

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  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{L}$  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  $\rightarrow$  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  $\mu\text{m}$  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：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  $\mu\text{L}$  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  $\rightarrow$  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  $\rightarrow$  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