

第二部医薬品各条の部 注射用血清性腺刺激ホルモンの発熱性物質の項を削り、性状の項を次のように改める。

注射用血清性腺刺激ホルモン

性状 本品は白色の粉末又は塊である。

同条確認試験の項の次に次の pH の項を加える。

pH 本品 0.03 g を生理食塩液 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

同条乾燥減量の項の次に次のエンドトキシンの項を加える。

エンドトキシン 0.1 EU/単位未満。

第二部医薬品各条の部 胎盤性性腺刺激ホルモンの条基原の項、毒性試験の項及び発熱性物質の項を削り、次の製法の項を加える。

胎盤性性腺刺激ホルモン

製法 本品は健康な妊婦の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したもので、1 mg 当たり 2500 胎盤性性腺刺激ホルモン単位以上を含む。また、たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上の胎盤性性腺刺激ホルモンを含む。

本品は定量するとき、表示単位の 80 ~ 125 % を含む。

同条性状の項を次のように改める。

性状 本品は白色～淡黄褐色の粉末で、水に溶けやすい。

同条乾燥減量の項の次に次の三項を加える。

エンドトキシン 0.03 EU/単位未満。

異常毒性否定試験 本品の適量を取り、生理食塩液を加えて、1 mL 中に 120 単位を含むように調製し、試料溶液とする。体重約 350 g の栄養状態のよい健康なモルモット 2 匹以上を使用し、1 匹当たり試料溶液 5.0 mL ずつを腹腔内に注射し、7 日間以上観察するとき、いずれも異常を示さない。

比活性 本品につき、定量法及び次の試験を行うとき、たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上の胎盤性性腺刺激ホルモンを含む。

(i) 試料溶液 本品の表示量に従い、適量に水を加え、1 mL 中に胎盤性性腺刺激ホルモン約 500 単位を含むように調製する。

(ii) 標準溶液 ウシ血清アルブミン約 10 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 20 mL とする。この液に水を加え、1 mL 中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 300, 200, 100 及び 50 μ g 含む 4 種の標準溶液を調製する。

(iii) 操作法 内径約 18 mm、長さ約 130 mm のガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL ずつを、正確にとる。それぞれにアルカリ性銅試液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ、30°C の水浴中で 10 分間加温した後、更に、薄めたフォリン試液 (1 → 2) 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜ、30°C の水浴中で 20 分間加温する。これらの液につ

き、水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 750 nm における吸光度を測定する。

各標準溶液から得た吸光度から、縦軸を吸光度、横軸を濃度とする検量線を作成する。これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め、検体中の含量を計算する。

同条定量法の項を次のように改める。

定量法

(i) 試験動物 体重約 45 ~ 65 g の健康な雌シロネズミを用いる。

(ii) 標準溶液 胎盤性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし、この液 2.5 mL 中に、7.5, 15, 30 及び 60 単位を含む 4 種の溶液を製する。この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物の 4 群に、(iv) の操作法に従ってそれぞれ注射し、卵巣質量を測定する。別の 1 群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し、対照とする。試験の結果に基づき、卵巣質量が対照の約 2.5 倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準品の濃度とし、その用量の 1.5 ~ 2.0 倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める。胎盤性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし、この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し、それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする。

(iii) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし、これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする。

(iv) 操作法 試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A, B, C 及び D 群の 4 群に無作為に分け、各群にそれぞれ S_H , S_L , T_H 及び T_L を 1 日 1 回 0.5 mL ずつ 5 日間皮下注射し、第 6 日に卵巣を摘出し、附着する脂肪その他の不要組織を分離し、ろ紙で軽く吸いとり、直ちに卵巣質量を量る。

(v) 計算法 S_H , S_L , T_H 及び T_L によって得た卵巣質量をそれぞれ y_1 , y_2 , y_3 及び y_4 とする。更に各群の y_1 , y_2 , y_3 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1 , Y_2 , Y_3 及び Y_4 とする。

本品 1 mg 中の単位数

$$= \text{antilog } M \times (\text{高用量標準溶液 1 mL 中の単位数}) \times \frac{b}{a}$$

$$M = \frac{IY_3}{Y_4}$$

$$I = \log \frac{S_H}{S_L} = \log \frac{T_H}{T_L}$$

$$Y_2 = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_4 = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a: 本品の秤取量 (mg)

b: 本品をウシ血清アルブミン・生理食塩水に溶かし、高用量試料溶液を製したときの全容量 (mL)

ただし、次の式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する F_1 より小さい。また、次の式によって L ($P = 0.95$) を計算するとき、 L は 0.3 以下である。もし、 F' が F_1 を、また、 L が 0.3 を超えるときは、この値以下になるまで試験動物の数を増加し、又は実験条件を整備して試験を繰り返す。

$$F' = \frac{(Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2}{4fs^2}$$

f : 各群の試験動物の数

$$s^2 = \frac{\sum y^2 - \frac{Y^2}{n}}{n}$$

$\sum y^2$: 各群の y_1, y_2, y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し、合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

