

1 温清飲エキス

2 Unseiin 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) 24 ~ 72
5 mg (シャクヤク3 gの処方), 32 ~ 96 mg (シャクヤク4 gの
6 処方), バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$: 446.36) 39 ~ 117 mg (オウ
7 ゴン1.5 gの処方), 78 ~ 234 mg (オウゴン3 gの処方)及びベ
8 ルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$: 371.81)として]
9 20 ~ 60 mgを含む。

10 製法

	1)	2)	3)
トウキ	4 g	4 g	3 g
ジオウ	4 g	4 g	3 g
シャクヤク	3 g	4 g	3 g
センキュウ	3 g	4 g	3 g
オウゴン	3 g	3 g	1.5 g
サンシシ	2 g	2 g	1.5 g
オウレン	1.5 g	1.5 g	1.5 g
オウバク	1.5 g	1.5 g	1.5 g

11 1) ~ 3)の処方に従い生薬をとり、エキス剤の製法により
12 乾燥エキス又は軟エキスとする。

13 **性状** 本品は黄褐色〜ごく暗い褐色の粉末又は黒褐色の軟エキ
14 スで、僅かなにおいがあり、味は初め僅かに甘く、辛い。

15 確認試験

16 (1) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)をとり、水15 mL
17 及び0.1 mol/L塩酸5 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエ
18 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
19 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
20 2 mLを加え、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー
21 用(Z)-リグスチリド試液を標準溶液とする。これらの液
22 につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。
23 試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー
24 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
25 酢酸ブチル/ヘキサン混液(2: 1)を展開溶媒として約7 cm展
26 開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長365
27 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
28 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
29 るスポットと色調及び R_f 値が等しい(トウキ・センキュウ)。

30 (2) 乾燥エキス0.5 g (軟エキスは1.5 g)をとり、メタノー
31 ル10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液
32 とする。別にペオニフロリン標準品又は薄層クロマトグラフ
33 ー用ペオニフロリン1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標
34 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
35 (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを
36 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
37 板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液
38 (20: 3: 2)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を
39 風乾する。これに4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液
40 を均等に噴霧し、105°Cで1分間加熱するとき、試料溶液か
41 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
42 ら得た赤紫色〜紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(シ
43 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、ジエチルエーテル25 mLを加えて振
46 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
47 した後、残留物にジエチルエーテル2 mLを加え、試料溶液
48 とする。別に薄層クロマトグラフィー用オウゴン1 mgを
49 メタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液に
50 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。
51 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フィー
52 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
53 酢酸エチル/ヘキサン/酢酸(100)混液(10: 10: 1)を展開溶
54 媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに塩
55 化鉄(III)・メタノール試液を均等に噴霧するとき、試料溶液
56 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
57 から得た黄褐色〜灰褐色のスポットと色調及び R_f 値が等し
58 い(オウゴン)。

59 (4) 乾燥エキス0.5 g (軟エキスは1.5 g)をとり、メタノー
60 ル10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液
61 とする。別に薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド1 mgを
62 メタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液に
63 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。
64 試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフ
65 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
66 に酢酸エチル/メタノール/水混液(20: 3: 2)を展開溶媒と
67 して約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに4-メト
68 キシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°Cで
69 1分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットの
70 うち1個のスポットは、標準溶液から得た紫色〜暗紫色のス
71 ポットと色調及び R_f 値が等しい(サンシシ)。

72 (5) 乾燥エキス0.5 g (軟エキスは1.5 g)をとり、メタノー
73 ル10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液
74 とする。別に薄層クロマトグラフィー用コブチン塩化物1
75 mgをメタノール5 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの
76 液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行
77 う。試料溶液及び標準溶液2 μ Lずつを薄層クロマトグラフ
78 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。
79 次に酢酸エチル/アンモニア水(28)/メタノール混液(15:
80 1: 1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾す
81 る。これに紫外線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶
82 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
83 液から得た黄色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が
84 等しい(オウレン)。

85 (6) 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、残留物にジエチルエーテル2 mLを加え、試料溶液
89 とする。別に薄層クロマトグラフィー用リモニン1 mgをメ
90 タノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につ
91 き、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試
92 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用
93 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
94 酸エチル/ヘキサン/酢酸(100)混液(10: 5: 1)を展開溶媒
95 として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧
96 用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し、105°C
97 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
98 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

99 ~暗紫色のスポットと色調及びR値が等しい(オウバク).

