

ブクリョウ

Poria Sclerotium

PORIA

茯苓

本品はマツホド *Poria cocos* Wolf (*Polyporaceae*) の菌核で、通例、外層をほとんど除いたものである。

性状 本品は塊状を呈し、径約 10 ~ 30 cm、重さ 0.1 ~ 2 kg に達し、通例、その破片又は切片からなる。白色又はわずかに淡赤色を帯びた白色である。外層が残存するものは暗褐色~暗赤褐色で、きめがあらく、裂け目がある。質は堅いが砕きやすい。

本品はほとんどにおいがなく、味はないがやや粘液ようである。

確認試験

(1) 本品の粉末 1 g にアセトン 5 mL を加え、水浴上で振り混ぜながら 2 分間加温した後、ろ過する。ろ液を蒸発乾固し、残留物を無水酢酸 0.5 mL に溶かし、硫酸 1 滴を加えるとき、淡赤色を呈し、直ちに暗緑色に変わる。

(2) 本品の断面又は粉末にヨウ素試液 1 滴を加えるとき、濃赤褐色を呈する。

灰分 1.0 % 以下。

ブクリョウ末

Powdered Poria Sclerotium

PORIA PULVERATUM

茯苓末

本品は「ブクリョウ」を粉末としたものである。

性状 本品は白色~灰白色を呈し、ほとんどにおいはなく、味はないがやや粘液ようである。

本品を鏡検するとき、無色透明で光線を強く屈折する菌糸、顆粒体及び粘液板からなる偽組織の破片を認める。菌糸は細いものと太いものの 2 種があり、細いものは径 2 ~ 4 μm 、太いものは通例 10 ~ 20 μm で、30 μm に達するものもある。

確認試験

(1) 本品 1 g にアセトン 5 mL を加え、水浴上で振り混ぜながら 2 分間加温した後、ろ過する。ろ液を蒸発乾固し、残留物を無水酢酸 0.5 mL に溶かし、硫酸 1 滴を加えるとき、淡赤色を呈し、直ちに暗緑色に変わる。

(2) 本品にヨウ素試液 1 滴を加えるとき、濃赤褐色を呈する。

純度試験 異物 本品を鏡検するとき、でんぶん粒を認めない。

灰分 1.0 % 以下。

ブドウ酒

Wine

本品はブドウ *Vitis vinifera* Linné (*Vitaceae*) 又はその他の品変種の果実を発酵して得た果実酒である。

本品は定量するとき、エタノール ($\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$: 46.07) 11 vol% 以上、14 vol% 未満 (比重による) 及び酒石酸 ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$: 150.09) 0.10 ~ 0.40 w/v% を含む。

本品は合成甘味料及び合成着色料を含まない。

性状 本品は淡黄色又は帯赤紫色~赤紫色の液で、特異な芳香があり、味はわずかに渋く、やや刺激性である。

比重 d_{20}^{20} : 0.990 ~ 1.010

旋光度 本品 160 mL を加熱して沸騰したとき、水酸化カリウム試液を加えて中性とした後、水浴上で加熱濃縮して 80 mL とする。冷後、水を加えて 160 mL とし、次酢酸鉛試液 16 mL を加え、よく振り混ぜてろ過する。ろ液 100 mL に硫酸ナトリウム飽和溶液 10 mL を加え、よく振り混ぜてろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 20 mL を 24 時間放置した後、活性炭 0.5 g を加えて振り混ぜ、密栓して 10 分間放置してろ過する。ろ液につき、層長 200 mm で旋光度を測定する。この旋光度に 1.21 を乗じて本品の旋光度とするとき、 $-0.3 \sim +0.3^\circ$ である。

純度試験

(1) 総酸〔酒石酸 ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$) として〕 本品 10 mL を正確に量り、新たに煮沸して冷却した水 250 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 1 mL)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 7.504 mg $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$

