

1 防風通聖散エキス

2 Bofutsushosan 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 キス当たりペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$: 480.46) 9~36 mg,
5 総アルカロイド[エフェドリン($C_{10}H_{15}NO$: 165.23)及びプソ
6 イドエフェドリン($C_{10}H_{15}NO$: 165.23)] 4~12 mg, バイカ
7 リン($C_{21}H_{18}O_{11}$: 446.36) 54~162 mg及びグリチルリチン酸
8 ($C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93) 16~48 mgを含む。

9 製法

	1)	2)	3)	4)	5)	6)
トウキ	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g
ジャクヤク	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g
センキュウ	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g
サンシシ	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g
レンギョウ	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g
ハッカ	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g
ショウキョウ	0.3 g	0.3 g	0.4 g	0.4 g	1.2 g	0.3 g
ケイガイ	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g
ボウフウ	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	—
ハマボウフウ	—	—	—	—	—	1.2 g
マオウ	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g	1.2 g
ダイオウ	1.5 g	1.5 g	1.5 g	1.5 g	1.5 g	1.5 g
ボウショウ	—	1.5 g	—	1.5 g	—	—
無水ボウショウ	0.7 g	—	0.75 g	—	1.5 g	0.75 g
ビャクジュツ	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g
キキョウ	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g
オウゴン	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g
カンゾウ	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g
セッコウ	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g	2 g
カッセキ	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g

10 1)~6)の処方に従い生薬をとり、エキス剤の製法により乾
11 燥エキス又は軟エキスとする。

12 **性状** 本品は黄褐色~褐色の粉末又は黒褐色の軟エキスで、わ
13 ずかにかにおいがあり、味は甘く、わずかに苦い。

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10 mL
16 を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル10 mLを加えて振
17 り混ぜ、遠心分離する。ジエチルエーテル層を分取し、水酸
18 化ナトリウム試液10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、ジ
19 エチルエーテル層を分取し、試料溶液とする。別に薄層クロ
20 マトグラフィー用(Z)-リグスチリド1 mgをメタノール10
21 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク
22 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
23 及び標準溶液10 μ Lを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル
24 を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸ブチル/
25 ヘキサン混液(2:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄
26 層板を風乾する。これに紫外線(主波長365 nm)を照射する
27 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
28 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
29 調及び R_f 値が等しい(トウキ及びセンキュウ)。

30 (2) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mL
31 を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール10 mLを加えて振り
32 混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロ
33 マトグラフィー用ペオニフロリン1 mgをメタノール1 mLに

34 溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマト
35 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
36 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
37 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
38 ール/アンモニア水(28)混液(6:3:2)を展開溶媒として約7
39 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに4-メトキシベン
40 ズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ Cで1分間加
41 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
42 スポットは、標準溶液から得た赤紫色~紫色のスポットと色
43 調及び R_f 値が等しい(ジャクヤク)。

44 (3) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mL
45 を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール10 mLを加えて振り
46 混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロ
47 マトグラフィー用ゲンポシド1 mgをメタノール1 mLに溶か
48 し、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ
49 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
50 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
51 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
52 /アンモニア水(28)混液(6:3:2)を展開溶媒として約7 cm
53 展開した後、薄層板を風乾する。これに4-メトキシベンズ
54 アルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ Cで1分間加熱
55 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
56 ットは、標準溶液から得た赤紫色~紫色のスポットと色調
57 及び R_f 値が等しい(サンシシ)。

58 (4) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mL
59 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
60 ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にレンギョウ
61 の粉末1.0 gをとり、メタノール10 mLを加えて振り混ぜ、
62 遠心分離し、上澄液を標準溶液とする。これらの液につき、
63 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶
64 液20 μ L及び標準溶液10 μ Lを薄層クロマトグラフィー用シ
65 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
66 ットする。次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水(28)
67 混液(10:2:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層
68 板を風乾する。これに4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸
69 試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ Cで5分間加熱した後、放冷する
70 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
71 トは、標準溶液から得た赤紫色のスポット(R_f 値0.4付近)と
72 色調及び R_f 値が等しい(レンギョウ)。

