

1 半夏瀉心湯エキス

2 Hangeshashinto Extract

本品は定量するとき、製法の項に規定した分量で製したエキス当たり、バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$: 446.36)70~210 mg(オウゴン2.5 gの処方)、80~240 mg(オウゴン3 gの処方)、グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93)22~66 mg(カンゾウ2.5 gの処方)、25~75 mg(カンゾウ3 gの処方)及びベルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$: 371.81)として]7~21 mgを含む。

3 製法

	1)	2)	3)
ハンゲ	5 g	6 g	5 g
オウゴン	2.5 g	3 g	2.5 g
カンキョウ	2.5 g	3 g	—
ショウキョウ	—	—	2.5 g
ニンジン	2.5 g	3 g	2.5 g
カンゾウ	2.5 g	3 g	2.5 g
タイソウ	2.5 g	3 g	2.5 g
オウレン	1 g	1 g	1 g

1)~3)の処方に従い生薬をとりエキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする。

性状 本品は黄褐色〜黒褐色の粉末又は軟エキスで、わずかににおいがあり、味は辛く、苦く、わずかに甘い。

4 確認試験

(1) 乾燥エキス1.0 g(軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25 mLを加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にジエチルエーテル2 mLを加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用オウゴン1 mgをメタノール1 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ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液10 μ L及び標準溶液5 μ Lを薄層クロマトグラフィー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/ヘキサン/酢酸(100)混液(10:10:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄(III)・メタノール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(オウゴン)。

(2) (カンキョウ配合処方) 乾燥エキス1.0 g(軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25 mLを加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にジエチルエーテル2 mLを加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用[6]-ショーガオール1 mgをメタノール1 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ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液20 μ L及び標準溶液1 μ Lを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液(2:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105°Cで5分間加熱した後、放冷するとき、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、標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(カンキョウ)。

(3) (ショウキョウ配合処方) 乾燥エキス1.0 g(軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25 mLを加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にジエチルエーテル2 mLを加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用[6]-ギンゲロール1 mgをメタノール1 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ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液10 μ L及び標準溶液5 μ Lを薄層クロマトグラフィー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/ヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105°Cで5分間加熱した後、放冷するとき、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、標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(ショウキョウ)。

(4) 乾燥エキス2.0 g(軟エキスは6.0 g)をとり、水酸化ナトリウム試液10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタノール5 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にギンセノシド R_{g1} 標準品1 mgをメタノール1 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ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液10 μ L及び標準溶液2 μ Lを薄層クロマトグラフィー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/1-プロパノール/水/酢酸(100)混液(7:5:4:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し、105°Cで5分間加熱した後、放冷するとき、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、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(ニンジン)。

(5) 乾燥エキス1.0 g(軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタノール5 mLを加えて振り混ぜ、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ィー用リクイリチン1 mgをメタノール1 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ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液10 μ L及び標準溶液2 μ Lを薄層クロマトグラフィー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/メタノール/水混液(20:3:2)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、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、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(カンゾウ)。

(6) 乾燥エキス0.5 g(軟エキスは1.5 g)をとり、メタノール10 mLを加えて振り混ぜ、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ィー用コブチン塩化物1 mgをメタノール5 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ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー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/アンモニア水(28)/メタノール混液(15:1:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾す