総酸の量は 0.40 ~ 0.80 w/v% である。

(2) 揮発酸〔酢酸 ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$: 60.05) として〕 本品 100 mL をビーカーにとり、(1) の試験に要した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量に 1 mL を加えた容量の 1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えてアルカリ性とし、50 mL となるまで水浴上で加熱濃縮する。冷後、水を加えて全量を 100 mL とし、これをあらかじめ塩化ナトリウム 100 g を加えた 1000 mL の蒸留フラスコに入れ、次に水 100 mL でビーカーを洗い、洗液は蒸留フラスコに合わせる。これに L-酒石酸溶液 (3 → 20) 5 mL を加え、蒸留フラスコ中の液量が増減しないように注意して 45 分間で留液 450 mL を得るまで水蒸気蒸留を行う。留液に水を加えて正確に 500 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 250 mL をとり、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 5 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

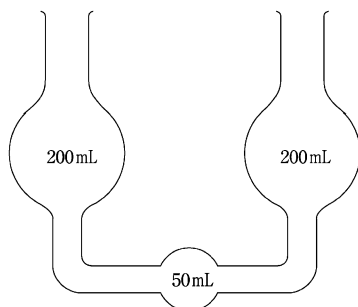
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 6.005 mg $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$

揮発酸の量は 0.15 w/v% 以下である。

(3) 二酸化イオウ 750 mL の丸底フラスコに 2 孔のある栓をし、その 1 孔にはフラスコの底部にほとんど達するガラス管 A を、他の 1 孔にはフラスコの首のところで終わるガラス管 B を挿入する。B 管はリービッヒ冷却管に連結し、冷却器の先端は下端の内径 5 mm の接続管に、接続管の他端はゴム栓に穴をあけて図のような球付き U 字管に

連結する。A 管から過マンガン酸カリウム溶液 (3 → 100) で洗った二酸化炭素を通じ、装置内の空気を置換した後、U 字管に、新たに製した薄めたデンプン試液 (1 → 5) 50 mL 及びヨウ化カリウム 1 g を加え、U 字管の他端からビュレットを用い、0.01 mol/L ヨウ素液 1 ~ 2 滴を加える。二酸化炭素を通じながら蒸留フラスコの栓を少し開き、本品 25 mL を正確に量って加え、更に新たに煮沸して冷却した水 180 mL、タンニン酸 0.2 g 及びリン酸 30 mL を加え、栓を閉じ、更に二酸化炭素を 15 分間通じた後、蒸留フラスコを注意して加熱し、1 分間に留液 40 ~ 50 滴を得るような速度で蒸留する。このとき、U 字管のデンプン試液が脱色したときは、ビュレットから 0.01 mol/L ヨウ素液を滴加し、デンプン試液の呈色が淡青色〜青色を常に保つようにする。留液が蒸留し始めてから正確に 60 分間経過したときの 0.01 mol/L ヨウ素液の消費量を読みとる。ただし、0.01 mol/L ヨウ素液 1 滴によるデンプン試液の呈色は 1 分間以上持続するものとする。

0.01 mol/L ヨウ素液 1 mL = 0.6406 mg SO₂



二酸化イオウ (SO₂: 64.06) の量は 7.5 mg 以下である。

(4) 総硫酸 本品 10 mL をビーカーにとり、加熱して沸騰させ、塩化バリウム二水合物 5.608 g 及び塩酸 50 mL に水を加えて 1000 mL とした液 50 mL を加え、ふたをし、蒸発する水を補いながら水浴上で 2 時間加熱し、冷後、遠心分離して上澄液を別のビーカーに傾斜し、この液に希硫酸 1 ~ 2 滴を加え、1 時間放置するとき、白色の沈殿を生じる。

(5) ヒ素 本品 10 mL を水浴上で蒸発乾固した後、残留物につき、第 3 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 (0.2 ppm 以下)。

(6) グリセリン 本品 100 mL を正確に量り、150 mL の磁製皿に入れ、水浴上で加熱濃縮して 10 mL とし、海砂 (1 号) 1 g を加えて混ぜ、水酸化カルシウム 4 g に水 6 mL を加えた混合物を加えて強アルカリ性とし、絶えずかき混ぜて皿の内側に生じる付着物をはがしながら水浴上で蒸発し、軟塊とする。冷後、エタノール (99.5) 5 mL を加えてすり混ぜ、かゆ状とする。これを水浴上で加熱し、かき混ぜながらエタノール (99.5) 10 ~ 12 mL を加え、加熱して沸騰させ、100 mL のメスフラスコに移し、熱エタノール (99.5) 10 mL で 7 回洗い、洗液はメスフラスコに加え、冷後、更にエタノール (99.5) を加えて正確に 100 mL とし、乾燥ろ紙を用いてろ過する。ろ液 90 mL をとり、水浴上で沸騰しないように加熱して蒸発し、残留物をエタノール

