

検出感度：標準溶液 50 μL から得た 1-ピニル-2-ピロリドンのピーク高さが 10 ~ 15 mm になるように調整する。

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、1-ピニル-2-ピロリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2 % 以下である。

プレカラムの洗浄：試料溶液を試験した後、移動相をプレカラムに上記の流量で約 30 分間、試験操作と逆の方向に流し、試料を溶出させて洗浄する。

(5) 過酸化水素 本品の換算した脱水物 4.0 g に対応する量を正確に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 25 mL に塩化チタン(III)・硫酸試液 2 mL を加え 30 分間放置する。この液につき、試料溶液 25 mL に 13 % 硫酸 2 mL を加えた液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 405 nm における吸光度は 0.35 以下である(過酸化水素として 400 ppm 以下)。

(6) ヒドラジン 本品 2.5 g を容量 50 mL の遠心沈殿管に入れ、水 25 mL を加え、かき混ぜて溶かす。サリチルアルデヒドのメタノール溶液(1 → 20) 500 μL を加え、かき混ぜ、60 °C の水浴中で 15 分間加温する。冷後、トルエン 2.0 mL を加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜ、遠心分離し、上層のトルエン液を試料溶液とする。別にサリチルアルデヒド 0.09 g をトルエンに溶かし、正確に 100 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、トルエンを加えて正確に 100 mL とし、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ジメチルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した厚さ 0.25 mm の薄層板にスポットする。次に薄めたメタノール(2 → 3)を展開溶媒として薄層板の長さの約 $\frac{3}{4}$ の距離を展開した後、薄層板を風乾する。これに 365 nm の紫外線を照射するとき、標準溶液から得た蛍光スポットの R_f 値は約 0.3 で、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットの蛍光は標準溶液のそれよりも濃くない(1 ppm 以下)。

水分 5.0 % 以下(0.5 g, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

K 値 本品の換算した脱水物 1.00 g に対応する量を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、60 分間放置し、試料溶液とする。試料溶液及び水につき、25 °C で粘度測定法第 1 法により試験を行い、次式により K 値を求めるとき、表示 K 値の 90 ~ 108 % である。

$$K = \frac{1.5 \log \eta_{rel} - 1}{0.15 + 0.003 c} + \frac{\sqrt{300 c \log \eta_{rel} + (c + 1.5 c \log \eta_{rel})^2}}{0.15 c + 0.003 c^2}$$

c : 溶液 100 mL 中の換算した脱水物の質量 (g)

η_{rel} : 水の動粘度に対する試料溶液の動粘度の比

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、ケルダールフラスコに入れ、これに硫酸カリウム 33 g, 硫酸銅(II)五水和物 1 g 及び酸化チタン(IV) 1 g の混合物を粉末とし、その 5 g を加え、フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗

い込み、更にフラスコの内壁に沿って硫酸 7 mL を加える。フラスコを石綿上で加熱し、液が黄緑色澄明になり、フラスコの内壁に炭化物を認めなくなつてから更に 45 分間加熱を続ける。冷後、水 20 mL を注意しながら加えて冷却する。フラスコを、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。受器にはホウ酸溶液(1 → 25) 30 mL 及びプロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴を入れ、適量の水を加え、冷却器の下端をこの液に浸す、漏斗から水酸化ナトリウム溶液(2 → 5) 30 mL を加え、注意して水 10 mL で洗い込み、直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液 80 ~ 100 mL を得るまで蒸留する。冷却器の下端を液面から離し、少量の水でその部分で洗い込み 0.025 mol/L 硫酸で滴定する。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.025 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 0.7003 \text{ mg N}$$

貯法 容器 気密容器。

ホミカ

Nux Vomica

STRYCHNI SEMEN

本品は *Strychnos nux-vomica* Linné (*Loganiaceae*) の種子である。

本品を乾燥したものは定量するとき、ストリキニーネ ($\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$: 334.41) 1.07 % 以上を含む。

性状 本品は円板状で、しばしばわずかに屈曲し、径 1 ~ 3 cm, 厚さ 0.3 ~ 0.5 cm である。外面は淡灰黄緑色~淡灰褐色を呈し、中央部から周辺に向かう光沢のある伏毛で密に覆われる。両面の周辺及び中央部はやや隆起し、周辺の一点には点状の珠孔があり、片面の中心点との間に、しばしば隆起した線を現す。質は極めて堅い。水に浸して割ると、種皮は薄く、内部は淡灰黄色で角質の内乳 2 枚からなり、中央部は狭い空間となっている。内乳の内面の一端に、長さ約 0.7 cm の白色の胚がある。

