

(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)。

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

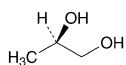
#### 貯法

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  $\mu$ 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、これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得

た主スポットは標準溶液から得た黄赤色のスポットと色調及び  $R_f$  値が等しい。

#### 純度試験

(1) 茎及び根頭部 本品は残茎及び根頭部 10.0 % 以上を含まない。

(2) 異物 本品は茎及び根頭部以外の異物 2.0 % 以上を含まない。

灰分 6.0 % 以下。

酸不溶性灰分 4.0 % 以下。

定量法 本品の粉末を 60 °C で 8 時間乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、アンモニア試液 15 mL を加えて潤す。これにジエチルエーテル 25 mL を加え、密栓して 15 分間振り混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を分取する。残留物はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて、更にこの操作を 2 回行う。全抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去する。残留物を移動相 5 mL に溶かし、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 25 mL とする。この液を孔径 0.8  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 2 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に硫酸アトロピン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）約 0.025 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 25 mL とし、標準原液とする。標準原液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu\text{L}$  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。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するヒヨスチアミン（アトロピン）のピーク面積の比  $Q_r$  及び  $Q_s$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ヒヨスチアミン (C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した硫酸アトロピン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_r}{Q_s} \times \frac{1}{5} \times 0.8551 \end{aligned}$$

内標準溶液 プルシン二水和物の移動相溶液 (1 → 2500)

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  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：20 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 900 mL に溶かし、トリエチルアミン 10 mL を加え、リン酸で pH 3.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とした液/アセトニトリル混液 (9 : 1)

流量：アトロピンの保持時間が約 14 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、アトロピン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

## ベラドンナエキス

Belladonna Extract

本品は定量するとき、ヒヨスチアミン (C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub> :

289.37) 0.85 ~ 1.05 % を含む。

製法 「ベラドンナコン」の粗末 1000 g をとり、35 vol% エタノール 4000 mL を加え、3 日間冷浸後、压榨し、その残留物に 35 vol% エタノール 2000 mL を注ぎ、更に 2 日間冷浸した後、前後の浸液を合わせ、2 日間放置した後、ろ過し、以下エキス剤の製法により軟エキスとする。ただし、35 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる。

性状 本品は暗褐色で、特異なおいがあり、味は苦い。

確認試験 本品 0.5 g にアンモニア試液 30 mL を加えてかき混ぜた後、分液漏斗に移し、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。以下「ベラドンナコン」の確認試験を準用する。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、アンモニア試液 15 mL を加えて振り混ぜる。これにジエチルエーテル 25 mL を加え、密栓して 15 分間振り混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を分取する。水層はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて、更にこの操作を 2 回行う。全抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去する。残留物を移動相 5 mL に溶かし、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に移動相を加えて正確に 25 mL とする。以下「ベラドンナコン」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{ヒヨスチアミン (C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した硫酸アトロピン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_r}{Q_s} \times \frac{1}{5} \times 0.8551 \end{aligned}$$

内標準溶液 プルシン二水和物の移動相溶液 (1 → 2500)

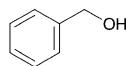
#### 貯法

保存条件 遮光して、冷所に保存する。

容器 気密容器。

## ベンジルアルコール

Benzyl Alcohol



C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>O : 108.14

Benzyl alcohol [100-51-6]

本品は定量するとき、ベンジルアルコール (C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>O) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色澄明の液で、においはないか、又はわずかに芳香があり、味は刺激性で舌をやくようである。

本品はエタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

本品は水にやや溶けやすい。

本品は空気及び光によって徐々に変化し、水に対する溶解性が減少する。