$$n = 4(f - 1)$$

$$L = 2\sqrt{(C - 1)(CM^2 + I^2)}$$

$$C = \frac{Y_6^2}{Y_6^2 - 4fs^2t^2}$$

$t^2: s^2$ を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

第二部医薬品各条の部 注射用胎盤性性腺刺激ホルモンの条 発熱性物質の項を削り、性状の項を次のように改める。

注射用胎盤性性腺刺激ホルモン

性状 本品は白色～淡黄褐色の粉末又は塊である。

同条確認試験の項の次に次の pH の項を加える。

pH 生理食塩液 1 mL 中に本品 2 mg を含むように調製した液の pH は 5.0 ～ 7.0 である。

同条乾燥減量の項の次に次の五項を加える。

エンドトキシン 0.03 EU/単位未満。

質量偏差 試験を行うとき、これに適合する。ただし、 M を表示量とせず、平均含量として判定値を計算する。

不溶性異物 第 2 法により試験を行うとき、これに適合する。
不溶性微粒子 第 1 法により試験を行うとき、これに適合する。

無菌 メンブランフィルター法により試験を行うとき、これに適合する。

第二部医薬品各条の部 ソウハクヒの条の次に次の一条を加える。

ソボク

Sappan Wood

SAPPAN LIGNUM

蘇木

本品は *Caesalpinia sappan* Linné (*Leguminosae*) の心材である。

性状 本品は切片、削片又は短い木片で、黄赤色～灰黄褐色を呈し、ときには淡褐色～灰白色の辺材を付けることがある。質は堅い。横断面には年輪ような紋様がある。

本品はにおい及び味がほとんどない。

本品の横切片を鏡検するとき、1 ～ 2 列の細長い細胞からなる放射組織がある。放射組織間は繊維細胞からなり、だ円形で大きな道管が散在する。木部の最も内側の柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶が認められる。

確認試験 本品の粉末 0.5 g に希エタノール 10 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき、液は濃赤色を呈する。

純度試験 本品の小片を水酸化カルシウム試液中に入れるとき、液は紫青色を呈しない。

乾燥減量 11.5 % 以下 (6 時間)。

灰分 2.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 7.0 % 以上。

第二部医薬品各条の部 ダイオウの条基原の項を次のように改める。

ダイオウ

本品は *Rheum palmatum* Linné, *Rheum tanguticum* Maximowicz, *Rheum officinale* Baillon, *Rheum coreanum* Nakai 又はそれらの種間雑種 (*Polygonaceae*) の、通例、根茎である。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、セノシド A ($C_{12}H_{30}O_{20}$:862.74) 0.25 % 以上を含む。

第二部医薬品各条の部 ダイオウ末の条基原の項を次のように改める。

ダイオウ末

本品は「ダイオウ」を粉末としたものである。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、セノシド A ($C_{12}H_{30}O_{20}$:862.74) 0.25 % 以上を含む。

第二部医薬品各条の部 脱脂綿の条、精製脱脂綿の条、滅菌脱脂綿の条及び滅菌精製脱脂綿の条を削る。

第二部医薬品各条の部 チョウトウコウの条基原の項及び成分含量測定法の項を次のように改める。

チョウトウコウ

本品はカギカズラ *Uncaria rhynchophylla* Miquel, *Uncaria sinensis* Haviland 又は *Uncaria macrophylla* Wallich (*Rubiaceae*) の通例とげである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、総アルカロイド(リコフィリン及びヒルスチン) 0.03 % 以上を含む。

成分含量測定法 本品の中末約 0.2 g を精密に量り、共検遠心沈殿管に入れ、メタノール/希酢酸混液 (7:3) 30 mL を加え、30 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物はメタノール/希酢酸混液 (7:3) 10 mL を加えて更に 2 回、同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノール/希酢酸混液 (7:3) を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用リコフィリンをデシケーター(シリカゲル)で 24 時間乾燥し、その約 5 mg を精密に量り、メタノール/希酢酸混液 (7:3) に溶かして正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/希酢酸混液 (7:3) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (1) とする。別にヒルスチン 1 mg をメタノール/希酢酸混液 (7:3) 100 mL に溶かし、標準溶液 (2) とする。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を

行い、試料溶液のリコフィリン及びヒルスチンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Tc} 並びに標準溶液 (1) のリコフィリンのピーク面積 A_s を測定する。

総アルカロイド(リコフィリン及びヒルスチン)の量 (mg)

$$= W_s \times \frac{A_{Tb} + 1.405A_{Tc}}{A_s} \times \frac{1}{20}$$

W_s : 成分含量測定用リコフィリンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 245 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ 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: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 酢酸アンモニウム 3.85 g を水 200 mL に溶かし、酢酸 (100) 10 mL を加え、水を加えて 1000 mL とする。この液にアセトニトリル 350 mL を加える。

流量: リコフィリンの保持時間が約 17 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: 成分含量測定用リコフィリン 5 mg をメタノール/希酢酸混液 (7:3) 100 mL に溶かす。この液 5 mL にアンモニア水 (28) 1 mL を加え、10 分間還流又は 2 時間約 50 $^{\circ}$ C で加温する。冷後、反応液 1 mL を量り、メタノール/希酢酸混液 (7:3) を加えて 5 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、リコフィリン以外にイソリコフィリンのピークを認め、リコフィリンとイソリコフィリンの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 (1) 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、リコフィリンのピーク面積の相対標準偏差は 15 % 以下である。