73 (5) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは6.0 g)をとり、薄めたリ
74 ン酸(1 \rightarrow 30) 10 mLを加えて振り混ぜた後、酢酸エチル15
75 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とす
76 る。別にハッカの粉末0.2 gに薄めたリン酸(1 \rightarrow 30) 10 mLを
77 加えて振り混ぜた後、酢酸エチル15 mLを加えて振り混ぜ、
78 遠心分離し、上澄液を標準溶液とする。これらの液につき、
79 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶
80 液及び標準溶液20 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリ
81 カゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセト
82 ン/酢酸エチル/水/酢酸(100)混液(10:10:3:1)を展開
83 溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに
84 2,6-ジブromo-N-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン
85 試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ Cで5分間加熱するとき、試料溶
86 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
87 液から得た赤褐色のスポット(R_f 値0.4付近)と色調及び R_f 値

- 88 が等しい(ハッカ)。
- 89 (6) 次の(i)又は(ii)により試験を行う(ショウキョウ)。
- 90 (i) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mLを
91 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
92 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
93 た後、残留物をジエチルエーテル2 mLに溶かし、試料溶液
94 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
95 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの
96 液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行
97 う。試料溶液20 μ L及び標準溶液5 μ Lを薄層クロマトグラ
98 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。
99 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
100 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジメチ
101 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
102 分間加熱した後、放冷し、水を噴霧するとき、試料溶液から
103 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
104 得た青緑色~灰緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。
- 105 (ii) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10 mLを
106 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
107 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
108 た後、残留物をジエチルエーテル2 mLに溶かし、試料溶液
109 とする。別に薄層クロマトグラフィー用[6]-ショウガオー
110 ル1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。これ
111 らの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験
112 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
113 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
114 る。次に酢酸エチル/ヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として
115 約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジ
116 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
117 で5分間加熱した後、放冷し、水を噴霧するとき、試料溶液
118 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
119 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
120 い。
- 121 (7) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、0.1 mol/L
122 塩酸試液10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル
123 25 mLを加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、
124 減圧で溶媒を留去した後、残留物をメタノール1 mLに溶か
125 し、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ロスマ
126 リン酸1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。
127 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により
128 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
129 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
130 トする。次に酢酸エチル/水/酢酸(100)混液(60:1:1)を
131 展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。こ
132 れに塩化鉄(III)試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得
133 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
134 た帯緑褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(ケイガイ及
135 びハッカ)。
- 136 (8) (ボウフウ配合処方) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは6.0
137 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
138 後、1-ブタノール5 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上
139 澄液を試料溶液とする。別に4'-*O*-グルコシル-5-*O*-メ
140 チルピサミノール1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶
141 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー 142
- 142 (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
143 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
144 層板にスポットする。次に酢酸エチル/1-プロパノール/
145 水/酢酸(100) (7:5:4:1)を展開溶媒として約7 cm展開し
146 た後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、
147 105 $^{\circ}$ Cで2分間加熱した後、紫外線(主波長365 nm)を照射す
148 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
149 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
150 色調及び R_f 値が等しい(ボウフウ)。
- 151 (9) (ハマボウフウ配合処方) 乾燥エキス0.5 g (軟エキス
152 は1.5 g)をとり、酢酸エチル5 mLを加え、還流冷却器を付け
153 て水浴上で30分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液を試料溶
154 液とする。別に薄層クロマトグラフィー用スコポレチン1
155 mgをメタノール10 mLに溶かし、標準溶液とする。これら
156 の液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を
157 行う。試料溶液20 μ L及び標準溶液2 μ Lを薄層クロマトグ
158 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。
159 次に酢酸エチル/ヘキサン(3:1)を展開溶媒として約7 cm展
160 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、
161 105 $^{\circ}$ Cで5分間加熱した後、紫外線(主波長365 nm)を照射す
162 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
163 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
164 色調及び R_f 値が等しい(ハマボウフウ)。
- 165 (10) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水酸化
166 ナトリウム試液10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエー
167 テル10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶
168 液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03)
169 により試験を行う。試料溶液15 μ Lを薄層クロマトグラフィ
170 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
171 に1-プロパノール/酢酸エチル/水/酢酸(100)混液(4:
172 4:2:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風
173 乾する。これに噴霧用ニンヒドリン・エタノール試液を均等
174 に噴霧し、105 $^{\circ}$ Cで5分間加熱するとき、 R_f 値0.5付近に赤紫
175 色のスポットを認める(マオウ)。
- 176 (11) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10
177 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25 mLを加
178 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
179 留去した後、残留物をジエチルエーテル2 mLに溶かし、試
180 料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用レイン1 mg
181 をアセトン10 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液に
182 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。
183 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
184 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
185 酢酸エチル/メタノール/水混液(20:3:2)を展開溶媒とし
186 て約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主
187 波長365 nm)を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポ
188 ットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た橙色の蛍光
189 を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい(ダイオウ)。
- 190 (12) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10
191 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25 mLを加
192 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
193 留去した後、残留物をジエチルエーテル2 mLに溶かし、試
194 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
195 ノリドIII 1 mgをメタノール2 mLに溶かし、標準溶液とする。

