釣藤散エキス

Chotosan 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，ヘスペリジン 24 ～ 72 mg，グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）8 ～ 24 mg 及び総アルカロイド〔リンコフィリン及びヒルスチン〕0.3 mg 以上を含む．

製 法 「チョウトウコウ」3 g，「チンピ」3 g，「ハンゲ」3 g，「バクモンドウ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「ニンジン」2 g，「ボウフウ」2 g，「キクカ」2 g，「カンゾウ」1 g，「ショウキョウ」1 g 及び「セッコウ」5 g，又は「チョウトウコウ」3 g，「チンピ」3 g，「ハンゲ」3 g，「バクモンドウ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「ニンジン」3 g，「ボウフウ」3 g，「キクカ」3 g，「カンゾウ」1 g，「ショウキョウ」1 g 及び「セッコウ」3 g の生薬をとり，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 本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，わずかににおいがあり，味は初め辛く，わずかに甘く，後に苦い．

確認試験

（**1**） 乾燥エキス 2.0 g（軟エキスは 6.0 g）をとり，水 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール 1 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リンコフィリン及び薄層クロマトグラフィー用ヒルスチン 1 mg ずつをメタノール 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 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）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 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 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少なくとも 1 個のスポットは，標準溶液から得た 2 個の暗紫色のスポットのうち少なくとも 1 個のスポットと色調及び R_f 値が等しい（チョウトウコウ）．

（**2**） 乾燥エキス 2.0 g（軟エキスは 6.0 g）をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 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ヘスペリジン 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 20 μL 及び標準溶液 10 μL 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/アセトン/水/酢酸（100）混液（10：6：3：1）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 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，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色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（チンピ）．

（**3**） 乾燥エキス 2.0 g（軟エキスは 6.0 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，1-ブタノール層を除き，水層を試料溶液とする．別にバクモンドウ 3.0 g をとり，水 50 mL を加え，還流冷却器をつけて 1 時間加熱する．冷後，その抽出液 20 mL をとり，1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，1-ブタノール層を除き，水層を標準溶液とする．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 2 μL 及び標準溶液 5 μL 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原線に沿って帯状にスポットする．次にエタノール（99.5）/水/酢酸（100）混液（120：80：1）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 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℃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，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（バクモンドウ）．

（**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 Rb_1 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 μL 及び標準溶液 2 μL 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 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃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 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．別に薄層クロマトグラフィー用 4'-*O*-グルコシル-5-*O*-メチルビサミノール 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．試料溶液及び標準溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤

入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）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 254 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，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ボウフウ）．

（**6**） 乾燥エキス 2.0 g（軟エキスは 6.0 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 20 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，残留物にメタノール 1 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ルテオリン 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 μL 及び標準溶液 3 μL 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/ギ酸混液（5：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液を噴霧するとき，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（キクカ）．

（**7**） 乾燥エキス 2.0 g（軟エキスは 6.0 g）をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 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．試料溶液及び標準溶液 5 μL 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/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃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）．

（**8**） 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 μL 及び標準溶液 5 μL 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 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃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，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ショウキョウ）．

（**9**） 乾燥エキス 1.0 g（軟エキスは 3.0 g）をとり，メタノール 30 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を除く．残留物に水 30 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．この液にシュウ酸アンモニウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．これに希酢酸を加えても溶けないが，希塩酸を追加するとき溶ける（セッコウ）．

純度試験

（**1**） 重金属〈*1.07*〉 乾燥エキス 1.0 g（軟エキスは乾燥物として 1.0 g に対応する量）をとり，エキス剤（4）により検液を調製し，試験を行う（30 ppm 以下）．

（**2**） ヒ素〈*1.11*〉 乾燥エキス 0.67 g（軟エキスは乾燥物として 0.67 g に対応する量）をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　乾燥エキス　7.5%以下（1 g，105℃，5 時間）．

軟エキス　66.7%以下（1 g，105℃，5 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 換算した乾燥物に対して 15.0%以下．

定 量 法

（**1**） ヘスペリジン　乾燥エキス約 0.1 g（軟エキスは乾燥物として約 0.1 g に対応する量）を精密に量り，薄めたテトラヒドロフラン（1 → 4）50 mL を正確に加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に成分含量測定用ヘスペリジンをデシケーター（シリカゲル）で 24 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めたテトラヒドロフラン（1 → 4）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 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ヘスペリジンの量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$

