

液 A 5 mL 及び標準原液 B 10 mL ずつを正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液のセンノシド A 及びセンノシド B のピーク面積  $A_{TA}$  及び  $A_{TB}$  並びに標準溶液のセンノシド A 及びセンノシド B のピーク面積  $A_{SA}$  及び  $A_{SB}$  を求め、次式によりセンノシド A 及びセンノシド B の量を計算し、それらの合計を総センノシドの量とする。

センノシド A の量 (mg)

$$= \text{成分含量測定用センノシド A の量 (mg)} \times \frac{A_{TA}}{A_{SA}} \times \frac{1}{4}$$

センノシド B の量 (mg)

$$= \text{成分含量測定用センノシド B の量 (mg)} \times \frac{A_{TB}}{A_{SB}} \times \frac{1}{2}$$

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 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：50 °C 付近の一定温度

移動相：薄めた pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（1 → 10）/アセトニトリル混液（17：8）1000 mL に臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 2.45 g を加えて溶かす。

流量：センノシド A の保持時間が約 26 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、センノシド B、センノシド A の順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離し、センノシド A のピークの理論段数が 8000 以上のものを用いる。

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、センノシド A のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

## センナ末

Powdered Senna Leaf

SENNAE FOLIUM PULVERATUM

本品は「センナ」を粉末としたものである。

本品は換算した生葉の乾燥物に対し、総センノシド（センノシド A 及びセンノシド B）1.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色～淡灰黄緑色を呈し、弱においがあり、味は苦い。

本品を鏡検するとき、道管の破片、結晶細胞列を伴う葉脈の組織の破片、厚膜で湾曲した単細胞毛の破片、さく状組織の破片、海綿状組織の破片、径 10 ～ 20  $\mu$ m のシュウ酸カルシウムの集晶及び単晶を認める。

#### 確認試験

(1) 本品 0.5 g にジエチルエーテル 10 mL を加え、2 分間冷浸した後、ろ過し、ろ液にアンモニア試液 5 mL を加えるとき、水層は黄赤色を呈する。また、ジエチルエーテルで抽出した残留物に水 10 mL を加え、2 分間冷浸した後、

ろ過し、ろ液にアンモニア試液 5 mL を加えるとき、水層は黄赤色を呈する。

(2) 本品 2.0 g にテトラヒドロフラン/水混液（7：3）40 mL を加え、30 分間振とうした後、遠心分離する。上澄液を分液漏斗に移し、塩化ナトリウム 13 g を加え、30 分間振とうする。分離した水層を不溶の塩化ナトリウムと共に分取し、1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 1.5 に調整する。この液を別の分液漏斗に移し、テトラヒドロフラン 30 mL を加えて 10 分間振とうした後、分離したテトラヒドロフラン層を分取し、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用センノシド A 1 mg をテトラヒドロフラン/水混液（7：3）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  $\mu$ 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 1-プロパノール/酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（40：40：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、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色の蛍光を発するスポットと色調及び  $R_f$  値が等しい。

#### 純度試験

(1) 異物 本品を鏡検するとき、石細胞及び太い繊維を認めない。

(2) 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、生葉純度試験用ヘキササン 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、上部のヘキササン層の深さが約 5 cm になるまでヘキササンを流出し、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サンが残る程度まで更にヘキササンを流出させたものを用いる。