196 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により
 197 試験を行う。試料溶液20 μL 及び標準溶液5 μL を薄層クロマ
 198 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
 199 トする。次にヘキサン/酢酸エチル混液(2:1)を展開溶媒と
 200 して約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに1-ナフ
 201 トール・硫酸試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}\text{C}$ で5分間加熱した
 202 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
 203 1個のスポットは、標準溶液から得た赤～赤紫色のスポット
 204 と色調及び R_f 値が等しい(ビャクジュツ)。
 205 (13) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは6.0 g)をとり、炭酸ナ
 206 トリウム試液10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタノール
 207 5 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液と
 208 する。別にキキョウの粉末2.0 gをとり、炭酸ナトリウム試
 209 液10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタノール5 mLを加え
 210 て振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を標準溶液とする。これら
 211 の液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を
 212 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
 213 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。
 214 次に1-プロパノール/酢酸エチル/水混液(4:4:3)を展開
 215 溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに
 216 1,3-ナフタレンジオール試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}\text{C}$ で5分
 217 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
 218 個のスポットは、標準溶液から得た青紫色のスポット(R_f 値
 219 0.4付近)と色調及び R_f 値が等しい(キキョウ)。
 220 (14) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10
 221 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25 mLを加え
 222 て振り混ぜ、遠心分離する。ジエチルエーテル層を分取し、
 223 減圧で溶媒を留去した後、残留物をジエチルエーテル2 mL
 224 に溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用
 225 オウゴン1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とす
 226 る。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) に
 227 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
 228 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
 229 ポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸(100)混液
 230 (10:10:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を
 231 風乾する。これに塩化鉄(III)・メタノール試液を均等に噴霧
 232 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
 233 ポットは、標準溶液から得た黄褐色～灰褐色のスポットと色
 234 調及び R_f 値が等しい(オウゴン)。
 235 (15) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水10
 236 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタノール10 mLを加えて
 237 振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層
 238 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
 239 に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマ
 240 トグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準
 241 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
 242 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
 243 ノール/水混液(20:3:2)を展開溶媒として約7 cm展開し
 244 た後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、
 245 105 $^{\circ}\text{C}$ で5分間加熱した後、紫外線(主波長365 nm)を照射す
 246 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
 247 ポットは、標準溶液から得た黄緑色の蛍光を発するスポットと
 248 色調及び R_f 値が等しい(カンゾウ)。
 249 (16) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは6.0 g)をるつぼにとり、