W_S：成分含量測定用ヘスペリジンの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 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ィー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℃付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（82：18：1）
流量：毎分 1.0 mL（ヘスペリジンの保持時間約 15 分）
システム適合性
システムの性能：成分含量測定用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン 1 mg を薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ナリンギン，ヘスペリジンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である．

（**2**） グリチルリチン酸　乾燥エキス約 0.5 g（軟エキスは乾燥物として約 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（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，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 を測定する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：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ィー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℃付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸(31)(1 → 15) / アセトニトリル混液（13：7）
流量：毎分 1.0 mL（グリチルリチン酸の保持時間約 12 分）
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，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である．

（**3**） 総アルカロイド〔リンコフィリン及びヒルスチン〕　乾燥エキス約 1 g（軟エキスは乾燥物として約 1 g に対応する量）を精密に量り，ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後，1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び水 7 mL を加えて 10 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を取り除く．水層にジエチルエーテル 20 mL を加えて同様に操作する．得られた水層に水酸化ナトリウム試液 10 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 10 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 を用いて，更にこの操作を 2 回行う．全上澄液を合わせ，40℃以下の減圧で溶媒を留去した後，残留物を移動相に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に定量用リンコフィリン約 5 mg 及び定量用ヒルスチン約 5 mg を精密に量り，メタノール/希酢酸混液（7：3）を加えて溶かし正確に 100 mL とする．この液 10 mL をとり，メタノール/希酢酸混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のリンコフィリン及びヒルスチンのピーク面積 A_{TR} 及び A_{TH} 並びに A_{SR} 及び A_{SH} を測定する．

総アルカロイド〔リンコフィリン及びヒルスチン〕の量（mg）
＝ $W_{SR} \times (A_{TR} / A_{SR}) \times (1 / 50) + W_{SH} \times (A_{TH} / A_{SH}) \times (1 / 50)$

W_{SR}：定量用リンコフィリンの秤取量（mg）
W_{SH}：定量用ヒルスチンの秤取量（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 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー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℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 5 g をアセトニトリル 1150 mL 及び水 1350 mL に溶かし，リン酸 1 mL を加えて混和する．

流量：毎分 1.0 mL（リンコフィリンの保持時間約 12 分，ヒルスチンの保持時間約 27 分）

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，リンコフィリン及びヒルスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リンコフィリン及びヒルスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

---

9. 41 試薬・試液の項に次を追加する.

ヒルスチン，定量用　ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉 $E_{1cm}^{1\%}$（245 nm）：354 ～ 389〔脱水物に換算したもの 5 mg，メタノール/希酢酸混液（7：3），500 mL〕．

純度試験　類縁物質　本品 5 mg をメタノール/希酢酸混液（7：3）100 mL に溶かし，試料溶液とする．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 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のヒルスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のヒルスチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「チョウトウコウ」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からヒルスチンの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「チョウトウコウ」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 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 20 mL とする．この液 20 μL から得たヒルスチンのピーク面積が，標準溶液のヒルスチンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で 6 回繰り返すとき，ヒルスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である．

ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{22}H_{28}N_2O_3$　白色～淡橙色の結晶又は粉末である．メタノールに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：約 105℃

確認試験　本品のメタノール/希酢酸混液（7：3）（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度側定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 287 ～ 291 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，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 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）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 254 nm）を照射するとき，R_f 値約 0.55 の主スポット以外のスポットを認めない．

リンコフィリン，定量用　薄層クロマトグラフィー用リンコフィリン．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉 $E_{1cm}^{1\%}$（245 nm）：473 ～ 502〔5 mg，メタノール/希酢酸混液（7：3），500 mL〕．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品 5 mg をメタノール/希酢酸混液（7：3）100 mL に溶かし，試料溶液とする．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 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリンコフィリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のリンコフィリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「チョウトウコウ」の成分含量測定法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリンコフィリンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「チョウトウコウ」の成分含量測定法のシステムの適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 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 20 mL とする．この液 20 μL から得たリンコフィリンのピーク面積が，標準溶液のリンコフィリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5% になることを確認する．

リンコフィリン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{22}H_{28}N_2O_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール（99.5）又はアセトンに溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：205 ～ 209℃

確認試験　本品のメタノール/希酢酸混液（7：3）（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度側定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 242 ～ 246 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をアセトン 1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，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 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）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 254 nm）を照射するとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

バクモンドウ　〔医薬品各条〕