

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 μm 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 μL 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 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：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 μL 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 (C₁₇H₂₃NO₃ :

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)

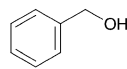
貯法

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



C₇H₈O : 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 (C₇H₈O) 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。

確認試験 本品 1 mL を過マンガン酸カリウム試液 (1 → 20) 5 mL に加え、希硫酸 2 mL を加えて 2 分間振り混ぜ、更にクロロホルム 20 mL を加えて振り混ぜた後、クロロホルム層をとり、これを水浴上で蒸発するとき、残留物はベンズアルデヒドのにおいを発する。この残留物を無アルデヒドエタノール 5 mL に溶かし、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

屈折率 n_D^{20} : 1.538 ~ 1.541

比重 d_4^{20} : 1.043 ~ 1.053

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 mL を水 40 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 10 mL に中和エタノール 10 mL, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) ベンズアルデヒド 本品 1.0 mL に水を加えて 100 mL とし、その 10.0 mL をネスラー管にとり、水を加えて 25 mL とし、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加えて混和し、5 分間放置するとき、濁り及び浮遊物を認めない。

(4) 塩素化合物 炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈しない。ただし、本品 2 滴を用いる。

強熱残分 0.005 % 以下 (20 g, 蒸発後)。

蒸留試験 202.5 ~ 206.5 °C, 96.0 vol% 以上。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、ピリジン/無水酢酸混液 (17 : 3) 10 mL を正確に加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、水 25 mL を加え、過量の酢酸を 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 2 滴)。同様の方法で空試験を行う。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 108.14 mg C_7H_5O

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ベントナイト

Bentonite

本品は天然に産するコロイド性含水ケイ酸アルミニウムである。

性状 本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末で、においはなく、味はわずかに土ようである。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水に入れると膨潤する。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に薄めた硫酸 (1 → 3) 3 mL を加え、白煙が発生するまで加熱し、冷後、水 20 mL を加えてろ過し、ろ液 5 mL にアンモニア試液 3 mL を加えるとき、白色ゲル状の沈殿を生じる。これにアリザリンレッド S 試液 5 滴を加えるとき、赤色に変わる。

(2) (1) の残留物を水で洗い、メチレンブルー溶液 (1

→ 10000) 2 mL を加え、次に水で洗うとき、残留物は青色を呈する。

pH 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、振り混ぜて懸濁した液の pH は 9.0 ~ 10.5 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.5 g に水 80 mL 及び塩酸 5 mL を加え、20 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し、冷後、遠心分離し、上澄液をとり、沈殿を水 10 mL ずつで 2 回洗い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、アンモニア水 (28) を滴加し、沈殿がわずかに生じたとき、強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす。この液に塩酸ヒドロキシアニモニウム 0.45 g を加えて加熱し、冷後、酢酸ナトリウム三水和物 0.45 g, 希酢酸 6 mL 及び水を加えて 150 mL とする。この液 50 mL をとり、これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.5 mL に塩酸ヒドロキシアニモニウム 0.15 g, 酢酸ナトリウム三水和物 0.15 g, 希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (50 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g に希塩酸 5 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却した後、遠心分離する。残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ、遠心分離する。更に水 10 mL を加え、同様に操作し、全抽出液を合わせ、水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 異物 本品 2.0 g を乳鉢に入れ、水 20 mL を加えて膨潤させ、乳棒で均等に分散させた後、水を加えて 100 mL とする。この分散液を 200 号 (75 μ m) ふるいを通し、水で洗い、ふるい目の上を指でこするとき、砂を感じない。

乾燥減量 5.0 ~ 10.0 % (2 g, 105 °C, 2 時間)。

ゲル形成力 本品 6.0 g を酸化マグネシウム 0.30 g と混ぜ、水 200 mL を入れた 500 mL の共栓シリンダーに数回に分けて加え、1 時間揺り動かし、その懸濁液 100 mL を 100 mL のメスシリンダーに移し、24 時間放置するとき、上層に分離する澄明液は 2 mL 以下である。

膨潤力 本品 2.0 g をとり、水 100 mL を入れた 100 mL のメスシリンダーに 10 回に分けて加える。ただし、先に加えた試料がほとんど沈着した後、次の試料を加える。これを 24 時間放置するとき、器底の塊の見かけの容積は 20 mL の目盛り以上である。

貯法 容器 密閉容器。

ボウイ

Sinomenium Stem

SINOMENI CAULIS ET RHIZOMA

防已

本品はオオツツラフジ *Sinomenium acutum* Rehder et Wilson (*Menispermaceae*) のつる性の茎及び根茎である。

性状 本品は円形又はだ円形の切片で、厚さ 0.2 ~ 0.4 cm, 径 1 ~ 4.5 cm である。両切面の皮部は淡褐色～暗褐色を呈し、木部は灰褐色の道管部と暗褐色の放射組織とが交互に放射状に配列する。側面は暗灰色で、縦みぞといぼ状突起がある。