(99.5) 少量に溶かし、50 mL の共栓メスシリンダーに入れ、エタノール (99.5) 少量で数回洗い、洗液をフラスコに加えて 15 mL とする。これに無水ジエチルエーテル 7.5 mL ずつを 3 回加え、毎回強く振り混ぜて放置し、液が全く澄明となったとき、平たいはかり瓶に注入する。メスシリンダーは無水ジエチルエーテル/エタノール (99.5) 混液 (3 : 2) 5 mL で洗い、洗液ははかり瓶に移し、水浴上で注意して加熱して蒸発し、液が粘稠となったとき、105 °C で 1 時間乾燥し、デシケーター (シリカゲル) で放冷し、質量を量る。その量は 0.45 ~ 0.90 g である。

(7) 還元糖 旋光度の試料溶液 25 mL を正確に量り、沸騰フェーリング試液 50 mL に加え、更に正確に 2 分間煮沸する。析出した沈殿を質量既知の石綿ろ過管を用いて吸引ろ取し、熱湯、エタノール (95) 及びジエチルエーテルで順次洗い、更に吸引しながら乾燥した後、ろ過管を初め弱く、次に強く加熱し、沈殿が全く黒色になったとき、デシケーター (シリカゲル) で放冷し、質量を量り、酸化第二銅の量とする。その量は 0.325 g 以下である。

(8) ショ糖 旋光度の試料溶液 50 mL をとり、100 mL のフラスコに入れ、薄めた塩酸 (1 → 30) を加えて中性とし、更に薄めた塩酸 (1 → 30) 5 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水酸化カリウム溶液 (1 → 100) を加えて中性とし、炭酸ナトリウム試液 4 滴を加え、100 mL のメスフラスコにろ過し、水で洗い、ろ液、洗液及び水を加えて 100 mL とする。この液 25 mL をとり、沸騰フェーリング試液 50 mL に加え、以下 (7) と同様に操作して質量を量り、酸化第二銅の量とする。この酸化第二銅の量 (g) に 2 を乗じた数から (7) の酸化第二銅の量 (g) を減じ、これに 1.2 を乗じた数は 0.104 (g) 以下である。

(9) 安息香酸、ケイヒ酸又はサリチル酸 (2) の試料溶液 50 mL を正確に量り、分液漏斗に入れ、塩化ナトリウム 10 g 及び希塩酸 2 mL を加えた後、ジエチルエーテル 10 mL ずつで 3 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水 5 mL ずつで 2 回洗い、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL ずつで 3 回抽出する。アルカリ抽出液を合わせ、水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発し、冷後、1 mol/L 塩酸で中和した後、塩化カリウム・塩酸緩衝液 5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 220 ~ 340 nm における吸光度は 0.15 以下である。

(10) ホウ酸 本品 50 mL を磁製皿にとり、これに炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、強熱する。残留物の半量はホウ酸塩の定性反応 (1) を呈しない。また、残りの半量を塩酸 5 mL に溶かすとき、液はホウ酸塩の定性反応 (2) を呈しない。

(11) メタノール アルコール数測定法の第 1 法により操作して得たエタノール層 1 mL を正確に量り、メタノール試験法により試験を行うとき、これに適合する。ただし、炭酸カルシウム 0.5 g を加えて振り混ぜ、水を加えないで蒸留する。

(12) ホルムアルデヒド 本品 25 mL に塩化ナトリウム 5 g 及び L-酒石酸 0.2 g を加えて蒸留し、留液 15 mL を得る。留液 5 mL にアセチルアセトン試液 5 mL を混和し、

水浴中で 10 分間加熱するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：留液の代わりに水 5 mL を用い、以下同様に操作する。

エキス含量 1.9 ~ 3.5 w/v%。本品 25 mL を、105°C で 2.5 時間乾燥した海砂（1 号）10 g の入った質量既知の 200 mL のビーカーに正確に量り、水浴上で蒸発乾固し、105°C で 2 時間乾燥し、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、質量を量る。

