

1 防己黄耆湯エキス

2 Boiogito Extract

3 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
4 キス当たり、シノメニン4～16 mg及びグリチルリチン酸
5 ($C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93) 12～36 mgを含む。

6 製法

	1)	2)	3)
ボウイ	5 g	5 g	5 g
オウギ	5 g	5 g	5 g
ビャクジュツ	3 g	3 g	—
ソウジュツ	—	—	3 g
ショウキョウ	0.8 g	1 g	1 g
タイソウ	3 g	3 g	3 g
カンゾウ	1.5 g	1.5 g	1.5 g

7 1)～3)の処方に従い生薬をとり、エキス剤の製法により乾
8 燥エキス又は軟エキスとする。又は3)の処方に従い生薬をと
9 り、エキス剤の製法により浸出液を製し、「軽質無水ケイ
10 酸」を添加し乾燥エキスとする。

11 **性状** 本品は淡黄褐色～帯赤褐色の粉末又は黒褐色の軟エキス
12 で、わずかににおいがあり、味は初め甘く、後にわずかに辛
13 く苦い。

14 確認試験

15 (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
16 リウム試液15 mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離し、上澄
17 液を分取する。上澄液に1-ブタノール10 mLを加えて振り
18 混ぜ、遠心分離し、1-ブタノール層を分取する。この液に
19 水10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、1-ブタノール層
20 を分取する。減圧で溶媒を留去し、残留物をメタノール1
21 mLに溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ
22 ー用シノメニン1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液
23 とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー
24 (2.03)により試験を行う。試料溶液10 μ L及び標準溶液2
25 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
26 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
27 /水/酢酸(100)混液(7:5:4:1)を展開溶媒として約7
28 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジメチ
29 ルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ Cで5
30 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
31 ポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た赤～赤褐
32 色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ボウイ)。

33 (2) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは6.0 g)を正確に量り、水
34 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
35 し、上澄液を分取する。上澄液に1-ブタノール10 mLを加
36 えて振り混ぜた後、遠心分離し、1-ブタノール層を分取す
37 る。水層に1-ブタノール10 mLを加えて同様に操作する。
38 1-ブタノール層を合わせ、水10 mLを加えて振り混ぜ、遠
39 心分離し、1-ブタノール層を分取し、減圧で溶媒を留去す
40 る。残留物にメタノール1 mLを正確に加えて溶かし、試料
41 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
42 ドIV 1.0 mgを正確に量り、メタノール10 mLを正確に加
43 えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロ
44 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
45 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

46 調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/1-プロ
47 パノール/水/酢酸(100)混液(7:5:4:1)を展開溶媒とし
48 て約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4
49 -ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、
50 105 $^{\circ}$ Cで5分間加熱した後、放冷するとき、試料溶液から得
51 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
52 た赤褐色のスポットと色調及びR_f値が等しく、そのスポッ
53 トは、標準溶液から得たスポットより大きく、かつ、濃い
54 (オウギ)。

55 (3) (ビャクジュツ配合処方) 乾燥エキス1.0 g (軟エキス
56 は3.0 g)をとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチル
57 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
58 分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物をジエチルエー
59 テル2 mLに溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラ
60 フィー用アトラクチレノリドIII 1 mgをメタノール2 mLに溶
61 かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ
62 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
63 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
64 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
65 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
66 乾する。これに1-ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し、
67 105 $^{\circ}$ Cで5分間加熱した後、放冷するとき、試料溶液から得
68 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
69 た赤～赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ビャクジ
70 ュツ)。

71 (4) (ソウジュツ配合処方) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは
72 6.0 g)をとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、ヘキサン25
73 mLを加えて振り混ぜる。ヘキサン層を分取し、減圧で溶媒
74 を留去した後、残留物をヘキサン0.5 mLに溶かし、試料溶
75 液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03)
76 により試験を行う。試料溶液10 μ Lを薄層クロマトグラフ
77 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
78 ットする。次にヘキサン/アセトン混液(7:1)を展開溶媒と
79 して約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線
80 (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
81 ポットを認める。また、このスポットは、噴霧用4-ジメチ
82 ルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ Cで5
83 分間加熱した後、放冷するとき、帯緑褐色を呈する(ソウジ
84 ュツ)。

