

1 桃核承気湯エキス

2 Tokakujokito 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、アミグダリン38～152 mg、(E)-ケイ皮酸1～
5 4 mg、センノシドA (C₄₂H₃₈O₂₀ : 862.74) 3 mg以上又はレイ
6 ン9 mg以上及びグリチルリチン酸(C₄₂H₆₂O₁₆ : 822.93) 13～
7 39 mgを含む。

8 製法

	1)	2)	3)
トウニン	5 g	5 g	5 g
ケイヒ	4 g	4 g	4 g
ダイオウ	3 g	3 g	3 g
カンゾウ	1.5 g	1.5 g	1.5 g
無水ボウショウ	1 g	0.9 g	—
ボウショウ	—	—	2 g

9 1)～3)の処方に従い生薬をとり、エキス剤の製法により乾
10 燥エキスとする。又は2)の処方に従い生薬をとり、エキス剤
11 の製法により浸出液を製し、「軽質無水ケイ酸」を添加し乾
12 燥エキスとする。

13 性状 本品は緑黄褐色～濃い褐色の粉末で、特異なおいがあ
14 り、味は塩味があり、やや渋く、後にやや甘い。

15 確認試験

16 (1) 本品1.0 gをとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、
17 1-ブタノール10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄
18 液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用アミグ
19 ダリン2 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。
20 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により
21 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
22 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
23 トする。次に1-プロパノール/酢酸エチル/水混液(4 :
24 4 : 3)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾す
25 る。これに4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等
26 に噴霧し、105 °Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得
27 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
28 た緑褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(トウニン)。

29 (2) 次の(i)又は(ii)により試験を行う(ケイヒ)。

30 (i) 本品10 gを300 mLの硬質ガラスフラスコに入れ、水
31 100 mL及びシリコーン樹脂1 mLを加えた後、精油定量器を
32 装着し、定量器の上端に還流冷却器を付け、加熱し、沸騰さ
33 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
34 れ、更にヘキサン2 mLを加える。1時間加熱還流した後、ヘ
35 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
36 ィー用(E)-シンナムアルデヒド1 mgをメタノール1 mLに
37 溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマト
38 グラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液40 μL及び
39 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
40 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
41 チル混液(2 : 1)を展開溶媒として、約7 cm展開した後、薄層
42 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
43 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
44 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
45 トと色調及びR_f値が等しい。

46 (ii) 本品2.0 gをとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、ヘ
47 キサン5 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料
48 溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用(E)-2-メト
49 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、
50 標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ
51 ー (2.03) により試験を行う。試料溶液40 μL及び標準溶液2
52 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
53 た薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル混液
54 (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
55 る。これに紫外線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶
56 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
57 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
58 が等しい。

59 (3) 本品1.0 gをとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、
60 ジエチルエーテル10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上
61 澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用レイ
62 ン1 mgをアセトン10 mLに溶かし、標準溶液とする。これ
63 らの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験
64 を行う。試料溶液10 μL及び標準溶液5 μLを薄層クロマト
65 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
66 る。次に酢酸エチル/メタノール/水混液(20 : 3 : 2)を展開
67 溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに
68 紫外線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶液から得た
69 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
70 橙色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(ダイ
71 オウ)。

72 (4) 本品1.0 gをとり、水10 mLを加えて振り混ぜた後、
73 1-ブタノール10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄
74 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
75 リチン1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。
76 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により
77 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
78 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
79 トする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液(20 : 3 : 2)を
80 展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。こ
81 れに希硫酸を均等に噴霧し、105 °Cで5分間加熱するとき、
82 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、
83 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
84 い(カンゾウ)。

85 純度試験

86 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0 gをとり、エキス剤(4)に従い
87 検液を調製し、試験を行う(30 ppm以下)。

88 (2) ヒ素 (1.11) 本品0.67 gをとり、第3法により検液を
89 調製し、試験を行う(3 ppm以下)。

90 乾燥減量 (2.41) 乾燥エキス 8.0 %以下(1 g, 105 °C, 5時
91 間)。

92 灰分 (5.01) 20.0～40.0 %。

93 定量法

94 (1) アミグダリン 本品約0.5 gを精密に量り、薄めたメ
95 タノール(1→2) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、
96 ろ過する。ろ液5 mLを正確に量り、あらかじめ、カラムク
97 ロ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
98 に入れ、水で流出させ、流出液を正確に20 mLとし、試料溶
99 液とする。別に定量用アミグダリンをデシケーター(シリカ

100 ゲル)で24時間以上乾燥し、その約10 mgを精密に量り、薄
101 めたメタノール(1→2)に溶かし、正確に50 mLとし、標準溶
102 液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、
103 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
104 い、それぞれの液のアミグダリンのピーク面積 A_T 及び A_S を
105 測定する。

106 アミグダリンの量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 4$

107 M_S : 定量用アミグダリンの秤取量(mg)

108 試験条件

109 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 210 nm)