灰分 0.13 ~ 0.40 w/v%。本品 50 mL を正確に量り、質量既知の磁製皿に入れ、水浴上で蒸発乾固し、更に恒量になるまで強熱し、冷後、質量を量る。

定量法

(1) エタノール 本品を 15°C において 100 mL のメスフラスコに正確に量り、300 ~ 500 mL のフラスコに移し、このメスフラスコを水 15 mL ずつで 2 回洗い、洗液をフラスコの試料に加え、フラスコにしぶき止めの付いた蒸留管を連結し、受器にはそのメスフラスコを用い、蒸留する。留液約 80 mL（所要時間は 20 分前後）を得たとき、蒸留を止め、15°C の水中に 30 分間放置した後、15°C で水を加えて正確に 100 mL とし、よく振り混ぜた後、比重及び密度測定法第 3 法により、15°C における比重を測定するとき、比重 d_{15}^{15} は 0.982 ~ 0.985 である。

(2) 酒石酸 本品 100 mL を正確に量り、酢酸（100）2 mL、酢酸カリウム溶液（1 → 5）0.5 mL 及び塩化カリウムの粉末 15 g を加え、激しくかき混ぜてできるだけ溶かした後、エタノール（95）10 mL を加え、1 分間ビーカーの内壁を強くこすり、結晶を析出させ、0 ~ 5°C に 15 時間以上放置する。結晶を吸引ろ取し、塩化カリウムの粉末 15 g を薄めたエタノール（1 → 6）120 mL に溶かした溶液 3 mL でビーカー及び結晶を順次洗う。この操作を 5 回繰り返し、結晶をろ紙と共に先のビーカーに移し、ろ過器を熱湯 50 mL で洗い、洗液をビーカーに合わせ、加熱して結晶を溶かし、直ちに 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 1 mL）。滴定数（mL）に 0.75 を加えて 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）とする。

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 30.017 mg $C_4H_6O_6$

貯法 容器 気密容器。

プロテイン銀

Silver Protein

本品は銀及びたん白質の化合物で、定量するとき、銀（Ag：107.87）7.5 ~ 8.5 % を含む。

性状 本品はうすい黄褐色～褐色の粉末で、においはない。

本品 1 g は水 2 mL に徐々に溶け、エタノール（95）、ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 7.0 ~ 8.5 である。

本品はやや吸湿性である。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に希塩酸 2 mL を加え、5 分間しばしば振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えた後、薄めた硫酸銅（II）試液（2 → 25）2 mL を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に塩化鉄（III）試液を滴加するとき、液は退色し、徐々に沈殿を生じる。

(3) 本品 0.2 g 強熱して灰化し、残留物に硝酸 1 mL を加え、加熱して溶かし、水 10 mL を加えた液は、銀塩の定性反応（1）を呈する。

純度試験 銀塩 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし、ろ過した液にクロム酸カリウム試液 1 mL を加えるとき、液は混濁しない。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、100 mL の分解フラスコにとり、硫酸 10 mL を加え、漏斗をのせ、5 分間煮沸する。冷後、硝酸 3 mL を注意して滴加し、30 分間煮沸を避けて加熱する。冷後、硝酸 1 mL を加えて煮沸し、必要ならばこの操作を繰り返し、液が冷時、無色となるまで煮沸する。冷後、この液を水 100 mL を用いて 250 mL の三角フラスコに移し、0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（III）試液 3 mL）。

$$0.1 \text{ mol/L チオシアン酸アンモニウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 10.787 \text{ mg Ag}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

プロテイン銀液

Silver Protein Solution

本品は定量するとき、銀（Ag：107.87）0.22 ~ 0.26 w/v% を含む。

製法

プロテイン銀	30 g
グリセリン	100 mL
ハッカ水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、溶解混和して製する。

性状 本品は褐色澄明の液で、ハッカ油のにおいがある。

確認試験

(1) 本品 1 mL にエタノール（95）10 mL を混和した後、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、直ちに塩化銅（II）二水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）1 mL を加え、振り混ぜてろ過するとき、ろ液は青色を呈する（グリセリン）。

(2) 本品 3 mL をとり、水を加えて 10 mL とし、これに希塩酸 2 mL を加え、5 分間しばしば振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えた後、薄めた硫酸銅（II）試液（2 → 25）2 mL を加えるとき、液は紫色を呈する（プロテイン銀）。