液 (1 → 10000) 1 mL を加えてよく振り混ぜ、この液に注意して硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とすると、境界面に赤褐色の輪帯を生じる。境界面に近い上層は徐々に暗緑色を呈し、放置するとき、暗色を呈する。

乾燥減量 5.0 % 以下

灰分 12.0 % 以下。

酸不溶性灰分 5.0 % 以下。

#### 定量法

(i) 試験動物 健康な成熟ハトを、最も重いものの体重が、最も軽いものの体重の 2 倍以下であるように選ぶ。これらについて性別をできるだけそろえて 2 群に分け、各群は 6 羽以上とし、標準溶液を注入する群の平均体重と試料溶液を注入する群の平均体重との差を 30 % 以下とする。試験前 16 ~ 28 時間は水以外の飼料を与えない。

(ii) 標準原液 ジギタリス標準品約 1 g を精密に量り、50 mL の共栓硬質ガラス瓶に入れ、その 1 g につき薄めたエタノール (4 → 5) 10 mL を加え、上部の  $\frac{1}{3}$  にワセリンを塗った栓をする。混合物は 20 ~ 30 °C で 24 時間振り混ぜ、このとき、固形物が絶えず液層と新しく接触するようにする。直ちに混合物を遠心分離し、上澄液を適当な容器に移し、標準原液とする。この液は使用時まで 1 ~ 10 °C で保存し、30 日以内に使用する。

(iii) 標準溶液 試験当日、試験動物の体重 1 kg 当たりの致死量が約 15 mL であるように標準原液を生理食塩液で薄める。

(iv) 試料原液 本品を細末とし、その約 1 g を精密に量り、50 mL の共栓硬質ガラス瓶に入れ、以下標準原液の製法を準用し、試料原液を製する。この液は 1 ~ 10 °C で保存し、30 日以内に使用する。

(v) 試料溶液 試験当日、試験動物の体重 1 kg 当たりの致死量が約 15 mL であるように試料原液を生理食塩液で薄める。

(vi) 操作法 試験動物を動かさないように固定し、必要な

らば、ジエチルエーテルで軽く麻酔してもよい。翼静脈を露出し、あらかじめ生理食塩液を満した適当なカニューレを挿入する。標準溶液又は試料溶液を 0.05 mL まで目盛りしたビュレットに入れ、ビュレットはビニール管を用いてカニューレに接続する。ビュレット、ビニール管及びカニューレ内に気泡のないことを確かめた後、注入する。この場合ビュレットの代わりに 0.01 mL まで目盛りした注射筒を用い、カニューレを経て注入してもよい。標準溶液及び試料溶液の注入量は体重 1 kg 当たり 1 mL とし、注入時間は 2 ~ 3 秒間とする。これを 5 分間隔で心臓の停止により死亡するまで繰り返す。標準溶液又は試料溶液によって死亡するまでに要した注入回数の 1 群平均が 12 回以下か、20 回以上の場合又は 2 群の平均回数間の差が 5 回以上の場合には、これらは予試験とみなし、これらの成績を参考として、濃度を適当に加減し、新たに製した標準溶液又は試料溶液を用いて試験を繰り返す。

(vii) 計算法 標準溶液及び試料溶液を注入した 1 群中の試験動物数をそれぞれ  $N_s$  及び  $N_T$  とし、各群の試験動物が死亡するまでに要した注入回数の和をそれぞれ  $Y_s$  及び  $Y_T$  とし、また各群の平均値をそれぞれ  $\bar{Y}_s$  及び  $\bar{Y}_T$  とする。

$$\begin{aligned} & \text{本品 1 g 中の単位数} \\ &= \frac{\text{標準溶液 1 mL 中の単位数}}{\text{試料溶液 1 mL 中の本品の g 数}} \times \frac{\bar{Y}_s}{\bar{Y}_T} \end{aligned}$$

ただし、次の式によって  $L$  ( $P = 0.95$ ) を計算するとき、 $L$  は 0.30 以下である。もし、この値を超えるときは、この値以下となるまで試験動物数を増加し、又は実験条件を整備して試験を繰り返す。

$$\begin{aligned} L &= 2 \sqrt{(C - 1) \left[ C \times \left( \frac{\bar{Y}_s}{\bar{Y}_T} \right)^2 + \frac{N_T}{N_s} \right]} \\ C &= \frac{\bar{Y}_T^2}{\bar{Y}_T^2 - \frac{s^2 t^2}{N_T}} \\ s^2 &= \frac{\sum y^2 - \frac{Y_s^2}{N_s} - \frac{Y_T^2}{N_T}}{n} \end{aligned}$$

$\sum y^2$ : 標準溶液及び試料溶液のそれぞれの注入回数を 2 乗し、合計した値。

$$n = N_s + N_T - 2$$

$t^2 : s^2$  を計算したときの  $n$  に対する次の表の値。

$n$	$t^2 = F_1$	$n$	$t^2 = F_1$	$n$	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	$\infty$	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器

シコン

Lithospermum Root

LITHOSPERMI RADIX

紫根

本品はムラサキ *Lithospermum erythrorhizon* Siebold et Zuccarini (*Boraginaceae*) の根である。

性状 本品はやや細長い円すい形を呈し、しばしば分枝し、長さ 6 ~ 10 cm, 径 0.5 ~ 1.5 cm である。外面は暗紫色を呈し、粗雑で薄くはがれやすい。多くはねじれた深い縦みぞがあり、時には木部まで達する。根頭には茎の残基を付けていることがある。折りやすく、折面は粒状で、裂け目が多い。横切面をルーペ視するとき、皮部の外側は暗紫色で、内側の淡褐色の部分は不規則な波状を呈し、木部は類黄色である。根頭部の中央はしばしば裂け目となり、その周辺は赤紫色を呈する。

本品は弱いにおいがあり、味はわずかに甘い。

確認試験

(1) 本品の粉末 0.5 g を試験管にとり、加熱するとき、赤色の蒸気を発し、管の上部壁で凝縮して赤褐色の油滴となる。

(2) 本品の切片又は粉末 0.5 g にエタノール (95) 1 mL を加え、振り混ぜて得た赤色溶液に水酸化ナトリウム試液 1 滴を加えるとき、液は青紫色に変わる。更に、この液に希塩酸 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は再び赤色に変わる。

(3) 本品の粉末 0.5 g にエタノール (95) 5 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を減圧、40 °C 以下で濃縮し、エタノール (95) 1 mL を加え、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 5  $\mu$ L 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/エタノール (95) 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。このとき、 $R_f$  値 0.75 付近に赤色のスポットを認める。

灰分 11.0 % 以下。

酸不溶性灰分 3.5 % 以下。

ジフェンヒドรามミン・フェノール・亜鉛華リニメント

Diphenhydramine, Phenol and Zinc Oxide Liniment

製法

ジフェンヒドรามミン	20 g
フェノール・亜鉛華リニメント	980 g
全量	1000 g

以上をとり、混和して製する。

性状 本品は白色~類白色ののり状でわずかにフェノールのおいがある。