250 550 $^{\circ}\text{C}$ で強熱し、灰化する。残留物に水60 mLを加えて振り
 251 混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液にシ
 252 ユウ酸アンモニウム試液を加えると白色の沈殿を生じる。こ
 253 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、
 254 溶ける(セッコウ)。
 255 (17) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは6.0 g)をるつぼにとり、
 256 550 $^{\circ}\text{C}$ で強熱し、灰化する。残留物に水60 mLを加えてよく
 257 振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液
 258 は硫酸塩の定性反応(1) (1.09) を呈する(セッコウ及びボウシ
 259 ヨウ又は無水ボウシヨウ)。

純度試験

261 (1) 重金属 (1.07) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは乾燥物
 262 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
 263 調製し、試験を行う(30 ppm以下)。
 264 (2) ヒ素 (1.11) 乾燥エキス0.67 g (軟エキスは乾燥物と
 265 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、
 266 試験を行う(3 ppm以下)。

267 乾燥減量 (2.41) 乾燥エキス 9.0 %以下(1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 5時
 268 間)。

269 軟エキス 66.7 %以下(1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 5時間)。

270 灰分 (5.01) 換算した乾燥物に対し、10.0~22.0 %。

定量法

272 (1) ペオニフロリン 乾燥エキス約0.5 g (軟エキスは乾燥
 273 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
 274 ール(1 \rightarrow 2) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ
 275 過する。ろ液5 mLを正確に量り、あらかじめ、カラムクロ
 276 マトグラフィー用ポリアミド2 gを用いて調製したカラムに
 277 入れ、水20 mLで流出させた後、酢酸(100) 1 mL及び水を加
 278 えて正確に25 mLとし、試料溶液とする。別にペオニフロリ
 279 ン標準品(別途10 mgにつき、電量滴定法により水分 (2.48)
 280 を測定しておく)約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール
 281 (1 \rightarrow 2)に溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確
 282 に量り、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)を加えて正確に20 mLとし、
 283 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
 284 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試
 285 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
 286 及び A_S を測定する。

287 ペオニフロリン($\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_{11}$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 5/8$

288 M_S : 脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量
 289 (mg)

試験条件

290 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 232 nm)

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

294 カラム温度: 20 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

295 移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液(850:150:
 296 1)

297 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

298 システムの性能: ペオニフロリン標準品及びアルビフロ
 299 リン1 mgずつを薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)に溶かし、
 300
 301

302 10 mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操
303 作するとき、アルピフロリン、ペオニフロリンの順に
304 溶出し、その分離度は2.5以上である。

305 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
306 で試験を6回繰り返すとき、ペオニフロリンのピーク
307 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

308 (2) 総アルカロイド(エフェドリン及びプソイドエフェド
309 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
310 に対応する量)を精密に量り、ジエチルエーテル20 mLを加
311 えて振り混ぜた後、0.1 mol/L塩酸試液3.0 mLを加えて10分
312 間振り混ぜ、遠心分離し、上層を取り除いた後、ジエチルエ
313 ーテル20 mLを加えて同様に操作し、上層を取り除く。水層
314 にアンモニア試液1.0 mL及びジエチルエーテル20 mLを加
315 えて30分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。水
316 層にアンモニア試液1.0 mL及びジエチルエーテル20 mLを
317 加えて、更にこの操作を2回行う。全上澄液を合わせ、減圧
318 で溶媒を留去した後、残留物を薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)に溶
319 かして正確に50 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を
320 試料溶液とする。別に生薬定量用エフェドリン塩酸塩を
321 105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約10 mgを精密に量り、薄めた
322 メタノール(1 \rightarrow 2)に溶かして正確に100 mLとする。この液
323 10 mLを正確に量り、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)を加えて正確
324 に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10
325 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
326 (2.01)により試験を行い、試料溶液のエフェドリン及びプソ
327 イドエフェドリンのピーク面積 A_{TE} 及び A_{TP} 並びに標準溶液
328 のエフェドリンのピーク面積 A_S を測定する。