第二部医薬品各条の部 トウモロコシデンプンの条灰分の項を削り、基原の項、性状の項及び確認試験の項を次のように改める。

トウモロコシデンプン

本品は成熟したトウモロコシ *Zea mays* Linné (*Graminae*) の種子から得たでんぷんである。

性状 本品は白色～微黄白色の塊又は粉末である。

本品は水又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品は、水/グリセリン混液 (1:1) を加え光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、通例、直径 2 ~ 23 μ m の不規則な多面角の粒又は 25 ~ 35 μ m の不規則な円形又は球形の粒を認める。へそは、明瞭な空洞又は 2 ~ 5 つの放射状の裂け目となり、同心性の筋はない。交叉した偏光プリズム間では、本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

(2) 本品 1 g に水 50 mL を加えて 1 分間煮沸し、放冷するとき、薄く白濁したのり状の液となる。

(3) (2) ののり状の液 10 mL にヨウ素試液 0.04 mL を加えるとき、だいたい赤色～暗青紫色を呈し、加熱するとき、消える。

同条確認試験の項の次に次の pH の項を加える。

pH 本品 5.0 g を非金属製の容器にとり、新たに煮沸して冷却した水 25.0 mL を加え、穏やかに 1 分間かき混ぜて懸濁し、15 分間放置した液の pH は 4.0 ～ 7.0 である。

同条純度試験の項及び乾燥減量の項を次のように改める。

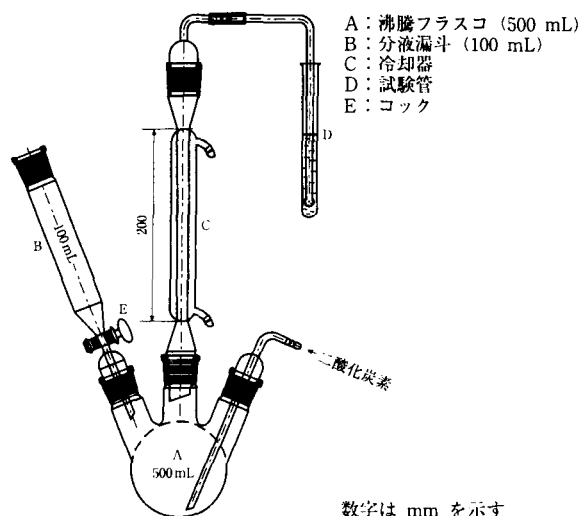
純度試験

(1) 鉄 本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過し、検液とする。鉄標準液 2.0 mL をとり、水を加えて 20 mL とし、比較液とする。検液及び比較液 10 mL を試験管にとり、クエン酸溶液 (2 → 10) 2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え、混和する。これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水 (28) を加えた後、水を加えて 20 mL とし、混和する。これらの液 10 mL を試験管にとり、5 分間放置した後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない (10 ppm 以下)。

(2) 酸化性物質 本品 4.0 g に水 50.0 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 30.0 mL に酢酸 (100) 1 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 ～ 1.0 g を加え、振り混ぜた後、暗所に 25 ～ 30 分間放置する。デンプン試液 1 mL を加え、0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は、1.4 mL 以下である (過酸化水素に換算すると、20 ppm 以下)。

(3) 二酸化イオウ

(i) 装置 図に示すものを用いる。



数字は mm を示す

(ii) 操作法 水 150 mL を沸騰フラスコにとり、分液漏斗のcockを閉め、二酸化炭素を毎分 100 ± 5 mL の流速で装置に流す。冷却器の冷却液を流し、過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 10 mL を受け側の試験管に加える。15 分

後、二酸化炭素の流れを中断することなく、分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し、本品約 25 g を精密に量り、水 100 mL を用いて沸騰フラスコに移す。分液漏斗の連結部外面にcock用グリースを塗付し、分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する。分液漏斗のcockを閉め、2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後、cockを開けて沸騰フラスコに流し込み、二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にcockを閉める。装置を水浴中に入れ、混合液を 1 時間加熱する。受け側の試験管を取り外し、その内容物を広口三角フラスコに移す。受け側の試験管を少量の水で洗い、洗液は三角フラスコに加える。水浴中で 15 分間加熱した後、冷却する。プロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え、黄色から紫青色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正する。次式により二酸化イオウの量を求めるとき、50 ppm 以下である。

$$\text{二酸化イオウの量 (ppm)} = \frac{V}{W} \times 1000 \times 3.203$$

W : 本品の秤取量 (g)

V : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

乾燥減量 15.0 % 以下 (1 g, 130 °C, 90 分間)。

同条乾燥減量の項の次に次の二項を加える。

強熱残分 0.6 % 以下 (1 g)。

貯法 容器 密閉容器。

第二部医薬品各条の部 ニンジン末の条の次に次の一条を加える。

ニンドウ

Lonicera Leaf and Stem

LONICERAE FOLIUM CUM CAULIS

忍冬

本品はスイカズラ *Lonicera japonica* Thunberg (*Caprifoliaceae*) の葉及び茎である。

性状 本品は葉及び短い茎に対生する葉からなる。葉は短い葉柄を付け、だ円形で全縁、長さ 3 ～ 7 cm、幅 1 ～ 3 cm、上面は緑褐色、下面は淡灰緑色を呈し、ルーベ視するとき、両面に軟毛をまばらに認める。茎は径 1 ～ 4 mm、外面は灰黄褐色～帯紫褐色で、横断面は円形、中空である。