99	る。これに紫外線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶	151	それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を
100	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	152	測定する。
101	液から得た黄色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が	153	グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
102	等しい(オウレン)。	154	$=M_S \times A_T / A_S \times 1/2$
103	純度試験	155	M_S : 脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量
104	(1) 重金属 (1.07) 乾燥エキス1.0 g(軟エキスは乾燥物	156	(mg)
105	として1.0 gに対応する量)をとり、エキス剤(4)に従い検液を	157	試験条件
106	調製し、試験を行う(30 ppm以下)。	158	検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)
107	(2) ヒ素 (1.11) 乾燥エキス0.67 g(軟エキスは乾燥物と	159	カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
108	して0.67 gに対応する量)をとり、第3法により検液を調製し、	160	μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
109	試験を行う(3 ppm以下)。	161	化シリカゲルを充填する。
110	乾燥減量 (2.4) 乾燥エキス 9.5%以下(1 g, 105°C, 5時間)。	162	カラム温度: 40°C付近の一定温度
111	軟エキス 66.7%以下(1 g, 105°C, 5時間)。	163	移動相: 薄めた酢酸(31)(1→15)/アセトニトリル混液
112	灰分 (5.01) 換算した乾燥物に対し、10.0%以下。	164	(13: 7)
113	定量法	165	流量: 毎分1.0 mL(グリチルリチン酸の保持時間約12
114	(1) バイカリン 乾燥エキス約0.1 g(軟エキスは乾燥物と	166	分)
115	して約0.1 gに対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール	167	システム適合性
116	(7→10)50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、	168	システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
117	ろ液を試料溶液とする。別にバイカリン標準品(別途水分を	169	操作するとき、グリチルリチン酸のピークの理論段数
118	測定しておく)約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、	170	及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5
119	正確に100 mLとする。この液5 mLを正確にとり、薄めたメ	171	以下である。
120	タノール(7→10)を加えて正確に10 mLとし、標準溶液とす	172	システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
121	る。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条	173	で試験を6回繰り返すとき、グリチルリチン酸のピー
122	件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、そ	174	ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。
123	れぞれの液のバイカリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。	175	(3) ベルベリン 乾燥エキス約0.2 g(軟エキスは乾燥物と
124	バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg) $=M_S \times A_T / A_S \times 1/4$	176	して約0.2 gに対応する量)を精密に量り、移動相50 mLを正
125	M_S : 脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)	177	確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液
126	試験条件	178	とする。別にベルベリン塩化物標準品(別途「ベルベリン塩
127	検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 277 nm)	179	化物水合物)と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約
128	カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5	180	10 mgを精密に量り、移動相に溶かして正確に100 mLとし、
129	μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル	181	標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確に
130	化シリカゲルを充填する。	182	とり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試
131	カラム温度: 40°C付近の一定温度	183	験を行い、それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び
132	移動相: 薄めたリン酸(1→200)/アセトニトリル混液	184	A_S を測定する。
133	(19: 6)	185	ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)の量(mg)
134	流量: 毎分1.0 mL(バイカリンの保持時間約10分)	186	$=M_S \times A_T / A_S \times 1/2$
135	システム適合性	187	M_S : 脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量
136	システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で	188	(mg)
137	操作するとき、バイカリンのピークの理論段数及びシ	189	試験条件
138	ンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下で	190	検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 345 nm)
139	ある。	191	カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
140	システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件	192	μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
141	で試験を6回繰り返すとき、バイカリンのピーク面積	193	化シリカゲルを充填する。
142	の相対標準偏差は1.5%以下である。	194	カラム温度: 30°C付近の一定温度
143	(2) グリチルリチン酸 乾燥エキス約0.5 g(軟エキスは乾	195	移動相: リン酸二水素カリウム3.4 g及びラウリル硫酸
144	燥物として約0.5 gに対応する量)を精密に量り、薄めたメ	196	ナトリウム1.7 gを水/アセトニトリル混液(1:
145	タノール(1→2)50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ	197	1)1000 mLに溶かす。
146	過し、ろ液を試料溶液とする。別にグリチルリチン酸標準品	198	流量: 毎分1.0 mL(ベルベリンの保持時間約8分)
147	(別途水分を測定しておく)約10 mgを精密に量り、薄めたメ	199	システム適合性
148	タノール(1→2)に溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液と	200	システムの性能: ベルベリン塩化物標準品及びパルマチ
149	する。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の	201	ン塩化物1 mgずつを移動相に溶かして10 mLとする。
150	条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、		

3 半夏瀉心湯エキス (075-1112.pdf)

- 202 この液10 μL につき、上記の条件で操作するとき、パ
203 ルマチン、ベルベリンの順に溶出し、その分離度は
204 1.5以上である。
205 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
206 で試験を6回繰り返すとき、ベルベリンのピーク面積
207 の相対標準偏差は1.5%以下である。
208 貯法 容器 気密容器.