329 総アルカロイド[エフェドリン($C_{10}H_{15}NO$)及びプソイドエフ
330 エドリン($C_{10}H_{15}NO$)]の量(mg)
331 $=M_S \times (A_{TE} + A_{TP}) / A_S \times 1/10 \times 0.819$

332 M_S ：生薬定量用エフェドリン塩酸塩の秤取量(mg)

333 試験条件

334 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

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

338 カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

339 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム5 gにアセトニトリル
340 350 mLを加えて振り混ぜた後、水650 mL及びリン
341 酸1 mLを加えて溶かす。

342 流量：毎分1.0 mL(エフェドリンの保持時間約27分)

343 システム適合性

344 システムの性能：生薬定量用エフェドリン塩酸塩及びプ
345 ソイドエフェドリン塩酸塩1 mgずつを薄めたメタノ
346 ール(1 \rightarrow 2)に溶かして10 mLとする。この液10 μ Lに
347 つき、上記の条件で操作するとき、プソイドエフェド
348 リン、エフェドリンの順に溶出し、その分離度は1.5
349 以上である。

350 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
351 で試験を6回繰り返すとき、エフェドリンのピーク面
352 積の相対標準偏差は1.5%以下である。

353 (3) バイカリン 乾燥エキス約0.1 g (軟エキスは乾燥物と

354 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
355 (7 \rightarrow 10) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、
356 試料溶液とする。別にバイカリン標準品(別途10 mgにつき、
357 電量滴定法により水分(2.48)を測定しておく)約10 mgを精
358 密に量り、メタノールに溶かし、正確に100 mLとする。こ
359 の液5 mLを正確に量り、薄めたメタノール(7 \rightarrow 10)を加えて
360 正確に10 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
361 10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
362 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のバイカリンの
363 ピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

364 バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg) $= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

365 M_S ：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

366 試験条件

367 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：277 nm)

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

371 カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

372 移動相：薄めたリン酸(1 \rightarrow 200)/アセトニトリル混液
373 (19 : 6)

374 流量：毎分1.0 mL(バイカリンの保持時間約10分)

375 システム適合性

376 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
377 操作するとき、バイカリンのピークの理論段数及びシン
378 ンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下で
379 ある。

380 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
381 で試験を6回繰り返すとき、バイカリンのピーク面積
382 の相対標準偏差は1.5%以下である。

383 (4) グリチルリチン酸 本品約0.5 g (軟エキスは乾燥物と
384 して約0.5 gに対応する量)を精密に量り、酢酸エチル20 mL
385 及び水10 mLを加えて10分間振り混ぜる。これを遠心分離
386 し、上層を取り除いた後、酢酸エチル20 mLを加えて同様に
387 操作し、上層を取り除く。得られた水層にメタノール10 mL
388 を加えて30分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取
389 する。残留物に薄めたメタノール(1 \rightarrow 2) 20 mLを加えて5分
390 間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取し、先の上澄液
391 と合わせ、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)を加えて正確に50 mLと
392 し、試料溶液とする。別にグリチルリチン酸標準品(別途10
393 mgにつき、電量滴定法により水分(2.48)を測定しておく)
394 約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)に溶かして
395 正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
396 液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ
397 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のグリチルリ
398 チン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

399 グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)

400 $= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

401 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
402 (mg)

403 試験条件

404 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

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

408 カラム温度：40℃付近の一定温度

409 移動相：薄めた酢酸(31) (1→15)／アセトニトリル混液
410 (13：7)

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

413 システム適合性

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

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

421 貯法 容器 気密容器。

422 -----

423 **9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。**

424 キキョウ [医薬品各条]

425 レンギョウ [医薬品各条]