本品はほとんどにおいがなく、味は取れん性で、後わずかに苦い。

本品の葉の横切片を鏡検するとき、最外層は上下面とも一層の表皮からなり、表皮には単細胞性の非腺毛と多細胞性の腺毛が認められる。主脈部では、表皮の内側数層は厚角組織からなり、中央部には維管束がある。葉肉部では上面表皮に接して柵状組織があり、下面表皮に接して海綿状組織がある。腺毛には褐色の分泌物が含まれ、柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの集晶を含み、でんぶん粒が認められることがある。

確認試験 本品の粉末 1 g にメタノール 5 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用クロロゲン酸 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし、標準溶液 (1) とする。また、薄層クロマトグラフ用ロガニン 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし、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、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 10 μ 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。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (6:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液 (1) から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい。また、薄層板に 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液 (2) から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

純度試験 莖 本品は径 5 mm 以上の莖を含まない。

乾燥減量 12.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 9.0 % 以下。

酸不溶性灰分 1.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 12.0 % 以上。

第二部医薬品各条の部 バレイショデンプンの条灰分の項を削り、性状の項及び確認試験の項を次のように改める。

バレイショデンプン

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品は、水/グリセリン混液 (1:1) を加え光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、通例、直径 30 ~ 100 μ m、しばしば 100 μ m 以上の大きさで形が不ぞろいの卵球形又は西洋ナシ形の粒又は 10 ~ 35 μ m の大きさの円形の粒を認める。まれに、2 ~ 4 個の粒からなる複粒を認める。卵球形又は西洋ナシ形の粒には偏心性のへそがあり、円形の粒には非中心性又はわずかに偏心性のへそがある。すべての粒子は顕著な層紋を認める。交叉した偏光プリズム間では、本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。
- (2) 本品 1 g に水 50 mL を加えて 1 分間煮沸し、放冷するとき、薄く白濁したのり状の液となる。
- (3) (2) ののり状の液 1 mL にヨウ素試液 0.05 mL を加えるとき、だいたい赤色~暗青紫色を呈し、加熱するとき、消える。

同条確認試験の項の次に次の pH の項を加える。

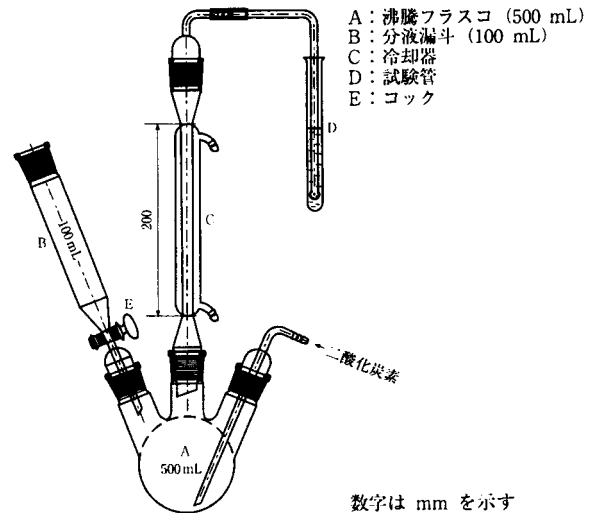
pH 本品 5.0 g を非金属製の容器にとり、新たに煮沸して冷却した水 25.0 mL を加え、穏やかに 1 分間かき混ぜ、懸濁液とした後、15 分間静置したときの pH は 5.0 ~ 8.0 である。

同条純度試験の項及び乾燥減量の項を次のように改める。

純度試験

- (1) 鉄 本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過し、検液とする。鉄標準液 2.0 mL をとり、水を加えて 20 mL とする。検液及び比較液 10 mL を試験管にとり、クエン酸溶液 (2 → 10) 2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え、混和する。これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水 (28) を加えた後、水を加えて 20 mL とし、混和する。これらの液 10 mL を試験管にとり、5 分間放置した後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない (10 ppm 以下)。
- (2) 酸化性物質 本品 4.0 g に水 50.0 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、遠心分離する。澄明な上清液 30.0 mL に酢酸 (100) 1 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 ~ 1.0 g を加え、振り混ぜた後、暗所に 25 ~ 30 分間静置する。デンプン試液 1 mL を加え、0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で無色になるまで滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は、1.4 mL 以下である (過酸化水素に換算すると、20 ppm 以下)。
- (3) 二酸化イオウ

(i) 装置 図に示すものを用いる。



(ii) 操作法 水 150 mL を沸騰フラスコにとり、分液漏斗のcockを閉め、二酸化炭素を毎分 100 ± 5 mL の流速で装置に流す。冷却器の冷却液を流し、過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 10 mL を受け側の試験管に加える。15 分後、二酸化炭素の流れを中断することなく、分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し、本品約 25 g を精密に量り、水 100 mL を用いて沸騰フラスコに移す。分液漏斗の連結部外面にcock用グリースを塗付し、分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する。分液漏斗のcockを閉め、2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後、cockを開けて沸騰フラスコに流し込み、二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にcockを閉める。装置を水浴中に入れ、混合液を 1 時間加熱する。受け側の試験管を取り外し、その内容物を広口三角フラスコに移す。受け

