

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

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

ロマトグラフ法により試験を行い、酸素のピーク面積  $A_T$  を求める。別に混合ガス調製器に酸素 1.0 mL を採取し、キャリアガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、酸素のピーク面積  $A_S$  を求める。

$$\text{窒素の量 (N}_2\text{) (vol\%)} = 100 - \frac{A_T}{A_S}$$

#### 操作条件

検出器：熱伝導型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 250 ~ 350  $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフ用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする。

カラム温度：50 °C 付近の一定温度

キャリアガス：水素又はヘリウム

流量：酸素の保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に酸素 1.0 mL を採取し、本品を加えて 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、上記の条件で操作するとき、酸素、窒素の順に流出し、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：上記の条件で標準混合ガスにつき、試験を 5 回繰り返すとき、酸素のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

#### 貯法

保存条件 40 °C 以下で保存する。

容器 耐圧金属製密封容器。

## チモ

Anemarrhena Rhizome

**ANEMARRHENAE RHIZOMA**

知母

本品はハナスゲ *Anemarrhena asphodeloides* Bunge (*Liliaceae*) の根茎である。

性状 本品はやや扁平なひも状を呈し、長さ 3 ~ 15 cm、径 0.5 ~ 1.5 cm、わずかに湾曲してしばしば分岐する。外面は黄褐色~褐色を呈し、上面には一条の縦みぞと毛状となった葉しょうの残基又は跡が細かい輪節となり、下面には多数の円点状のくぼみとなった根の跡がある。質は軽くて折りやすい。横切面は淡黄褐色を呈し、これをルーベ視するとき、皮膚は極めて狭く、中心柱は多孔性を示し、多くの維管束が不規則に点在する。

本品は弱いにおいがあり、味はわずかに甘く、粘性性で、後に苦い。

#### 確認試験

(1) 本品の粉末 0.5 g を試験管にとり、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。また、これをろ過し、ろ液 2 mL に塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、黒緑色の沈殿を生じる。

(2) 本品の粉末 0.5 g に無水酢酸 2 mL を加え、水浴上で振り混ぜながら 2 分間加温した後、ろ過し、ろ液に硫酸 1 mL を穏やかに加えるとき、境界面は赤褐色を呈する。

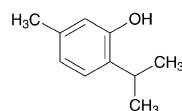
純度試験 異物 本品は葉の繊維及びその他の異物 3.0 % 以上を含まない。

灰分 7.0 % 以下。

酸不溶性灰分 2.5 % 以下。

## チモール

Thymol



$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$  : 150.22

2-Isopropyl-5-methylphenol [89-83-8]

本品は定量するとき、チモール ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$ ) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の塊で、芳香性においがあり、舌をやくような味がある。

本品は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けやすく、水に溶けにくい。

本品は水に入れると沈み、加温すると融解して水面に浮く。

#### 確認試験

(1) 本品の酢酸 (100) 溶液 (1 → 300) 1 mL に、硫酸 6 滴及び硝酸 1 滴を加えるとき、液は反射光で青緑色、透過光で赤紫色を呈する。

(2) 本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 5 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、数分間加熱を続けるとき、液は徐々に淡黄赤色を呈し、これを室温に放置するとき、暗黄褐色となる。この液にクロロホルム 2 ~ 3 滴を加えて振り混ぜるとき、液は次第に紫色を呈する。

(3) 本品に等量のカンフル又はメントールを加えてすり混ぜるとき、液化する。

融点 49 ~ 51 °C

#### 純度試験

(1) 不揮発性残留物 本品 2.0 g を水浴上で加熱して揮散し、残留物を 105 °C で 2 時間乾燥するとき、その量は 1.0 mg 以下である。

(2) 他のフェノール類 本品 1.0 g に湯湯 20 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は緑色を呈しても、青色~紫色を呈しない。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 50 mL 及び希硫酸 20 mL を加え、氷水中で 30 分間冷却する。次に 0.05 mol/L 臭素液 20 mL を正確に加え、直ちに密栓して暗所で時々振り混ぜながら氷水中に 30 分間放置した後、ヨウ化カリウム試液 14 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え、密栓して激しく振り混ぜ、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示薬：デンプン試液 3 mL）。ただし、滴定の終点近くでは密栓して激しく振り混ぜ、終点はクロロホルム層の青色が消えるときとする。同