本品約 5 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、生葉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、生葉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、生葉純度試験用ヘキササン 50 mL を加えて 5 分間振り混ぜて抽出する。水層は生葉純度試験用ヘキササン 50 mL を用いて再度この操作を行う。ヘキササン層を合わせ、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葉純度試験用ヘキササン 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、生葉純度試験用ヘキササン/生葉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  $\alpha$ -BHC,  $\beta$ -BHC,  $\gamma$ -BHC,  $\delta$ -BHC,  $o, p'$ -DDT,  $p, p'$ -DDT,  $p, p'$ -DDD,  $p, p'$ -DDE, それぞれ約 0.01 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  $\mu$ 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 0.2 ppm 以下である。

$$\alpha\text{-BHC の含量 (ppm)} = \frac{\alpha\text{-BHC の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TA}}{A_{SA}} \times 50$$

$$\beta\text{-BHC の含量 (ppm)} = \frac{\beta\text{-BHC の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TB}}{A_{SB}} \times 50$$

$$\gamma\text{-BHC の含量 (ppm)} = \frac{\gamma\text{-BHC の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TC}}{A_{SC}} \times 50$$

$$\delta\text{-BHC の含量 (ppm)} = \frac{\delta\text{-BHC の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TD}}{A_{SD}} \times 50$$

$$\begin{aligned} o, p'\text{-DDT の含量 (ppm)} \\ = \frac{o, p'\text{-DDT の量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TE}}{A_{SE}} \times 50 \end{aligned}$$

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

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

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

ただし、 $W$  : 本品の採取量 (g)

$$\begin{aligned} \text{総 BHC の量 (ppm)} \\ = \alpha\text{-BHC の含量 (ppm)} + \beta\text{-BHC の含量 (ppm)} \\ + \gamma\text{-BHC の含量 (ppm)} + \delta\text{-BHC の含量 (ppm)} \end{aligned}$$

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

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  $\mu$ 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  $\mu$ 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 12.0 % 以下。

酸不溶性灰分 2.0 % 以下。

乾燥減量 12.0 % 以下 (6 時間)。

成分含量測定法 本品約 0.5 g を精密に量り, 共栓遠心沈殿管に入れ, 薄めたメタノール (7  $\rightarrow$  10) 25 mL を加え, 30 分間振り混ぜ, 遠心分離し, 上澄液を分取する。残留物は薄めたメタノール (7  $\rightarrow$  10) 10 mL ずつを 2 回加え, それぞれ 10 分間振り混ぜ, 遠心分離し, 上澄液を分取する。全抽出液を合わせ, 薄めたメタノール (7  $\rightarrow$  10) を加えて正確に 50 mL とし, 試料溶液とする。別に成分含量測定用センノシド A をデシケーター (減圧  $\cdot$  0.67 kPa 以下, 酸化リン (V)) で 12 時間以上乾燥し, その約 0.01 g を精密に量り, 炭酸水素ナトリウム溶液 (1  $\rightarrow$  100) に溶かし, 正確に 20 mL とし, 標準原液 A とする。また, 成分含量測定用センノシド B をデシケーター (減圧  $\cdot$  0.67 kPa 以下, 酸化リン (V)) で 12 時間以上乾燥し, その約 0.01 g を精密に量り, 炭酸水素ナトリウム溶液 (1  $\rightarrow$  100) に溶かし, 正確に 20 mL とし, 標準原液 B とする。標準原液 A 5 mL 及び標準原液 B 10 mL ずつを正確に量り, メタノールを加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液のセンノシド A 及びセンノシド B のピーク面積  $A_{TA}$  及び  $A_{TB}$  並びに標準溶液のセンノシド A 及びセンノシド B のピーク面積  $A_{SA}$  及び  $A_{SB}$  を求め, 次式によりセンノシド A 及びセンノシド B の量を計算し, それらの合計を総センノシドの量とする。

$$\begin{aligned} \text{センノシド A の量 (mg)} \\ = \text{成分含量測定用センノシド A の量 (mg)} \times \frac{A_{TA}}{A_{SA}} \times \frac{1}{4} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{センノシド B の量 (mg)} \\ = \text{成分含量測定用センノシド B の量 (mg)} \times \frac{A_{TB}}{A_{SB}} \times \frac{1}{2} \end{aligned}$$

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 340 nm)

カラム : 内径 4 ~ 6 mm, 長さ 15 ~ 25 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 : 50 °C 付近の一定温度