側の試験管を少量の水で洗い、洗液は三角フラスコに加える。水浴中で 15 分間加熱した後、冷却する。プロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え、黄色から紫青色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正する。次式により二酸化イオウの量を求めるとき、50 ppm 以下である。

$$\text{二酸化イオウの量 (ppm)} = \frac{V}{W} \times 1000 \times 3.203$$

W：本品の秤取量 (g)

V：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

乾燥減量 20.0 % 以下 (1 g, 130 °C, 90 分間)。

同条乾燥減量の項の次に次の二項を加える。

強熱残分 0.6 % 以下 (1 g)。

貯法 容器 密閉容器。

第二部医薬品各条の部 絆創膏の条を削る。

第二部医薬品各条の部 ブクリヨウ末の条の次に次の二条を加える。

ブシ

Processed Aconite Root

PROCESSI ACONITI RADIX

加工ブシ

ブシ 1

ブシ 2

ブシ 3

本品はハナトリカブト *Aconitum carmichaeli* Debeaux 又はオクトリカブト *Aconitum japonicum* Thunberg (*Ranunculaceae*) の塊根を 1, 2 又は 3 の加工法により製したものである。

- 1 高圧蒸気処理により加工する。
- 2 食塩、岩塩又は塩化カルシウムの水溶液に浸せきした後、加熱又は高圧蒸気処理により加工する。
- 3 食塩の水溶液に浸せきした後、石灰を塗布することにより加工する。

ブシ 1, ブシ 2 及びブシ 3 は換算した生薬の乾燥物に対し、それぞれ総アルカロイド〔ベンゾイルアコニン ($C_{23}H_{15}NO_{10}$: 603.70) として] 0.7 ~ 1.5 %, 0.1 ~ 0.6 % 及び 0.5 ~ 0.9 % を含む。

本品はその加工法により、それぞれブシ 1, ブシ 2 及びブシ 3 がある。

本品はその加工法を表示する。

性状

ブシ 1 本品は径 10 mm 以下の不整な多角形に破碎されている。外面は暗灰褐色～黒褐色を呈する。質は堅く、切

面は平らで、淡褐色～暗褐色を呈し、通常角質で光沢がある。本品は弱い特異なおいがある。

本品の横切片及び縦切片を鏡検するとき、道管は孔紋、階紋、網紋又はらせん紋道管である。柔細胞中のでんぷん粒は通例のり化しているが、ときにでんぷん粒が認められるものもある。でんぷん粒は円形若しくはだ円形の単粒で径 2 ~ 25 μm 、又は 2 ~ 10 数個の複粒として認められる。でんぷん粒のへそは明らかである。

ブシ 2 本品はほぼ倒円錐形で、長さ 15 ~ 30 mm、径 12 ~ 16 mm、又は縦ときに横に切断され、長さ 20 ~ 60 mm、幅 15 ~ 40 mm、厚さ 200 ~ 700 μm 、又は径 12 mm 以下の不整な多角形に破碎されている。外面は淡褐色～暗褐色又は黄褐色を呈する。質は堅く、通例、しわはなく、切面は平らで、淡褐色～暗褐色又は黄白色～淡黄褐色を呈し、通常角質、半透明で光沢がある。

本品は弱い特異なおいがある。

本品の横切片及び縦切片を鏡検するとき、外側から擬上皮、一次皮層、内皮、二次皮層、形成層、木部が認められる。一次皮層にはだ円形～だ円状四角形、短径 30 ~ 75 μm 、長径 60 ~ 150 μm の厚壁細胞がある。内皮は接線方向に長い一層の細胞からなっている。形成層輪は星形又は不整の多角形～円形であり、木部の道管群は V 字形を呈する。二次皮層及び髓中に独立した形成層輪が認められるものもある。道管は孔紋、階紋、網紋又はらせん紋道管である。柔細胞中のでんぷん粒はのり化している。

ブシ 3 本品は径 5 mm 以下の不整な多角形に破碎されている。外面は灰褐色を呈する。質は堅く、切面は平らで、淡灰褐色～灰白色を呈し、光沢がない。

本品は弱い特異なおいがある。

本品の横切片及び縦切片を鏡検するとき、道管は孔紋、階紋、網紋又はらせん紋道管である。柔細胞中のでんぷん粒は円形若しくはだ円形の単粒で径 2 ~ 25 μm 、又は 2 ~ 10 数個の複粒として認められる。でんぷん粒のへそは明らかである。

確認試験 本品の粉末 3 g を共栓遠心沈殿管に入れ、ジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。この上澄液を減圧で蒸発乾固し、残留物をジエチルエーテル 1 mL に溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用塩酸ベンゾイルメサコニン 1 mg をエタノール (99.5) 10 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 10 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。次に酢酸エチル/エタノール (99.5)/アンモニア水 (28) 混液 (40 : 3 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

純度試験 ブシジエステラルカロイド (アコニン、ジェサコニン、ヒパコニン及びメサコニン) 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、水 3.0 mL を加えてよく振り混ぜた後、アンモニア試液 1.0 mL 及びジ

エチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物はアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。全抽出液を合わせ、40 °C 以下で溶媒を減圧留去した後、残留物にブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) 10 mL を正確に加えて溶かし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンに対応する各ピーク高さ、 H_{TA} 及び H_{SA} 、 H_{TJ} 及び H_{SJ} 、 H_{TH} 及び H_{SH} 、 H_{TM} 及び H_{SM} を測定する。次式により換算した生薬の乾燥物 1 g に対し、アコニチン、ジェサコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンの量を求めるとき、それぞれ 60 μ g 以下、60 μ g 以下、280 μ g 以下及び 140 μ g 以下で、更にこれら 4 成分の総量は 450 μ g 以下である。

$$\text{アコニチン (C}_{33}\text{H}_{47}\text{NO}_{11}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = \frac{C_{SA}}{W} \times \frac{H_{TA}}{H_{SA}} \times 10$$

$$\text{ジェサコニチン (C}_{35}\text{H}_{49}\text{NO}_{12}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = \frac{C_{SJ}}{W} \times \frac{H_{TJ}}{H_{SJ}} \times 10$$

$$\text{ヒバコニチン (C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{10}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = \frac{C_{SH}}{W} \times \frac{H_{TH}}{H_{SH}} \times 10$$

$$\text{メサコニチン (C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{11}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = \frac{C_{SM}}{W} \times \frac{H_{TM}}{H_{SM}} \times 10$$

C_{SA} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用アコニチンの濃度 (μ g/mL)

C_{SJ} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ジェサコニチンの濃度 (μ g/mL)

C_{SH} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ヒバコニチンの濃度 (μ g/mL)

C_{SM} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用メサコニチンの濃度 (μ g/mL)

W : 乾燥物に換算した本品の秤取量 (g)

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：アコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンは 231 nm、ジェサコニチンは 254 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ 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：40 °C 付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (183:17)

流量：メサコニチンの保持時間が約 31 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：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μ L につき、検出器の測定波長を 254 nm とし、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒバコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 1 mL をとり、ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて 10 mL とする。この液 20 μ L につき、検出器の測定波長を 231 nm とし、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

乾燥減量 15.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 ブシ 1 4.0 % 以下、

ブシ 2 12.0 % 以下、

ブシ 3 19.0 % 以下。

酸不溶性灰分 0.9 % 以下。

定量法 本品の粉末約 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 1.6 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は、アンモニア試液 0.8 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて、更にこの操作を 3 回行う。全抽出液を合わせ、減圧で蒸発乾固する。残留物をエタノール (99.5) 5 mL に溶かし、新たに煮沸し冷却した水 30 mL を加え、0.01 mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の緑色が青緑色を経て、灰青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.01 mol/L 塩酸 1 mL = 6.037 mg 総アルカロイド
〔ベンゾイルアコニン (C₃₂H₄₅NO₁₀: 603.70) として〕

ブシ末

Powdered Processed Aconite Root

PROCESSI ACONITI RADIX PULVERATA

加工ブシ末

ブシ末 1

ブシ末 2

本品は 1 又は 2 の加工法により製した「ブシ」を粉末とするか、又はハナトリカプト *Aconitum carmichaeli* Debeaux 又はオクトリカプト *Aconitum japonicum* Thunberg (*Ranunculaceae*) の塊根を 1 の加工法で製した後粉末としたもので、ときに粉末とした後、「トウモロコシデンプン」又は「乳糖」を加える。

1 高压蒸気処理により加工する。

2 食塩、岩塩又は塩化カルシウムの水溶液に浸せきした後、加熱又は高压蒸気処理により加工する。

ブシ末 1 及びブシ末 2 は換算した生薬の乾燥物に対し、それぞれ総アルカロイド〔ベンゾイルアコニン (C₃₂H₄₅NO₁₀: 603.70) として〕0.4 ~ 1.2 % 及び 0.1 ~ 0.3 % を含む。本品はその加工法により、ブシ末 1 及びブシ末 2 がある。本品はその加工法を表示する。

性状

ブシ末 1 本品は淡褐色を呈し、特異なおいがある。

本品を鏡検するとき、のり化したでんぷん塊又はでんぷん粒及びこれらを含む柔組織片、赤褐色の擬上皮、孔紋、階紋、網紋及びらせん紋道管の破片を認める。また、四角形〜だ円状四角形、径 30 ~ 150 μ m、長さ 100 ~ 250 μ m、細胞

壁の厚さ 6 ~ 12 μm の厚壁細胞も認められる。「ブシ」の
でんぷん粒は円形又はだ円形で、径 2 ~ 25 μm の単粒又
は 2 ~ 10 数個の複粒からなり、へそは明らかである。

ブシ末 2 本品は淡黄白色を呈し、特異なおいがある。

本品を鏡検するとき、のり化したでんぷん塊及びこれら
を含む柔組織片、赤褐色の擬上皮、孔紋、階紋、網紋及びらせ
ん紋道管の破片を認める。また、四角形〜だ円状四角形、径
30 ~ 150 μm 、長さ 100 ~ 250 μm 、細胞壁の厚さ 6 ~
12 μm の厚壁細胞も認められる。