100 **純度試験**

101 (1) 重金属 (1.07) 乾燥エキス 1.0 g (軟エキスは乾燥

102 物として1.0 gに対応する量)をとり、エキス剤(4)に従い検液

103 を調製し、試験を行う(30 ppm以下).

104 (2) ヒ素 (1.11) 乾燥エキス 0.67 g (軟エキスは乾燥物

105 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

106 し、試験を行う(3 ppm以下).

107 **乾燥減量 (2.41)** 乾燥エキス 10.0%以下(1 g, 105°C, 5時

108 間).

109 軟エキス 66.7%以下(1 g, 105°C, 5時間).

110 **灰分 (5.01)** 換算した乾燥物に対し、9.0%以下.

111 **定量法**

112 (1) ペオニフロリン 乾燥エキス約0.5 g (軟エキスは乾燥

113 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

114 ール(1→2) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ

115 過する。ろ液5 mLを正確に量り、あらかじめ、カラムクロ

116 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

117 入れ、水20 mLで流出させた後、酢酸(100) 1 mL及び水を加

118 えて正確に25 mLとし、試料溶液とする。別にペオニフロリ

119 ン標準品(別途10 mgにつき、電量滴定法により水分 (2.48)

120 を測定しておく)約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール

121 (1→2)に溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確

122 に量り、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に20 mLとし、

123 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

124 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試

125 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

126 及び A_S を測定する。

127 ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 5 / 8$

128 M_S : 脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量

129 (mg)

130 **試験条件**

131 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 232 nm)

132 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5

133 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル

134 化シリカゲルを充填する。

135 カラム温度: 20°C付近の一定温度

136 移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液(850: 150:

137 1)

138 流量: 毎分1.0 mL

139 **システム適合性**

140 システムの性能: ペオニフロリン標準品及びアルピフロ

141 リン1 mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かし、

142 10 mLとする。この液10 µLにつき、上記の条件で操

143 作するとき、アルピフロリン、ペオニフロリンの順に

144 溶出し、その分離度は2.5以上である。

145 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件

146 で試験を6回繰り返すとき、ペオニフロリンのピーク

147 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

148 (2) バイカリン 乾燥エキス約0.1 g (軟エキスは乾燥物と

149 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

150 (7→10) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、

151 ろ液を試料溶液とする。別にバイカリン標準品(別途10 mg

152 につき、電量滴定法により水分 (2.48) を測定しておく)約10

153 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100 mLとす

154 る。この液5 mLを正確に量り、薄めたメタノール(7→10)を

155 加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標

156 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

157 ラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のバイカ

158 リンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

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

160 M_S : 脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

161 **試験条件**

162 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 277 nm)

163 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5

164 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル

165 化シリカゲルを充填する。

166 カラム温度: 40°C付近の一定温度

167 移動相: 薄めたリン酸(1→200)/アセトニトリル混液

168 (19: 6)

169 流量: 毎分1.0 mL

170 **システム適合性**

171 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で

172 操作するとき、バイカリンのピークの理論段数及びシ

173 ンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下で

174 ある。

175 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件

176 で試験を6回繰り返すとき、バイカリンのピーク面積

177 の相対標準偏差は1.5%以下である。

178 (3) ベルベリン 乾燥エキス約0.2 g (軟エキスは乾燥物と

179 して約0.2 gに対応する量)を精密に量り、移動相50 mLを正

180 確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液

181 とする。別にベルベリン塩化物標準品(別途「ベルベリン塩

182 化物水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約

183 10 mgを精密に量り、移動相に溶かして正確に100 mLとし、

184 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

185 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試

186 験を行い、それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び

187 A_S を測定する。

188 ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)の量(mg)

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

190 M_S : 脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量

191 (mg)

192 **試験条件**

193 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 345 nm)

194 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5

195 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル

196 化シリカゲルを充填する。

197 カラム温度: 30°C付近の一定温度

198 移動相: リン酸二水素カリウム3.4 g及びラウリル硫酸

199 ナトリウム1.7 gを水/アセトニトリル混液(1: 1)

200 1000 mLに溶かす。

201 流量: 毎分1.0 mL

202 システム適合性
203 システムの性能：ベルベリン塩化物標準品及びパルマチ
204 ン塩化物1 mgずつを移動相に溶かし，10 mLとする。
205 この液10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パ
206 ルマチン，ベルベリンの順に溶出し，その分離度は
207 1.5以上である。
208 システムの再現性：標準溶液10 μL につき，上記の条件
209 で試験を6回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積
210 の相対標準偏差は1.5%以下である。
211 **貯法** 容器 気密容器。
212
213