十全大補湯エキス

Juzentaihoto 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，ギンセノシド Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29）1.5 mg 以上（ニンジン 2.5 g の処方），1.8 mg 以上（ニンジン 3 g の処方），ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46）25 ～ 75 mg，及びグリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）8 ～ 24 mg（カンゾウ 1 g の処方），12 ～ 36 mg（カンゾウ 1.5 g の処方）を含む．

製 法 「ニンジン」3 g，「オウギ」3 g，「ビャクジュツ」若しくは「ソウジュツ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「トウキ」3 g，「シャクヤク」3 g，「ジオウ」3 g，「センキュウ」3 g，「ケイヒ」3 g 及び「カンゾウ」1.5 g，又は「ニンジン」2.5 g，「オウギ」2.5 g，「ビャクジュツ」3.5 g，「ブクリョウ」3.5 g，「トウキ」3.5 g，「シャクヤク」3 g，「ジオウ」3.5 g，「センキュウ」3 g，「ケイヒ」3 g 及び「カンゾウ」1 g，又は「ニンジン」3 g，「オウギ」3 g，「ビャクジュツ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「トウキ」3 g，「シャクヤク」3 g，「ジオウ」3 g，「センキュウ」3 g，「ケイヒ」3 g 及び「カンゾウ」1 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，味は甘く，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，水酸化ナトリウム試液15 mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液に1-ブタノール10 mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，1-ブタノール層を分取する．この液に水10 mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，1-ブタノール層を分取する．減圧で溶媒を留去し，残留物にメタノール1 mLを加えて試料溶液とする．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と標準溶液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℃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，標準溶液から得た濃い褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい（ニンジン）．

（**2**）（**1**）の試料溶液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ 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℃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，標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（オウギ）．

（**3**）（ビャクジュツ配合処方） 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 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アトラクチレノリドⅢ 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 10 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/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 1-ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃，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赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ビャクジュツ）．

（**4**）（ソウジュツ配合処方） 乾燥エキス 5.0 g（軟エキスは 15.0 g）をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ヘキサン 25 mL を加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にヘキサン 2 mL を加えて試料溶液とする．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 40 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．次にヘキサン/アセトン混液（7：1）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 0.4 付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，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℃で 5 分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する（ソウジュツ）．

（**5**） 乾燥エキス 1.0 g（軟エキスは 3.0 g）をとり，水 15 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸 5 mL を加え振り混ぜた後，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，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 (*Z*)-リグスチリド 1 mg をメタノール 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ィー〈*2.03*〉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（センキュウ及びトウキ）．

（**6**） 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 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．別にペオニフロリン標準品 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 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，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（シャクヤク）．

（**7**） 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，メタノール 30 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．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 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．次に水/メタノール/1-ブタノール混液（1：1：1）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 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 分間加熱した後，放冷するとき，R_f 値 0.6 付近に暗緑色のスポットを認める（ジオウ）．

（**8**） 次の（ｉ）又は（ⅱ）により試験を行う（ケイヒ）．

（ｉ） 乾燥エキス 10 g（軟エキスは 30 g）を 300 mL の硬質ガラスフラスコにとり，水 100 mL 及びシリコン樹脂 1 mL を加えた後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にヘキサン 2 mL を加える．1 時間加熱還流した後，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 (*E*)-シンナムアルデヒド 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 50 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．次にヘキサン/ジエチルエーテル/メタノール混液（15：5：1）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 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン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だいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

(ⅱ) 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，ヘキサン 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(*E*)-2-メトキシシンナムアルデヒド 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 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．次にヘキサン/酢酸エチル混液（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 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．

（**9**） 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 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）．

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　9.5%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 10.0%以下．

定 量 法

（**1**） ギンセノシド Rb_1 乾燥エキス約 2 g（軟エキスは乾燥物として約 2 g に対応する量）を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）30 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール（3 → 5）15 mL を加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確にとり，水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて 30 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 3 mL を加え，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，カラム（55 ～ 105 μm の前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル 0.36 g を内径約 10 mm のクロマトグラフィー管に注入し，使用直前にメタノールを流し，次に薄めたメタノール（3 → 10）を流して調整したもの）に入れて流出させる．薄めたメタノール（3 → 10）2 mL，炭酸ナトリウム試液 1 mL，更に薄めたメタノール（3 → 10）10 mL の順でカラムを洗い，次にメタノールで流出し，流出液を正確に 5 mL とし，試料溶液とする．別にギンセノシド Rb_1 標準品（別途水分を測定しておく）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，メタノールを加えて正確に 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．それぞれの液のギンセノシド Rb_1 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ギンセノシド Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 5)$

W_S：脱水物に換算したギンセノシド Rb_1 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：203 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用カルバモイル基結合型シリカゲルを充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（4：1）

流量：毎分 1.0 mL （ギンセノシド Rb_1 の保持時間約 16 分）

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシド Rb_1 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 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ギンセノシド Rb_1 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である．

（**2**） ペオニフロリン 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．別にペオニフロリン標準品（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，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 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：20℃付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（850：150：1）

流量：毎分 1.0 mL（ペオニフロリンの保持時間約 9 分）

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は 2.5 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，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である．

（**3**） 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．

貯　法　容　　器　気密容器．

9．42 クロマトグラフィー用担体/充てん剤の項に次を追加する．

カルバモイル基結合型シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．