確認試験 本品 3 g を共栓遠心沈殿管に入れ、ジエチルエー
テル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え、10 分間振
り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。この上澄液を
減圧で蒸発乾固し、残留物をジエチルエーテル 1 mL に溶
かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用塩酸ベン
ゾイルメサコニン 1 mg をエタノール (99.5) 10 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 10 μL づ
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。次に酢酸エチル/エタノール (99.5)/
アンモニア水 (28) 混液 (40:3:2) を展開溶媒として約
10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラ
ーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウ
ム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個のスポ
ットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た黄褐色の
スポットと色調及び R_f 値が等しい。

純度試験 ブシジエステルアルカロイド (アコニチン、ジェサ
コニチン、ヒパコニチン及びメサコニチン) 本品約 0.5 g
を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、水 3.0 mL を加え
てよく振り混ぜた後、アンモニア試液 1.0 mL 及びジエチ
ルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ、遠心分離し、
上澄液を分取する。残留物はアンモニア試液 1.0 mL 及び
ジエチルエーテル 20 mL を用いて、更にこの操作を 2 回
行う。全抽出液を合わせ 40 $^{\circ}\text{C}$ 以下で溶媒を減圧留去した
後、残留物にブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液
(1:1) 10 mL を正確に加えて溶かし、この液を遠心分離し、
上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び純度試験用ブシジ
エステルアルカロイド混合標準溶液 20 μL ずつを正確にとり、
次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞ
れの液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメ
サコニチンに対応する各ピーク高さ、 H_{TA} 及び H_{SA} 、 H_{TI} 及
び H_{SI} 、 H_{TH} 及び H_{SH} 、 H_{TM} 及び H_{SM} を測定する。次式に
より換算した生薬の乾燥物 1 g に対し、アコニチン、ジェ
サコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンの量を求めると
き、それぞれ 55 μg 以下、40 μg 以下、55 μg 以下及び
120 μg 以下で、更にこれら 4 成分の総量は 230 μg 以下
である。

$$\text{アコニチン (C}_{33}\text{H}_{47}\text{NO}_{11}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = \frac{C_{SA}}{W} \times \frac{H_{TA}}{H_{SA}} \times 10$$

$$\text{ジェサコニチン (C}_{33}\text{H}_{49}\text{NO}_{12}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = \frac{C_{SI}}{W} \times \frac{H_{TI}}{H_{SI}} \times 10$$

$$\text{ヒパコニチン (C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{10}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = \frac{C_{SH}}{W} \times \frac{H_{TH}}{H_{SH}} \times 10$$

$$\text{メサコニチン (C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{11}) \text{ の量 } (\mu\text{g}) = \frac{C_{SM}}{W} \times \frac{H_{TM}}{H_{SM}} \times 10$$

C_{SA} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶
液中の純度試験用アコニチンの濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

C_{SI} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶
液中の純度試験用ジェサコニチンの濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

C_{SH} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶
液中の純度試験用ヒパコニチンの濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

C_{SM} : 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶
液中の純度試験用メサコニチンの濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

W : 乾燥物に換算した本品の秤取量 (g)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: アコニチン、ヒパ
コニチン及びメサコニチンは 231 nm, ジェサコニチ
ンは 254 nm)

カラム: 内径 4.6 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: 40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混
液 (183:17)

流量: メサコニチンの保持時間が約 31 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: 純度試験用ブシジエステルアルカロ
イド混合標準溶液 20 μL につき、検出器の測定波長を
254 nm とし、上記の条件で操作するとき、メサコニ
チン、ヒパコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの
順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性: 純度試験用ブシジエステルアルカ
ロイド混合標準溶液 1 mL をとり、ブシ用リン酸塩緩
衝液/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて 10 mL
とする。この液 20 μL につき、検出器の測定波長を
231 nm とし、上記の条件で試験を 6 回繰り返すと
き、メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は 1.5
% 以下である。

乾燥減量 11.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 ブシ末 1 4.0 % 以下。

ブシ末 2 7.0 % 以下。

酸不溶性灰分 0.7 % 以下。

定量法 本品約 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 1.6 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を
加えて 30 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。
残留物は、アンモニア試液 0.8 mL 及びジエチルエーテル
20 mL を用いて、更にこの操作を 3 回行う。全抽出液を合
わせ、減圧で蒸発乾固する。残留物をエタノール (99.5) 5

mL に溶かし、新たに煮沸し冷却した水 30 mL を加え、0.01 mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の緑色が青緑色を経て、灰青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。

0.01 mol/L 塩酸 1 mL = 6.037 mg 総アルカロイド
〔ベンゾイルアコニン (C₃₂H₁₆NO₁₀:603.70) として〕

第二部医薬品各条の部 ベンジルアルコールの条比重の項、強熱残分の項及び蒸留試験の項を削り、基原の項、性状の項、確認試験の項、純度試験の項及び定量法の項を次のように改める。

