

下).

乾燥減量 2.0 % 以下 (2 g, 105 °C, 4 時間).

定量法 本品を乾燥し, その約 1.2 g を精密に量り, 水 25 mL に溶かし, 0.5 mol/L 硫酸で滴定し, 液の青色が黄緑色に変わったとき, 注意して煮沸し, 冷後, 帯緑黄色を呈するまで滴定する (指示薬: プロモクレゾールグリーン試液 2 滴).

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 52.99 mg Na₂CO₃

貯法 容器 気密容器.

チアントール

Thianthol

本品はジメチルチアントレン及びジトルエンジスルフィドからなり, 定量するとき, イオウ (S: 32.07) 23.5 ~ 26.5 % を含む.

性状 本品は帯黄色の粘性の液で, 不快でない弱いにおいがある.

本品はジエチルエーテルに溶けやすく, 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, 冷時, 結晶を析出することがあるが, 加温すると溶ける.

比重 d_{20}^{20} : 1.19 ~ 1.23

確認試験 本品 0.1 g に硫酸 5 mL を注意して加えるとき, 液は青紫色を呈し, これに硝酸 5 ~ 6 滴を滴加するとき, ガスを発生し, 黄赤色に変わる.

純度試験

(1) 液性 本品 10 g に水 20 mL を加え, 振り混ぜて放置した後, 分取して得た水層は中性である.

(2) 硫酸塩 (1) の水層 10 mL に塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき, 液は混濁しない.

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品約 0.01 g を精密に量り, 薄めた水酸化ナトリウム試液 (1 → 10) 5 mL 及び過酸化水素試液 1.0 mL の混液を吸収液とし, 酸素フラスコ燃焼法のイオウの定量操作法により試験を行う.

貯法 容器 気密容器.

複方チアントール・サリチル酸液

Compound Thianthol and Salicylic Acid Solution

本品は定量するとき, サリチル酸 (C₇H₆O₃: 138.12) 1.8 ~ 2.2 w/v% 及びフェノール (C₆H₆O: 94.11) 1.8 ~ 2.2 w/v% を含む.

製法

チアントール	200 mL
サリチル酸	20 g
フェノール	20 g
オリブ油	50 mL
エーテル	100 mL
石油ベンジン	適量
全量	1000 mL

「サリチル酸」及び「フェノール」を「エーテル」に溶かし, これに「チアントール」, 「オリブ油」及び「石油ベンジン」を加え, 溶解混和し, 全量を 1000 mL とする.

性状 本品は淡黄色の液で, 特異なおいがある.

確認試験

(1) 本品 1 mL を磁製皿にとり, 水浴上で蒸発乾固する. これに硫酸 5 mL を注意して加えるとき, 液は青紫色を呈し, 更に硝酸 5 ~ 6 滴を滴加するとき, ガスを発生し, 黄赤色に変わる (チアントール).

(2) 本品 10 mL に炭酸水素ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜ, 水層を分取する. この液 0.5 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 50 mL とする. この液 5 mL に硝酸鉄 (III) 九水和物溶液 (1 → 200) 5 mL を加えるとき, 液は赤紫色を呈する (サリチル酸).

(3) (2) の上層を更に炭酸水素ナトリウム試液 10 mL で洗った後, 希水酸化ナトリウム試液 10 mL で抽出する. この抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ, 更に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき, 液は黄色を呈する (フェノール).

(4) 本品 1 mL にエタノール (95) 10 mL を混和し, 試料溶液とする. 別にサリチル酸, フェノール及びチアントール 0.01 g ずつをそれぞれエタノール (95) 5 mL に溶かし, 標準溶液 (1), 標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) 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 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする. 次にクロロホルム/アセトン/酢酸 (100) 混液 (45:5:1) を展開溶媒として, 約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 試料溶液から得た 3 個のスポットの R_f 値は, 標準溶液 (1), 標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい. また, この薄層板に塩化鉄 (III) 試液を均等に噴霧するとき, 標準溶液 (1) から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは, 紫色を呈する.