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

113 カラム温度: 45 °C付近の一定温度

114 移動相: 0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液/メタ
115 ノール混液(5: 1)

116 流量: 毎分0.8 mL (アミグダリンの保持時間約12分)

117 システム適合性

118 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
119 操作するとき、アミグダリンのピークの理論段数及び
120 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下
121 である。

122 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
123 で試験を6回繰り返すとき、アミグダリンのピーク面
124 積の相対標準偏差は1.5 %以下である。

125 (2) (E)-ケイ皮酸 本操作は遮光した容器を用いて行う。
126 本品約0.5 gを精密に量り、ジエチルエーテル20 mL及び水
127 10 mLを加えて10分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液
128 を分取する。残留物にジエチルエーテル20 mLを加えて同様
129 に操作し、これを2回繰り返す。全上澄液を合わせ、減圧で
130 溶媒を留去した後、残留物を薄めたメタノール(1→2)に溶か
131 し、正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に定量用(E)-
132 ケイ皮酸約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール(1→2)に
133 溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、
134 薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100 mLとし、標準
135 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、
136 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
137 い、それぞれの液の(E)-ケイ皮酸のピーク面積 A_T 及び A_S を
138 測定する。

139 (E)-ケイ皮酸の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

140 M_S : 定量用(E)-ケイ皮酸の秤取量(mg)

141 試験条件

142 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 273 nm)

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

146 カラム温度: 40 °C付近の一定温度

147 移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液(800: 200:
148 1)

149 流量: 毎分1.0 mL [(E)-ケイ皮酸の保持時間約22分]

150 システム適合性

151 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
152 操作するとき、(E)-ケイ皮酸のピークの理論段数及
153 びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以
154 下である。

155 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
156 で試験を6回繰り返すとき、(E)-ケイ皮酸のピーク
157 面積の相対標準偏差は1.5 %以下である。

158 (3) センノシドA 本品約0.5 gを精密に量り、酢酸エチル
159 20 mL及び水10 mLを加えて10分間振り混ぜる。これを遠心分
160 離し、上層を取り除いた後、酢酸エチル20 mLを加えて同様に操
161 作し、上層を取り除く。得られた水層にメタノール10 mLを加えて
162 30分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物
163 に薄めたメタノール(1→2) 20 mLを加えて5分間振り混ぜた後、
164 遠心分離し、上澄液を分取し、先の上澄液と合わせ、薄めたメタ
165 ノール(1→2)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に
166 センノシドA標準品(別途10 mgにつき、電量滴定法により水分
167 (2.48) を測定しておく)約5 mgを精密に量り、薄めたメタ
168 ノール(1→2)に溶かし、正確に200 mLとし、標準溶液とする。
169 試料溶液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条
170 件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、そ
171 れぞれの液のセンノシドAのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

172 センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

173 M_S : 脱水物に換算したセンノシドA標準品の秤取量(mg)

174 試験条件

175 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 340 nm)

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

179 カラム温度: 50 °C付近の一定温度

180 移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液(840: 160:
181 1)

182 流量: 毎分1.0 mL (センノシドAの保持時間約20分)

183 システム適合性

184 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
185 操作するとき、センノシドAのピークの理論段数及び
186 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下
187 である。

188 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
189 で試験を6回繰り返すとき、センノシドAのピーク面
190 積の相対標準偏差は1.5 %以下である。

191 (4) レイン 本品約0.5 gを精密に量り、水80 mLを加え
192 て振り混ぜた後、水を加えて正確に100 mLとする。この液
193 5 mLを正確に量り、塩化鉄(III)試液20 mLを加え、還流冷
194 却器を付けて水浴中で30分間加熱した後、塩酸3 mLを加え、
195 更に還流冷却器を付けて30分間加熱する。冷後、ジエチル
196 エーテル25 mLずつで3回抽出し、全ジエチルエーテル層を
197 合わせ、減圧で溶媒を留去した後、残留物をメタノールに溶
198 かし、正確に20 mLとし、試料溶液とする。別に定量用レイ
199 ン約5 mgを精密に量り、アセトンに溶かし、正確に100 mL
200 とする。この液10 mLを正確に量り、メタノールを加えて正
201 確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
202 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

203 ー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のレインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

205 レインの量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 4 / 5$

206 M_S : 定量用レインの秤取量(mg)

207 試験条件

208 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 278 nm)

209 カラム : 内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5
210 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
211 化シリカゲルを充填する。

212 カラム温度 : 50 °C付近の一定温度

213 移動相 : 水/アセトニトリル/リン酸混液(650 : 350 :
214 1)

215 流量 : 毎分1.0 mL (レインの保持時間約17分)

216 システム適合性

217 システムの性能 : 標準溶液10 μL につき, 上記の条件で
218 操作するとき, レインのピークの理論段数及びシンメ
219 トリー係数は, それぞれ5000段以上, 1.5以下である。
220 システムの再現性 : 標準溶液10 μL につき, 上記の条件
221 で試験を6回繰り返すとき, レインのピーク面積の相
222 対標準偏差は1.5 %以下である。