本品にはおいがなく、味は極めて苦く、残留性である。

確認試験

(1) 本品の粉末 3 g にアンモニア試液 3 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え、時々振り混ぜながら 30 分間冷浸した後、ろ過し、ろ液を水浴上で加温してクロロホルムの大部分を留去する。これに薄めた硫酸(1 → 10) 5 mL を加え、よく振り混ぜながら、クロロホルムのおいなくなるまで水浴上で加温した後放冷し、脱脂綿を用いてろ過し、ろ液 1 mL に硝酸 2 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) (1) の残りのろ液に二クロム酸カリウム試液 1 mL を加え、1 時間放置するとき、黄赤色の沈殿を生じる。この沈殿をろ取し、水 1 mL で洗い、その一部をとり小試験管に入れ、水 1 mL を加え、加温して溶かし、冷後、硫酸 5 滴を器壁に沿って注意して滴加するとき、硫酸層は紫色となり、直ちに赤色~赤褐色に変わる。

灰分 3.0 % 以下。

定量法 本品の粉末を 60 °C で 8 時間乾燥し、その約 1.0

g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、アンモニア水 (28) 1 mL を加えて潤す。これにジエチルエーテル 20 mL を加え、密栓して 15 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物はジエチルエーテル 20 mL ずつを用いて、更にこの操作を 3 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 10 mL に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に移動相を加えて正確に 100 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。別に定量用硝酸ストリキニーネ (別途乾燥減量を測定しておく) 約 0.075 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 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ストリキニーネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を測定する。

ストリキニーネ ($\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$) の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算した定量用硝酸ストリキニーネの量 (mg)} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5} \times 0.8414$$

内標準溶液 バルビタールナトリウムの移動相溶液 (1 → 500)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (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：室温

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水に溶かし 1000 mL とした液/アセトニトリル/トリエチルアミン混液 (45 : 5 : 1) をリン酸で pH 3.0 に調整する。

流量：ストリキニーネの保持時間が約 17 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ストリキニーネの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

ホミカエキス

Nux Vomica Extract

本品は定量するとき、ストリキニーネ ($\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$: 334.41) 6.15 ~ 6.81 % を含む。

製法 「ホミカ」の粗末 1000 g をとり、ヘキサンで脱脂した後、「エタノール」750 mL、「酢酸」10 mL 及び「精製水」240 mL の混液を第 1 浸出剤とし、70 vol% エタノールを第 2 浸出剤として、パーコレーション法により浸出し、全浸液を合わせ、以下エキス剤の製法により乾燥エキスとして製する。ただし、70 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 本品は黄褐色～褐色の粉末で、弱いにおいがあり、味

は極めて苦い。

確認試験 本品約 0.5 g にアンモニア試液 0.5 mL 及びクロロホルム 10 mL を加え、時々振り混ぜて抽出し、クロロホルム抽出液をろ過し、ろ液を水浴上で加温してクロロホルムの大部分を留去する。以下「ホミカ」の確認試験を準用する。

定量法 本品約 0.2 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 20 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 20 mL ずつを用いて、更にこの操作を 3 回行う。全抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテル層を留去する。残留物を移動相 10 mL に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に移動相を加えて正確に 100 mL とする。以下「ホミカ」の定量法を準用する。

ストリキニーネ ($\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$) の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算した定量用硝酸ストリキニーネの量 (mg)} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5} \times 0.8414$$

内標準溶液 バルビタールナトリウムの移動相溶液 (1 → 500)

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ホミカエキス散

Nux Vomica Extract Powder

本品は定量するとき、ストリキニーネ ($\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$: 334.41) 0.61 ~ 0.68 % を含む。

製法

ホミカエキス	100 g
デンプン、乳糖又はこれらの混合物	適量
全量	1000 g

「ホミカエキス」をとり、「精製水」100 mL を加え、加温しながらかき混ぜて軟化し、冷後、デンプン、「乳糖」又はこれらの混合物 800 g を少量ずつ加えてよく混和し、なるべく低温で乾燥し、更にその適量を加えて均質とし、粉末として製する。

性状 本品は黄褐色～灰褐色の粉末で、わずかに弱いにおいがあり、味は苦い。

確認試験

(1) 本品 3 g をとり、アンモニア試液 3 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え、時々振り混ぜながら 30 分間冷浸した後、ろ過し、ろ液を水浴上で加温してクロロホルムの大部分を留去する。これに薄めた硫酸 (1 → 10) 5 mL を加え、よく振り混ぜながら、クロロホルムのおいなくなるまで水浴上で加温した後に放冷し、脱脂綿を用いてろ過し、ろ液 1 mL に硝酸 2 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) (1) の残りのろ液に二クロム酸カリウム試液 1 mL を加え、1 時間放置するとき、黄赤色の沈殿を生じる。この沈殿をろ取し、水 1 mL で洗い、その一部をとり小試験管