定量法 本品 2 mL を正確に量り, 内標準溶液 10 mL を正確に加え, 更に薄めたメタノール (1 → 2) 70 mL を加えてよく振り混ぜた後, 薄めたメタノール (1 → 2) を加えて 100 mL とし, ろ過する. 初めのろ液 10 mL を除き, 次のろ液を試料溶液とする. 別に定量用サリチル酸をデシケーター (シリカゲル) で 3 時間乾燥し, その約 0.2 g 及び定量用フェノール約 0.2 g を精密に量り, 薄めたメタノール (1 → 2) に溶かし, 正確に 50 mL とする. この液 10 mL を正確に量り, 内標準溶液 10 mL を正確に加え, 更に薄めたメタノール (1 → 2) を加えて 100 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{1s} 及び Q_{2s} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{1a} 及び Q_{2a} を求める.

$$\begin{aligned} & \text{サリチル酸 (C}_7\text{H}_6\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{定量用サリチル酸の量 (mg)} \times \frac{Q_{1s}}{Q_{1a}} \times \frac{1}{5} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{フェノール (C}_6\text{H}_6\text{O) の量 (mg)} \\ & = \text{定量用フェノールの量 (mg)} \times \frac{Q_{\text{tb}}}{Q_{\text{sb}}} \times \frac{1}{5} \end{aligned}$$

内標準溶液 テオフィリンのメタノール溶液 (1 → 10000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm 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：室温

移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (3 : 1)

流量：サリチル酸の保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：安息香酸 0.2 g，サリチル酸 0.2 g 及びテオフィリン 0.05 g を薄めたメタノール (1 → 2) 100 mL に溶かす。この液 10 mL に薄めたメタノール (1 → 2) 90 mL を加える。この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して，25 °C 以下で保存する。

容器 気密容器。

チクセツニンジン

Panax Rhizome

PANACIS JAPONICI RHIZOMA

竹節人參

本品はトチパニンジン *Panax japonicus* C. A. Meyer (*Araliaceae*) の根茎を，通例，湯通ししたものである。

性状 本品は不整の円柱形を呈し，明らかな節があり，長さ 3 ～ 20 cm，径 1 ～ 1.5 cm，節間 1 ～ 2 cm，外面は淡黄褐色で，細い縦みぞがある。中央のくぼんだ茎の跡が上面に突出し，節間には根の跡がこぶ状に隆起している。折りやすく，折面はほぼ平らで淡黄褐色を呈し，角質ようである。

本品は弱においがあり，味はわずかに苦い。

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ過を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用チクセツサポニン IV 2 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/水/ギ酸混液 (5 : 1 : 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。これに希硫酸を均等に噴霧し，110 °C で 5 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，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

灰分 5.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 30.0 % 以上。

チクセツニンジン末

Powdered Panax Rhizome

PANACIS JAPONICI RHIZOMA PULVERATUM

竹節人參末

本品は「チクセツニンジン」を粉末としたものである。

性状 本品は淡灰黄褐色を呈し，弱においがあり，味はわずかに苦い。

本品を鏡検するとき，主としてでんぷん粒又はのり化したでんぷん塊及びこれらを含む柔細胞の破片を認め，更にコルク組織の破片，やや厚膜の厚角組織の破片，師部組織の破片，網紋道管の破片，まれに単穿孔を持つ階紋道管の破片，繊維の破片，繊維束の破片，シュウ酸カルシウムの集晶及びこれを含む柔細胞の破片，黄色～だいたい黄色の樹脂を認める。でんぷん粒は，単粒及び 2 ～ 4 個の複粒で，単粒の径は 3 ～ 18 μm である。シュウ酸カルシウムの集晶は径 20 ～ 60 μm である。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる。

(2) 本品 0.2 g に無水酢酸 2 mL を加え，水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する。ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤紫色を呈する。

灰分 5.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 30.0 % 以上。

窒素

Nitrogen

N_2 : 28.01

本品は定量するとき，窒素 (N_2) 99.5 vol% 以上を含む。

性状 本品は無色のガスで，においはない。

本品 1 mL は温度 20 °C，気圧 101.3 kPa で水 65 mL 又はエタノール 9 mL に溶ける。

本品 1000 mL は温度 0 °C，気圧 101.3 kPa で約 1.251 g である。

本品は不活性であり，空気中では燃えない。

確認試験 本品に燃えている木片を入れるとき，直ちに消える。

純度試験 二酸化炭素 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上 18 ～ 22 °C に保った後，20 °C で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとす。水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し，15 分間で本品 1000 mL を管中に通じるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液：水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管にとり，炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える。

定量法 本品の採取は純度試験を準用する。本品 1.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取し，このものにつき，次の条件でガスク