

柴胡桂枝乾姜湯エキス

Saikokeishikankyoto 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、サイコサポニン b_2 1.4～5.6mg、バイカリン(C₂₁H₁₈O₁₁: 446.36) 78～234 mg及びグリチルリチン酸(C₄₂H₆₂O₁₆: 822.93) 15～45 mgを含む。

製法

	1)	2)
サイコ	6 g	6 g
ケイヒ	3 g	3 g
オウゴン	3 g	3 g
ボレイ	3 g	3 g
カンキョウ	2 g	3 g
カンゾウ	2 g	2 g
カロコン	3 g	4 g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり、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 乾燥エキス 本品は淡黄褐色～褐色の粉末で、特異なおいがあり、味は辛く、苦く、僅かに甘い。

軟エキス 本品は黒褐色の粘性のある液体で、特異なおいがあり、味は苦く、辛く、僅かに甘く、後に渋い。

確認試験

(1) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)に水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、1-ブタノール層を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b_2 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5 μ L及び標準溶液2 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た薄層板にスポットする。次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8:2:1)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、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、標準溶液から得た黄色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい(サイコ)。

(2) 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及びシリコーン樹脂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20 μ L及び標準溶液2 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7 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褐色～橙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)に水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、ヘキサン層を試料溶液とする。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 μ L及び標準溶液2 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7 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。

(3) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)に水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25 mLを加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、低圧(真空)で溶媒を留去した後、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オウゴン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10 μ L及び標準溶液2 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た薄層板にスポットする。次にヘキサン／アセトン混液(7:5)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄(III)・メタノール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褐色～灰褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(オウゴン)。

(4) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)に水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25 mLを加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、低圧(真空)で溶媒を留去した後、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[6]-ショーガオール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 μ L及び標準溶液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7 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、放冷し、水を噴霧するとき、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、標準溶液から得た青緑色～灰緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(カンキョウ)。

(5) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは3.0 g)に水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、1-ブタノール層を試料溶液とする。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1 μ L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

99 ノール／水混液(20 : 3 : 2)を展開溶媒として約7 cm展開し
100 た後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、
101 105℃で5分間加熱した後、紫外線(主波長365 nm)を照射す
102 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
103 ットは、標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するス
104 ポットと色調及び R_f 値が等しい(カンゾウ)。

105 純度試験

106 (1) 重金属 (1.07) 乾燥エキス1.0 g (軟エキスは乾燥物
107 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
108 調製し、試験を行う(30 ppm以下)。

109 (2) ヒ素 (1.11) 乾燥エキス0.67 g (軟エキスは乾燥物と
110 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、
111 試験を行う(3 ppm以下)。

112 乾燥減量 (2.41) 乾燥エキス 9.5%以下(1 g, 105℃, 5時間)。
113 軟エキス 66.7%以下(1 g, 105℃, 5時間)。

114 灰分 (5.01) 換算した乾燥物に対し13.0%以下。

115 定量法

116 (1) サイコサポニン b_2 乾燥エキス約0.5 g (軟エキスは乾
117 燥物として約0.5 gに対応する量)を精密に量り、ジエチル
118 エーテル20 mL及び水10 mLを加えて10分間振り混ぜる。
119 これを遠心分離し、ジエチルエーテル層を除いた後、ジエチ
120 ルエーテル20 mLを加えて同様に操作し、ジエチルエーテル
121 層を除く。水層にメタノール10 mLを加えて30分間振り混
122 ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物に薄めたメ
123 タノール(1 → 2) 20 mLを加えて5分間振り混ぜた後、遠心
124 分離し、上澄液を分取し、先の上澄液と合わせ、薄めたメ
125 タノール(1→2)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。
126 別に定量用サイコサポニン b_2 標準試液を標準溶液とする。試
127 料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液
128 体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞ
129 れの液のサイコサポニン b_2 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

130 サイコサポニン b_2 の量(mg) = $C_S \times A_T / A_S \times 50$

131 C_S : 定量用サイコサポニン b_2 標準試液中のサイコサポ
132 ン b_2 の濃度(mg/mL)

133 試験条件

134 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)

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

138 カラム温度: 40℃付近の一定温度

139 移動相: 0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセ
140 トニトリル混液(5 : 3)

141 流量: 毎分1.0 mL

142 システム適合性

143 システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
144 操作するとき、サイコサポニン b_2 のピークの理論段数
145 及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5
146 以下である。

147 システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
148 で試験を6回繰り返すとき、サイコサポニン b_2 のピー
149 ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

150 (2) バイカリン 乾燥エキス約0.1 g (軟エキスは乾燥物と

151 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
152 (7→10) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、
153 ろ液を試料溶液とする。別にバイカリン標準品(別途10 mg
154 につき、電量滴定法により水分 (2.48) を測定しておく)約10
155 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100 mLとす
156 る。この液5 mLを正確に量り、薄めたメタノール(7→10)を
157 加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標
158 準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ
159 ラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のバイカ
160 リンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

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

162 M_S : 脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

163 試験条件

164 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 277 nm)

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

168 カラム温度: 40℃付近の一定温度

169 移動相: 薄めたリン酸(1→200)／アセトニトリル混液
170 (19 : 6)

171 流量: 毎分1.0 mL

172 システム適合性

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

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

180 (3) グリチルリチン酸 次の i)又は ii)により試験を行う。

181 i) 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
182 対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール(1→2) 50 mL
183 を正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料
184 溶液とする。別にグリチルリチン酸標準品(別途10 mgにつ
185 き、電量滴定法により水分 (2.48) を測定しておく)約10 mg
186 を精密に量り、薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に
187 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10
188 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
189 (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
190 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

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

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

193 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
194 (mg)

195 試験条件

196 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)

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

200 カラム温度: 40℃付近の一定温度

201 移動相: 酢酸アンモニウム3.85 gを水720 mLに溶かし、

酢酸(100) 5 mL及びアセトニトリル280 mLを加える.

流量：毎分1.0 mL

システム適合性

システムの性能：分離確認用グリチルリチン酸－アンモ

ニウム5 mgを希エタノール20 mLに溶かす．この液

10 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，グリチル

リチン酸に対する相対保持時間約0.9のピークとグリ

チルリチン酸の分離度は1.5以上である．また，薄層

クロマトグラフィー用(*E*)－シナナムアルデヒド1 mg

及び分離確認用バイカレイン1 mgをメタノール50

mLに溶かす．この液2 mLに標準溶液2 mLを加える．

この液10 μ L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以外に二つのピークを認め，

グリチルリチン酸とそれぞれのピークの分離度は1.5

以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μ L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．

ii) 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，ジエチルエーテル20 mL及び水

10 mLを加えて10分間振り混ぜる．これを遠心分離し，ジ

エチルエーテル層を除いた後，ジエチルエーテル20 mLを加

えて同様に操作し，ジエチルエーテル層を除く．水層にメタ

ノール10 mLを加えて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，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．別にグリチルリチン

酸標準品(別途10 mgにつき，電量滴定法により水分〈2.48〉

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 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〈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)

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

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

(mg)

試験条件

i)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの再現性はi)のシステム適合性を準用する．

システムの性能：分離確認用グリチルリチン酸－アンモ

ニウム5 mgを希エタノール20 mLに溶かす．この液

10 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，グリチル

リチン酸に対する相対保持時間約0.9のピークとグリ

チルリチン酸の分離度は1.5以上である．

貯法 容器 気密容器．