

性状 本品は卵形、長卵形又は円柱形を呈し、しばしば横切又は縦割され、径 4～10 cm、長さ 5～15 cm である。皮層の大部分を除いたものでは、外面は平滑で、黄褐色～淡褐色を呈し、白色の細かい網目の模様が見られるものがあり、質はち密で堅い。コルク層を付けているものでは、外面は暗褐色又は赤黒色を呈し、あらいしわがあり、質はあらくてもろい。本品の破砕面は繊維性でない。本品の横切面は灰褐色、淡灰褐色又は褐色で、黒褐色に白色及び淡褐色の入り組んだ複雑な模様がある。この模様は形成層の付近でしばしば放射状を呈し、また、髓では径 1～3 mm の褐色の小円の中心から放射状に走るつむじよりの組織からなり、環状に並ぶか、又は不規則に散在している。

本品は特異なおいがあり、味はわずかに渋くて苦い。かめば細かい砂をかむような感じがあり、だ液を黄色に染める。

本品の横切片を鏡検するとき、大部分は柔細胞からなり、髓にはところどころに小さい環状の異常形成層があり、その内側には師部、外面には本部が形成されていて、褐色の着色物質を含む二～四列の放射組織を伴い、これが形成層環の中心から放射状に外方に向かって走り、つむじよりの組織となる。柔細胞はでんぷん粒、褐色の着色物又はシュウ酸カルシウムの集晶を含む。

確認試験 本品の粉末 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ノシド A 1 mg をテトラヒドロフラン/水混液 (7:3) 4 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 40 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原線に沿って長さ 10 mm 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 ラボンチシン 本品の粉末 0.5 g をとり、エタノール (95) 10 mL を正確に加え、還流冷却器を付けて水浴上で 10 分間加温した後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。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 10 μ 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。次にイソプロピルエーテル/メタノール/1-ブタノール混液 (26:7:7) 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 (主波長 365 nm) を照射するとき、 R_f 値 0.3～0.6 に青白色の蛍光を発するスポットを認めることがあっても青紫色の蛍光を発するスポットを認めない。

乾燥減量 13.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 13.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 30.0 % 以上。

成分含量測定法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り、炭酸水素ナトリウム溶液 (1 → 1000) 50 mL を正確に加え、30 分間振とうした後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に成分含量測定用セノシド A をデシケーター (減圧・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 → 1000) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、炭酸水素ナトリウム溶液 (1 → 1000) 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 μ 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。それぞれの液のセノシド A のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

セノシド A の量 (mg)

$$= \text{成分含量測定用セノシド A の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.25$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (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 μ 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：薄めた酢酸 (100) (1 → 80) /アセトニトリル混液 (4:1)

流量：セノシド A の保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：成分含量測定用セノシド A 及び薄層クロマトグラフ用ナリンギン 1 mg ずつを炭酸水素ナトリウム溶液 (1 → 1000) に溶かして 10 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セノシド A、ナリンギンの順に溶出し、その分離度が 3 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、セノシド A の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

ダイオウ末

Powdered Rhubarb

RHEI RHIZOMA PULVERATUM

大黃末

本品は「ダイオウ」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、セノシド A 0.25 % 以上を含む。

性状 本品は褐色を呈し、特異なおいがあり、味はわずかに渋くて苦い。かめば細かい砂をかむような感じがあり、だ液を黄色に染める。

本品を鏡検するとき、でんぷん粒、暗褐色の着色物又はシュウ酸カルシウムの集晶、それらを含む柔細胞の破片、網紋道管の破片を認める。でんぷん粒は球形の単粒又は 2～4 個の複粒で、単粒の径は 3～18 μ m、まれに 30 μ m、シュウ酸カルシウムの集晶は径 30～60 μ m で、100 μ m を超えるものもある。

確認試験 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) 4 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 40 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原線に沿って長さ 10 mm 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 ラボンチシン 本品 0.5 g をとり、エタノール (95) 10 mL を正確に加え、還流冷却器を付けて水浴上で 10 分間加熱した後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。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 10 μ 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原線に沿って長さ 10 mm にスポットする。次にイソプロピルエーテル/メタノール/1-ブタノール混液 (26 : 7 : 7) 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 (主波長 365 nm) を照射するとき、 R_f 値 0.3 ~ 0.6 に青白色の蛍光を発するスポットを認めることがあっても青紫色の蛍光を発するスポットを認めない。

乾燥減量 13.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 13.0 % 以下。

酸不溶性灰分 2.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 30.0 % 以上。

成分含量測定法 本品約 0.5 g を精密に量り、炭酸水素ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 1000) 50 mL を正確に加え、30 分間振とうした後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に成分含量測定用センノシド A をデシケーター (減圧・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 1000) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、炭酸水素ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 1000) 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 μ 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。それぞれの液のセンノシド A のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

センノシド A の量 (mg)

$$= \text{成分含量測定用センノシド A の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.25$$

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 μ 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 : 薄めた酢酸 (100) (1 \rightarrow 80) / アセトニトリル混液 (4 : 1)

流量 : センノシド A の保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定 : 成分含量測定用センノシド A 及び薄層クロマトグラフ用ナリンギン 1 mg ずつを炭酸水素ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 1000) に溶かして 10 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、センノシド A, ナリンギンの順に溶出し、その分離度が 3 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 の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

複方ダイオウ・センナ散

Compound Rhubarb and Senna Powder

製法

センナ末	110 g
ダイオウ末	110 g
イ オ ウ	555 g
酸化マグネシウム	225 g
全 量	1000 g

以上をとり、散剤の製法により製する。

性状 本品は黄褐色で、特異なおいがあり、味は苦い。

確認試験 本品 2 g に水 50 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱した後、ろ過する。ろ液に希塩酸 2 滴を加え、ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回振り混ぜ、ジエチルエーテル層を除き、水層に塩酸 5 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜ、ジエチルエーテル層を分取し、炭酸水素ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜるとき、水層は赤色を呈する。

貯法 容器 密閉容器。

ダイズ油

Soybean Oil

OLEUM SOJAE

本品はダイズ *Glycine max* Merrill (*Leguminosae*) の種子から得た脂肪油である。

性状 本品は微黄色澄明の油で、においはないか又はわずかににおいがあり、味は緩和である。

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する。

本品はエタノール (95) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は -10 ~ -17 °C で凝固する。

脂肪酸の凝固点 : 22 ~ 27 °C

比重 d_{20}^{20} : 0.916 ~ 0.922

酸価 0.2 以下。

けん化価 188 ~ 195

不けん化物 1.0 % 以下。

ヨウ素価 126 ~ 140