ベンジルアルコール

本品は定量するとき、ベンジルアルコール (C₇H₈O) 98.0 ~ 100.5 % を含む。

本品のうち、注射剤に用いるものについてはその旨表示する。

性状 本品は無色透明の油状の液である。

本品はエタノール (95)、脂肪油又は精油と混和する。

本品は水にやや溶けやすい。

比重 d_4^{20} : 1.043 ~ 1.049

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 mL を水 60 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 酸 本品 10 mL に中和エタノール 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加える。これに、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) ベンズアルデヒド及び他の類縁物質 本品を試料溶液とする。別に、ベンズアルデヒド 0.750 g 及びシクロヘキシルメタノール 0.500 g を正確に量り、本品を加えて正確に 25 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、エチルベンゼン内標準溶液 2 mL 及びジシクロヘキシル内標準溶液 3 mL を正確に加え、本品を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (1) とする。試料溶液 0.1 μ L 及び標準溶液 (1) 0.1 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液より得られるクロマトグラム上に、エチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークは認められない。標準溶液 (1) 0.1 μ L を注入するとき、検出器の感度はエチルベンゼンのピークの高さが記録計の 30 % 以下とする。試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積は、標準溶液 (1) と試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積の差より大きくない (0.15 %)。試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積は、標準溶液 (1) と試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積の差より大きくない (0.10 %)。

試料溶液のベンジルアルコールより早い保持時間のピークでベンズアルデヒド及びシクロヘキシルメタノールを除いたピークの合計面積は、標準溶液 (1) のエチルベンゼンのピーク面積の 4 倍より大きくない (0.04 %)。試料溶液のベンズアルデヒドより遅い保持時間のピークの合計面積は、標準溶液 (1) のシクロヘキシルメタノールのピーク面積より大きくない (0.3 %)。ただし、標準溶液 (1) のエチルベンゼンのピーク面積の 100 分の 1 以下のピークは計算しない。

なお、注射用に使用する、と表示するものについての操作法及び限度値は次のとおりとする。

本品を試料溶液とする。別に、ベンズアルデヒド 0.250 g 及びシクロヘキシルメタノール 0.500 g を正確に量り、本品を加えて正確に 25 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、エチルベンゼン内標準溶液 2 mL とジシクロヘキシル内標準溶液 2 mL を正確に加え、本品を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (2) とする。試料溶液 0.1 μ L 及び標準溶液 (2) 0.1 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液より得られるクロマトグラム上に、エチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークは認められない。標準溶液 (2) 0.1 μ L を注入するとき、検出器の感度はエチルベンゼンのピークの高さが記録計の 30 % 以下とする。試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積は、標準溶液 (2) と試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積の差より大きくない (0.05 %)。試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積は、標準溶液 (2) と試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積の差 (0.10 %) より大きくない。試料溶液のベンジルアルコールより早い保持時間のピークでベンズアルデヒド及びシクロヘキシルメタノールを除いたピークの合計面積は、標準溶液 (2) のエチルベンゼンのピーク面積の 2 倍より大きくない (0.02 %)。試料溶液のベンズアルデヒドより遅い保持時間のピークの合計面積は、標準溶液 (2) のシクロヘキシルメタノールのピーク面積より大きくない (0.2 %)。ただし、標準溶液 (2) のエチルベンゼンのピーク面積の 100 分の 1 以下のピークは計算しない。

エチルベンゼン内標準溶液 エチルベンゼン 0.100 g を正確に量り、本品に溶かし、正確に 10 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、本品を加えて正確に 20 mL とする。

ジシクロヘキシル内標準溶液 ジシクロヘキシル 2.000 g を正確に量り、本品に溶かし、正確に 10 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、本品を加えて正確に 20 mL とする。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：長さ 30 m、内径 0.33 mm のフューズドシリカ管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20 M を厚さ 0.5 μ m で被覆する。

カラム温度：毎分 5°C で 50 ~ 220°C まで昇温し、220°C で 35 分間保持する。

注入口温度：200°C 付近の一定温度

検出器温度：310°C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：ベンジルアルコールの保持時間が 24 ~ 28 分になるように調整する。

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

システムの性能：標準溶液（1）につき、上記の条件で操作を行うとき、ベンジルアルコールに対する相対保持時間を求めるとき、エチルベンゼンは約 0.28、ジシクロヘキシル約 0.59、ベンズアルデヒド約 0.68、シクロヘキシルメタノール約 0.71 である。かつ、ベンズアルデヒドとシクロヘキシルメタノールの分離度は 3.0 以上である。ただし、注射用に使用する、と表示するものについては標準溶液（2）を使用する。

(4) 過酸化物価 本品 5 g を 250 mL の共栓付き三角フラスコに量り、酢酸（100）/クロロホルム混液（3：2）30 mL に溶かす。この液にヨウ化カリウム飽和溶液 0.5 mL を加え、正確に 1 分間振り混ぜた後、水 30 mL を加える。この液につき、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が淡黄色に変わるとき、デンプン試液 10 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、次式により過酸化物価を計算するとき、その値は 5 以下である。

$$\text{過酸化物価 (mEq/kg)} = \frac{10 \times (V_1 - V_0)}{W}$$

V_1 ：本試験での 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液滴定量 (mL)

V_0 ：空試験での 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液滴定量 (mL)

W ：本品の秤取量 (g)

(5) 蒸発残留物 過酸化物価の試験に適合することを確認した後、試験する。本品 10.0 g を水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105℃ で 1 時間乾燥した後、デシケーター中で放冷するとき、その量は 5 mg 以下である。

定量法 本品約 0.9 g を精密に量り、ピリジン/無水酢酸混液（7：1）15.0 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 = 108.1 mg C₇H₈O