

1 滴を加えるとき、液は赤色を呈する。更に 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき、液は黄色に変わる。

(3) 塩化物 本品 1.0 g に水 20 mL 及び希硝酸 12 mL を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とし、必要ならばろ過する。この液 50 mL を検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.018 % 以下)。

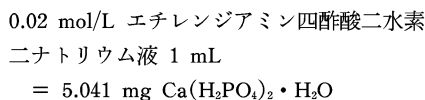
(4) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 20 mL 及び塩酸 1 mL を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とし、必要ならばろ過する。この液 50 mL を検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(5) 重金属 本品 0.65 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え、加温して溶かし、冷後、わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後、少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし、pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする (31 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし、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)。

乾燥減量 3.0 % 以下 (1 g, シリカゲル, 24 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、希塩酸 3 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え、水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.025 g)。同様の方法で空試験を行う。



貯法 容器 気密容器。

レンギョウ

Forsythia Fruit

FORSYTHIAE FRUCTUS

連翹

本品はレンギョウ *Forsythia suspensa* Vahl 又はシナレンギョウ *Forsythia viridissima* Lindley (*Oleaceae*) の果実である。

性状 本品はさく果で、卵円形～長卵円形を呈し、長さ 1.5～2.5 cm, 幅 0.5～1 cm である。先端はとがり、基部に果柄を残存するものがある。外面は淡褐色～暗褐色で淡灰色の小隆起点が散在し、2 本の縦みぞがある。縦みぞに沿って裂開したものは先端がそり返る。裂開した果皮の内面は黄褐色で、中央に隔壁がある。種子は細長い長円形で、長さ 0.5～0.7 cm, 通例、翼がある。

本品は弱いににおいがあり、味はない。

確認試験

(1) 本品の粉末 0.2 g に無水酢酸 2 mL を加えてよく振り混ぜ、2 分間放置した後、ろ過する。ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき、境界面は赤紫色を呈する。

(2) 本品の粉末 1 g にメタノール 10 mL を加え、水浴上で 2 分間加温した後、ろ過する。ろ液 5 mL にリボン状のマグネシウム 0.1 g 及び塩酸 1 mL を加えて放置するとき、液は淡赤色～黄赤色を呈する。

純度試験

(1) 小枝 本品は小枝 5.0 % 以上を含まない。

(2) 異物 本品は小枝以外の異物 1.0 % 以上を含まない。

灰分 5.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 10.0 % 以上。

ロジン

Rosin

RESINA PINI

コロホニウム

本品は *Pinus* 属諸種植物 (*Pinaceae*) の分泌物から精油を除いて得た樹脂である。

性状 本品は淡黄色～淡褐色、ガラスよう透明の砕きやすい塊で、その外面はしばしば黄色の粉末で覆われ、破砕面は貝がら状でつやがある。

本品は弱いににおいがあがる。

本品は融解しやすく、黄褐色の炎を発生して燃える。

本品はエタノール (95)、酢酸 (100) 又はジエチルエーテルに溶けやすい。

本品のエタノール (95) 溶液は酸性である。

酸価 150～177

灰分 0.1 % 以下。

ロートコン

Scopolia Rhizome

SCOPOLIAE RHIZOMA

本品はハシリドコロ *Scopolia japonica* Maximowicz, *Scopolia carniolica* Jacquin 又は *Scopolia parviflora* Nakai (*Solanaceae*) の根茎及び根である。

本品を乾燥したものは定量するとき、総アルカロイド〔ヒヨスチアミン ($\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3$: 289.37) 及びスコポラミン ($\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO}_4$: 303.35)] 0.29 % 以上を含む。

性状 本品は主として不規則に分枝する多少曲がった根茎からなり、長さ約 15 cm, 径 3 cm に達し、ときには縦割されている。外面は灰褐色でしわがあり、ところどころくびれて分節し、先端にはまれに残茎がある。各節の上面には茎の跡があり、側面及び下面には根又はその残茎がある。折面は粒状で灰白色～淡褐色を呈し皮部の色はやややすい。

本品は特異なにおいがあり、味は甘く、後にわずかに苦い。

本品の横切片を鏡検するとき、木部には放射組織間に木部内師管を伴う道管群が階段状に配列する。柔細胞中にはでんぷん粒、ときにシュウ酸カルシウムの砂晶を含む。

確認試験

(1) 本品の粉末 1 g にジエチルエーテル 10 mL 及びアンモニア試液 0.5 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、ろ過する。残留物をジエチルエーテル 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を分液漏斗に入れ、薄めた硫酸 (1 → 50) 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、酸抽出液を別の分液漏斗中に分取する。これにアンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし、ジエチルエーテル 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、ジエチルエーテル層を分取する。ジエチルエーテル液を磁製皿に入れ、水浴上で蒸発した後、残留物に発煙硝酸 5 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物を *N,N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5~6 滴を加えるとき、液は赤紫色~紫色を呈する。

(2) 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 及び臭化水素酸スコポラミン標準品 1 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 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 μL 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 2 個の主スポットは、標準溶液から得たそれぞれの黄色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

灰分 7.0 % 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 A とする。また、臭化水素酸スコポラミン標準品 (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 B とする。標準原液 A 5 mL 及び標準原液 B 1 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_{TA} 及び Q_{SA} 並びにスコポラミンの

ピーク面積の比 Q_{TS} 及び Q_{SS} を求め、次式によりヒヨスチアミン及びスコポラミンの量を計算し、それらの合計を総アルカロイドの量とする。

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

$$\begin{aligned} & \text{スコポラミン (C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO}_4\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した臭化水素酸スコポラミン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_{TS}}{Q_{SS}} \times \frac{1}{25} \times 0.7894 \end{aligned}$$

内標準溶液 プルシン二水水和物の移動相溶液 (1 → 2500)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4 mm, 長さ 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: スコポラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、スコポラミン、アトロピン、内標準物質の順に溶出し、スコポラミンとアトロピンとの分離度は 11 以上、また、アトロピンと内標準物質との分離度は 4 以上である。

ロートエキス

Scopolia Extract

本品は定量するとき、総アルカロイド [ヒヨスチアミン (C₁₇H₂₃NO₃: 289.37) 及びスコポラミン (C₁₇H₂₁NO₄: 303.35)] 0.90 ~ 1.09 % を含む。

製法 「ロートコン」の粗末をとり、35 vol% エタノール、「常水」又は「精製水」を浸出剤として、エキス剤の製法により軟エキスとする。

性状 本品は褐色~暗褐色で、特異なおいがあり、味は苦い。

本品は水にわずかに混濁して溶ける。

確認試験

(1) 本品 4 g を水 10 mL に溶かし、アンモニア試液 8 mL 及びジエチルエーテル 80 mL を加え、密栓して 1 時間振り混ぜた後、トラガント末 2.5 g を加え、再び強く振り混ぜ、5 分間放置し、澄明に分離したジエチルエーテル層を分取する。ジエチルエーテル液を磁製皿に入れ、水浴上で蒸発した後、残留物に発煙硝酸 5 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物を *N,N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ~ 6 滴を加えるとき、液は赤紫色~紫色を呈する。

(2) 本品 0.5 g にアンモニア試液 30 mL を加えてかき