移動相 : 薄めた pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸  $\cdot$  酢酸ナトリウム緩衝液 (1  $\rightarrow$  10) / アセトニトリル混液 (17 : 8) 1000 mL に臭化テトラ  $n$ -ヘプチルアンモニウム

2.45 g を加えて溶かす。

流量：センノシド A の保持時間が約 26 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、センノシド B、センノシド A の順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離し、センノシド A のピークの理論段数が 8000 以上のものを用いる。

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、センノシド A のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

## センブリ

Swertia Herb

SWERTIAE HERBA

当薬

本品はセンブリ *Swertia japonica* Makino (*Gentiana-ceae*) の開花期の全草である。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、スウェルチアマリン ( $C_{16}H_{22}O_{10}$ : 374.34) 2.0 % 以上を含む。

性状 本品は花、対生する葉、茎及び通例短い木質の根からなり、長さ 20 cm に達する。茎は方柱形で、径約 0.2 cm、しばしば分枝する。葉及び茎は暗緑色～暗紫色又は黄褐色で、花は白色～類白色、根は黄褐色を呈する。水に浸してしわを延ばすと、葉は線形～狭ひ針形で、長さ 1～4 cm、幅 0.1～0.5 cm、全縁で無柄である。花冠は五深裂し、裂片は狭長だ円形で、ルーベ視するとき、内面の基部に 2 個のだ円形の蜜腺が並列し、その周辺はまつ毛状を呈する。おしべは 5 個で、花冠の筒部から生じ、花冠の裂片と交互に配列する。花柄は明らかである。

本品はわずかににおいがあり、味は極めて苦く、残留性である。

確認試験 本品の粉末 2.0 g にエタノール (95) 10 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、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スウェルチアマリン 2 mg をエタノール (95) 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  $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (混合蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/1-プロパノール/水混液 (6:4:3) 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 (広域波長) を照射するとき、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色のスポットと色調及び  $R_f$  値が等しい。

純度試験 異物 本品はわら及びその他の異物 1.0 % 以上を含まない。

乾燥減量 12.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 6.5 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 20.0 % 以上。

定量法 本品の中末約 1 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、メタノール 40 mL を加えて 15 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は更にメタノール 40 mL を加え、同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノール

を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にスウェルチアマリン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 20 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のスウェルチアマリンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{スウェルチアマリン (C}_{16}\text{H}_{22}\text{O}_{10}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算したスウェルチアマリン} \\ & \text{標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 5 \end{aligned}$$

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：238 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu$ 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：50 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液 (91:9)

流量：スウェルチアマリンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：スウェルチアマリン標準品 1 mg 及びテオフィリン 1 mg を移動相に溶かして 10 mL とする。この液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、テオフィリン、スウェルチアマリンの順に溶出し、その分離度は 10 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、スウェルチアマリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

## センブリ末

Powdered Swertia Herb

SWERTIAE HERBA PULVERATA

当薬末

本品は「センブリ」を粉末としたものである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、スウェルチアマリン ( $C_{16}H_{22}O_{10}$ : 374.34) 2.0 % 以上を含む。

性状 本品は灰黄緑色～黄褐色を呈し、わずかににおいがあり、味は極めて苦く、残留性である。

本品を鏡検するとき、繊維を伴う木部組織 (茎及び根の要素)、同化組織 (葉及びがくの要素)、条線のある表皮 (茎及び花柄の要素)、らせん紋道管を有する花冠及び花糸の組織、やく及びその内側壁の細胞、径約 33  $\mu$ m で粒状模様のある球形の花粉 (花の要素) を認める。その他、網目状の表皮 (種子の要素)、少量の果皮の組織片を認めることがある。でんぷん粒は単粒で、径は約 6  $\mu$ m で、その量は極めてわずからである。

確認試験 本品 2.0 g にエタノール (95) 10 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、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スウェルチアマリン 2 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につ