85 (5) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mL
86 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
87 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
88 した後、残留物をジエチルエーテル2 mLに溶かし、試料溶
89 液とする。別に薄層クロマトグラフィー用[6]-ギンゲロー
90 ル1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。これ
91 らの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03)により試験
92 を行う。試料溶液20 μ L及び標準溶液5 μ Lを薄層クロマトグ
93 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
94 る。次に酢酸エチル/ヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として
95 約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジ
96 メチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ C
97 で5分間加熱した後、放冷し、水を噴霧するとき、試料溶液
98 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
99 から得た青緑色～灰緑色のスポットと色調及びR_f値が等し

100 い(シヨウキョウ)。
 101 (6) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mL
 102 を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール10 mLを加えて振り
 103 混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロ
 104 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
 105 かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ
 106 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
 107 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
 108 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
 109 /水混液(20 : 3 : 2)を展開溶媒として約7 cm展開した後、
 110 薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105 °Cで
 111 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
 112 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
 113 色調及び R_f 値が等しい(カンゾウ)。

114 純度試験

115 (1) 重金属 (1.07) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは乾燥物
 116 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
 117 調製し、試験を行う(30 ppm以下)。

118 (2) ヒ素 (1.11) 乾燥エキス0.67 g (軟エキスは乾燥物と
 119 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、
 120 試験を行う(3 ppm以下)。

121 乾燥減量 (2.41) 乾燥エキス 11.0 %以下(1 g, 105 °C, 5時
 122 間)。

123 軟エキス 66.7 %以下(1 g, 105 °C, 5時間)。

124 灰分 (5.01) 換算した乾燥物に対し8.0 %以下。ただし、「軽
 125 質無水ケイ酸」を添加したものは9.0 ~18.0 %。

126 定量法

127 (1) シノメニン 乾燥エキス約0.5 g (軟エキスは乾燥物と
 128 して約0.5 gに対応する量)を精密に量り、ジエチルエーテル
 129 20 mLを加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L塩酸試液5.0 mLを
 130 加えて10分間振り混ぜ、遠心分離し、上層を取り除く。ジ
 131 エチルエーテル20 mLを加えて同様に操作し、上層を取り除
 132 く。水層に薄めた水酸化ナトリウム試液(1→10) 5.0 mL及び
 133 メタノール10 mLを加えて15分間振り混ぜ、遠心分離し、
 134 上澄液を分取する。残留物は薄めたメタノール(1→2) 20
 135 mLを加えて15分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取す
 136 る。全上澄液を合わせ、薄めたメタノール(1→2)で正確に50
 137 mLとし、試料溶液とする。別に定量用シノメニンをデシケ
 138 ーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し、その約5 mgを精
 139 密に量り、薄めたメタノール(1→2)に溶かし正確に100 mL
 140 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを
 141 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に
 142 より試験を行い、それぞれの液のシノメニンのピーク面積
 143 A_T 及び A_S を測定する。

144 シノメニンの量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

145 M_S : 定量用シノメニンの秤取量(mg)

146 試験条件

147 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)

148 カラム : 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 149 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 150 化シリカゲルを充填する。

151 カラム温度 : 30 °C付近の一定温度

152 移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム3 gにアセトニトリル
 153 350 mLを加え、振り混ぜた後、水650 mL及びリン
 154 酸1 mLを加えて溶かす。

155 流量 : 毎分1.0 mL (シノメニンの保持時間約18分)