223 (5) グリチルリチン酸 本品約0.5 gを精密に量り, 酢酸
224 エチル20 mL及び水10 mLを加えて10分間振り混ぜる。こ
225 れを遠心分離し, 上層を取り除いた後, 酢酸エチル20 mLを
226 加えて同様に操作し, 上層を取り除く。得られた水層にメタ
227 ノール10 mLを加えて30分間振り混ぜた後, 遠心分離し,
228 上澄液を分取する。残留物に薄めたメタノール(1→2) 20
229 mLを加えて5分間振り混ぜた後, 遠心分離し, 上澄液を分
230 取し, 先の上澄液と合わせ, 薄めたメタノール(1→2)を加え
231 て正確に50 mLとし, 試料溶液とする。別にグリチルリチン
232 酸標準品(別途10 mgにつき, 電量滴定法により水分 (2.48)
233 を測定しておく)約10 mgを精密に量り, 薄めたメタノール
234 (1→2)に溶かし, 正確に100 mLとし, 標準溶液とする。試
235 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
236 体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, それぞれ
237 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。

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

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

240 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
241 (mg)

242 試験条件

243 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)

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

247 カラム温度 : 40 °C付近の一定温度

248 移動相 : 薄めた酢酸(31) (1→15)/アセトニトリル混液
249 (13 : 7)

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

252 システム適合性

253 システムの性能 : 標準溶液10 μL につき, 上記の条件で

254 操作するとき, グリチルリチン酸のピークの理論段数
255 及びシンメトリー係数は, それぞれ5000段以上, 1.5
256 以下である。

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

260 貯法 容器 気密容器。

261

262 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

263 レイン, 定量用 $\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{O}_6$ レイン, 薄層クロマトグラフィー
264 用。ただし, 次の試験に適合するもの。なお, 本品は定量
265 法で求めた含量で補正して用いる。

266 吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (257 nm) : 678~720 (3 mg, メタノール,
267 500 mL)。

268 ピークの単一性 本品1 mgをアセトン100 mLに溶かし, 試
269 料溶液とする。試料溶液10 μL につき, 次の条件で液体クロ
270 マトグラフィー (2.01) により試験を行い, レインのピーク
271 の頂点及び頂点の前後でピーク高さの midpoint 付近の2時点を含
272 む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較
273 するとき, スペクトルの形状に差がない。

274 試験条件

275 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 257 nm)

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

279 カラム温度 : 50 °C付近の一定温度

280 移動相 : 水/アセトニトリル/リン酸混液(650 : 350 :
281 1)

282 流量 : レインの保持時間が約14分になるように調整す
283 る。

284 システム適合性

285 システムの性能は, 「乙字湯エキス」の定量法(5)のシ
286 ステム適合性を準用する。

287 定量法 ウルトラマイクロ化学はかりを用い, 本品5 mg及び
288 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 1 mgをそれぞれ精密
289 に量り, 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスル
290 ホキシド1 mLに溶かし, 試料溶液とする。この液を外径5
291 mmのNMR試料管に入れ, 核磁気共鳴スペクトル測定用
292 DSS- d_6 を内部基準物質として, 次の試験条件で核磁気共鳴
293 スペクトル測定法((2.21) 及び (5.01))により, ^1H NMRを
294 測定する。内部基準物質のシグナルを δ 0 ppmとし, δ 8.16
295 ppm付近のシグナルの面積強度A (水素数1に相当)を算出す
296 る。

297 レイン($\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{O}_6$)の量(%)

298 = $M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.2668$

299 M : 本品の秤取量(mg)

300 M_S : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 の秤取量(mg)

301 I : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 のシグナルの面
302 積強度を9.000としたときのシグナルの面積強度

303 N : Aに由来するシグナルの水素数

304 P : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 の純度(%)

305 試験条件
306 装置：¹H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク
307 トル測定装置
308 測定対象とする核：¹H
309 デジタル分解能：0.25以下
310 観測スペクトル幅：-5～15 ppmを含む20 ppm以上
311 スピニング：オフ
312 パルス角：90°
313 ¹³C核デカップリング：あり
314 遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
315 積算回数：8回以上
316 ダミーキャン：2回以上
317 測定温度：20～30℃の一定温度
318 システム適合性
319 検出の確認：試料溶液につき、上記の条件で測定すると
320 き、 δ 8.16 ppm付近のシグナルのSN比は100以上で
321 ある。
322 システムの性能：試料溶液につき、上記の条件で測定す
323 るとき、 δ 8.16 ppm付近のシグナルについて、明ら
324 かな混在物のシグナルが重なっていないことを確認す
325 る。
326 システムの再現性：試料溶液につき、上記の条件で測定
327 を6回繰り返すとき、面積強度Aの内標準物質の面積
328 強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である。
329
330
331