

とし、この液につき、層長 100 mm で測定する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を熱湯 10 mL に溶かすとき、液は無色又はほとんど無色透明である。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 400 nm における吸光度は 0.04 以下である。
- (2) 酸又はアルカリ 本品 6 g を新たに煮沸し冷却した水 25 mL に加熱して溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 0.3 mL を加えるとき、液は無色である。この液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。
- (3) 重金属 本品 4.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (5 ppm 以下)。
- (4) 光吸収物質 本品 1.0 g をとり、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 210 ~ 220 nm における吸光度は 0.25 以下、270 ~ 300 nm における吸光度は 0.07 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 80 °C, 2 時間)。

水分 1.0 % 以下 (1 g, 直接滴定、ただし、水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用ホルムアミド混液 (2 : 1) を用いる)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 100 以下で、真菌 (かび及び酵母) 数は 50 以下である。またサルモネラ及び大腸菌は認めない。

異性体比 本品 100 μg を約 3 mL のガスクロマトグラフ用栓付き反応バイアルにとり、ピリジン/トリメチルシリルイミダゾール/ジメチルスルホキシド混液 (117 : 44 : 39) 225 μL を加え、栓をしてよく振り混ぜた後、20 分間放置し、試料溶液とする。試料溶液 2 μL 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。液の α-乳糖のピーク面積 A_a 及び β-乳糖のピーク面積 A_b を測定し、本品中の β-乳糖の含有率 (%) を次式により計算する。

$$\beta\text{-乳糖の含有率}(\%) = \frac{A_b}{A_a + A_b} \times 100$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

試料導入部：約 275 °C

カラム：内径約 4 mm、長さ約 0.9 m のガラスカラムにガスクロマトグラフ用 25 % フェニル-25 % シアノプロピル-メチルシリコーンポリマーをガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：215 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分約 40 mL の一定流量

カラムの選定：α-乳糖・β-乳糖混合物 (1 : 1) 100 μg につき、試料溶液と同様に操作し、その 2 μL につき、上記の操作条件で操作するとき、β-乳糖に対する α-乳糖の相対保持時間比は約 0.7 で、その分離度が 3.0 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

ニンジン

Ginseng

GINSENG RADIX

人参

本品はオタネニンジン *Panax ginseng* C. A. Meyer (*Panax schinseng* Nees) (*Araliaceae*) の細根を除いた根又はこれを軽く湯通ししたものである。

性状 本品は細長い円柱形〜紡錘形を呈し、しばしばなかほどから 2 ~ 5 本の側根を分枝し、長さ 5 ~ 20 cm、主根は径 0.5 ~ 3 cm、外面は淡黄褐色〜淡灰褐色を呈し、縦じわ及び細根の跡がある。根頭部はややくびれて短い根茎を付けることがある。折面はほぼ平らで、淡黄褐色を呈し、形成層の付近は褐色である。

本品は特異なおいがあり、味は初めわずかに甘く、後にやや苦い。

確認試験

(1) 本品の切面に希ヨウ素試液を滴加するとき、暗青色を呈する。

(2) 本品の粉末 2.0 g にメタノール 20 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 15 分間穏やかに煮沸し、冷後、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ギンセノシド R_g 1 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 10 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。次にクロロホルム/メタノール/水混液 (13 : 7 : 2) の下層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。

純度試験

(1) 異物 本品は茎及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない。

(2) 重金属 本品の粉末 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (15 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品の粉末 1.0 g をとり、第 4 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

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

本品の粉末約5gを精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、生薬純度試験用アセトン/水混液(5:2)30mL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、生薬純度試験用アセトン/水混液(5:2)30mL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℃以下で濃縮する。濃縮液を塩化ナトリウム試液100mLを入れた分液漏斗に移し、生薬純度試験用ヘキサン50mLを加えて5分間振り混ぜて抽出する。水層は生薬純度試験用ヘキサン50mLを用いて再度この操作を行う。ヘキサン層を合わせ、塩化ナトリウム試液50mLを入れた分液漏斗に移し、5分間振り混ぜる。ヘキサン層をとり、無水硫酸ナトリウム30gで乾燥後、ろ過する。ろ紙上の残留物を生薬純度試験用ヘキサン20mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、減圧、40℃以下で濃縮して約5mLとする。減圧、濃縮して得た液をクロマトグラフ柱に入れ、生薬純度試験用ヘキサン/生薬純度試験用ジエチルエーテル混液(17:3)300mLを用いて1分間に5mL以下の速度で流出する。全流出液を減圧、40℃以下で濃縮し、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に5mLとし、試料溶液とする。別にα-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC、o,p'-DDT、p,p'-DDT、p,p'-DDD、p,p'-DDE、それぞれ約0.01gを精密に量り、生薬純度試験用アセトン5mLに溶かし、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとする。更にこの液1mLを正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1μL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α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-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α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-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0.2ppm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:本品の粉末の採取量(g)

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

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

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0.3mm、長さ約30m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%シアノプロピル-7%フェニル-メチルシリコーンポリマーを0.25~1.0μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度:注入後、2分間60℃に保ち、その後、200℃まで毎分10℃で昇温し、次いで260℃まで毎分2℃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1μL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 4.2%以下

エキス含量 希エタノールエキス 14.0%以上