156 システム適合性

157 システムの性能 : 試料溶液、シノメニン標準溶液及び定
 158 量法(2)のグリチルリチン酸標準溶液10 μL につき、上
 159 記条件で操作するとき、試料溶液にシノメニン及びグ
 160 リチルリチン酸のピークを認め、グリチルリチン酸、
 161 シノメニンの順に溶出し、その分離度は4.5以上であ
 162 る。また、グリチルリチン酸のピーク以外にシノメニ
 163 ンのピークの前後に明瞭なピークを認め、シノメニン
 164 とそれぞれのピークとの分離度は1.5以上である。

165 システムの再現性 : 標準溶液10 μL につき、上記の条件
 166 で試験を6回繰り返すとき、シノメニンのピーク面積
 167 の相対標準偏差は1.5 %以下である。

168 (2) グリチルリチン酸 乾燥エキス約0.5 g (軟エキスは乾
 169 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
 170 ノール(1→2) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、
 171 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
 172 品(別途10 mgにつき、電量滴定法により水分 (2.48) を測定
 173 しておく)約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール(1→2)に
 174 溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及
 175 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
 176 トグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のグ
 177 リチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

178 グリチルリチン酸($\text{C}_{42}\text{H}_{62}\text{O}_{16}$)の量(mg)

$$179 = M_S \times A_T / A_S \times 1/2$$

180 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
 181 (mg)

182 試験条件

183 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)

184 カラム : 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 185 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 186 化シリカゲルを充填する。

187 カラム温度 : 40 °C付近の一定温度

188 移動相 : 薄めた酢酸(31) (1→15)/アセトニトリル混液
 189 (13 : 7)

190 流量 : 毎分1.0 mL (グリチルリチン酸の保持時間約12
 191 分)

192 システム適合性

193 システムの性能 : 標準溶液10 μL につき、上記の条件で
 194 操作するとき、グリチルリチン酸のピークの理論段数
 195 及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5
 196 以下である。

197 システムの再現性 : 標準溶液10 μL につき、上記の条件
 198 で試験を6回繰り返すとき、グリチルリチン酸のピー
 199 ク面積の相対標準偏差は1.5 %以下である。

200 貯法 容器 気密容器。

201 -----

202 **9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。**

203 シノメニン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{19}H_{23}NO_4$ 白色又
204 は微褐色の結晶性の粉末である。メタノールに溶けやすく、
205 エタノール(99.5)にやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。
206 **確認試験** 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25)
207 の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2830 cm^{-1} 、
208 1687 cm^{-1} 、 1630 cm^{-1} 、 1441 cm^{-1} 及び 1279 cm^{-1} 付近に吸収
209 を認める。

210 **純度試験** 類縁物質 本品 5 mg をメタノール 2 mL に溶かし、
211 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを
212 加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び
213 標準溶液 $10\text{ }\mu\text{L}$ につき、「防己黄耆湯エキス」の確認試験(1)
214 を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.2 の
215 主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットよ
216 り濃くない。

217 シノメニン，定量用 $C_{19}H_{23}NO_4$ シノメニン，薄層クロマト
218 グラフィー用。ただし、次の試験に適合するもの。

219 **確認試験** 本品のメタノール溶液(1→25000)につき、紫外
220 可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定する
221 とき、波長 $259\sim 263\text{ nm}$ に吸収の極大を示す。

222 **純度試験** 類縁物質 本品 5 mg を水/アセトニトリル混液
223 (7:3) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正
224 確に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて正確に
225 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10
226 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) によ
227 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
228 法により測定するとき、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液
229 のシノメニン以外のピークの合計面積は、標準溶液のシノメ
230 ニンのピーク面積より大きくない。

231 **試験条件**

232 カラム，カラム温度，移動相及び流量は「防己黄耆湯エ
233 キス」の定量法(1)の試験条件を準用する。

234 検出器：紫外吸光度計(測定波長： 261 nm)

235 面積測定範囲：シノメニンの保持時間の約3倍の範囲

236 システム適合性

237 システムの性能：標準溶液 $10\text{ }\mu\text{L}$ につき、上記の条件で
238 操作するとき、シノメニンのピークの理論段数及びシ
239 ンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、 1.5 以下で
240 ある。

241