

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