

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、加温して溶かし、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)。

(3) (2)の試料溶液 5 mL に塩化鉄(Ⅲ)試液を滴加するとき、褐色の沈殿を生じる(プロテイン銀)。

(4) 本品 3 mL をるつぼに入れ、注意して加熱し、ほとんど乾固した後、徐々に強熱して灰化し、残留物に硝酸 1 mL を加え、加温して溶かし、水 10 mL を加えた液は銀塩の定性反応(1)を呈する。

定量法 本品 25 mL を正確に量り、250 mL のケルダールフラスコに入れ、グリセリンの白煙を生じるまで注意して加熱する。冷後、硫酸 25 mL を加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、5 分間弱く加熱する。冷後、硝酸 5 mL を徐々に滴加し、水浴中で時々振り混ぜながら 45 分間加熱する。冷後、硝酸 2 mL を加えて静かに煮沸し、冷時、液が無色となるまでこの操作を繰り返す。注意してフラスコの内容物を水 250 mL で 500 mL の三角フラスコに洗い込み、5 分間弱く煮沸し、冷後、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)。

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

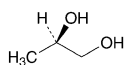
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

プロピレングリコール

Propylene Glycol



及び鏡像異性体

$C_3H_8O_2$: 76.09

(*RS*)-Propane-1,2-diol [57-55-6]

性状 本品は無色澄明の粘稠性のある液で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水、メタノール、エタノール(95)又はピリジンと混和する。

本品はジエチルエーテルに溶けやすい。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 2 ~ 3 滴にトリフェニルクロロメタン 0.7 g を混和し、ピリジン 1 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間加熱する。冷後、アセトン 20 mL を加え、加温して溶かし、活性炭 0.02 g を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液が約 10 mL となるまで濃縮し、冷却する。析出した結晶をろ取し、デシケーター(シリカゲル)で 4 時間乾燥するとき、その融点は 174 ~ 178 °C である。

(2) 本品 1 mL に硫酸水素カリウム 0.5 g を加え、穏やかに加熱するとき、特異なにおいを発する。

比重 d_{20}^{20} : 1.035 ~ 1.040

純度試験

(1) 酸 本品 10.0 mL に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を混和し、フェノールフタレイン試液 5 滴及び 0.1

mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき、液は赤色である。

(2) 塩化物 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える(0.007 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 10.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える(0.002 % 以下)。

(4) 重金属 本品 5.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える(5 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 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)。

(6) グリセリン 本品 1.0 g を硫酸水素カリウム 0.5 g に加え、加熱して蒸発乾固するとき、アクロレインのにおいを発しない。

水分 0.5 % 以下(2 g, 直接滴定)。

強熱残分 本品約 20 g を質量既知のるつぼに入れ、その質量を精密に量り、加熱して沸騰させ、加熱をやめ、直ちに点火して燃やし、冷後、残留物を硫酸 0.2 mL で潤し、恒量になるまで注意して強熱するとき、残留物の量は 0.005 % 以下である。

蒸留試験 184 ~ 189 °C, 95 vol% 以上。

貯法 容器 気密容器。

ベラドンナコン

Belladonna Root

BELLADONNAE RADIX

ベラドンナ根

本品は *Atropa belladonna* Linné (*Solanaceae*) の根である。

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$: 289.37) 0.4 % 以上を含む。

性状 本品は円柱形を呈し、通例、長さ 10 ~ 30 cm, 径 0.5 ~ 4 cm, しばしば横切又は縦割されている。外面は灰褐色~灰黄褐色を呈し、縦じわがある。周皮はしばしば除いてある。折面は淡黄色~淡黄褐色を呈し、粉性である。

本品はほとんどにおいがなく、味は苦い。

確認試験 本品の粉末 2.0 g を共栓遠心沈殿管に入れ、アンモニア試液 30 mL を加え、5 分間超音波を照射した後、遠心分離する。上澄液を分液漏斗にとり、酢酸エチル 40 mL を加えて振り混ぜる。酢酸エチル層を分取し、無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、液が澄明となった後、ろ過する。ろ液をとり、減圧下で酢酸エチルを留去し、残留物をエタノール(95) 1 mL に溶かし、試料溶液とする。別に硫酸アトロピン標準品 2 mg をエタノール(95) 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 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スポットする。次にアセトン/水/アンモニア水(28)混液(90 : 7 : 3)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 °C で 10 分間乾燥する。冷後、これに噴霧用ドラゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得