

抑肝散加陳皮半夏エキス

Yokukansankachimpihange 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 0.6～2.4 mg、グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93) 10～30 mg及びヘスペリジン18～72 mgを含む。

製法

	1)	2)
トウキ	3 g	3 g
チョウトウコウ	3 g	3 g
センキュウ	3 g	3 g
ビャクジュツ	4 g	—
ソウジュツ	—	4 g
ブクリョウ	4 g	4 g
サイコ	2 g	2 g
カンゾウ	1.5 g	1.5 g
チンピ	3 g	3 g
ハンゲ	5 g	5 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 本品は灰褐色～帯赤黄褐色の粉末で、特異なにおいがあり、味は初め甘く、僅かに辛く、後に苦い。

軟エキス 本品は褐色の粘性のある液体で、特異なにおいがあり、味は苦く、僅かに甘い。

確認試験

(1) 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、ジエチルエーテル10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離する。ジエチルエーテル層を分取し、水酸化ナトリウム試液10 mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離し、ジエチルエーテル層を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用(Z)ーリグスチリド試液を標準溶液とする。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10 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。次に酢酸ブチル／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(トウキ及びセンキュウ)。

(2) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは6.0 g)に水20 mL及びアンモニア試液2 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル20 mLを加えて振り混ぜ、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、残留物にメタノール1 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リンコフィリン及び薄層クロマトグラフィー用ヒルスチン1 mgずつをメタノール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(蛍光剤入り)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／1-プロパノール／水／酢酸(100)混液(7:5:4:1)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254 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少な

くとも1個のスポットは、標準溶液から得た2個の暗紫色のスポットのうち少なくとも1個のスポットと色調及び R_f 値が等しい(チョウトウコウ)。

(3) (ビャクジュツ配合処方) 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アトラクチレノリドIII 1 mgをメタノール2 mLに溶かし、標準溶液とする。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5 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1-ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し、105℃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のスポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た赤色～赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(ビャクジュツ)。

(4) (ソウジュツ配合処方) 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25 mLを加えて振り混ぜる。ヘキサン層を分取し、低圧(真空)で溶媒を留去した後、残留物にヘキサン2 mLを加えて試料溶液とする。この液につき、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を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン／アセトン混液(7:1)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254 nm)を照射するとき、 R_f 値0.5付近に暗紫色のスポットを認める。また、このスポットは、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、放冷するとき、帯緑褐色を呈する(ソウジュツ)。

(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)。

(6) 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

97 ノール／水混液(20 : 3 : 2)を展開溶媒として約7 cm展開した
98 後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、
99 105℃で5分間加熱した後、紫外線(主波長365 nm)を照射す
100 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
101 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
102 色調及び R_f 値が等しい(カンゾウ)。
103 (7) 乾燥エキスを1.0 g (軟エキスを3.0 g)に水10 mLを加え
104 て振り混ぜた後、1-ブタノール10 mLを加えて振り混ぜ、
105 遠心分離し、1-ブタノール層を試料溶液とする。別に薄層
106 クロマトグラフィー用ヘスペリジン1 mgをメタノール1 mL
107 に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマ
108 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
109 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を用
110 いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル／アセ
111 トン／水／酢酸(100)混液(10 : 6 : 3 : 1)を展開溶媒として約
112 7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに、2,6-ジプロ
113 モー-N-クロロ-1,4-ベンゾキノモノイミン試液を均等
114 に噴霧し、アンモニアガス中に放置するとき、試料溶液から
115 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
116 得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(チンピ)。

117 純度試験

118 (1) 重金属〈1.07〉 乾燥エキスを1.0 g (軟エキスを乾燥物と
119 して1.0 gに対応する量)をとり、エキス剤(4)に従い検液を調
120 製し、試験を行う(30 ppm以下)。

121 (2) ヒ素〈1.11〉 乾燥エキスを0.67 g (軟エキスを乾燥物と
122 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、
123 試験を行う(3 ppm以下)。

124 乾燥減量〈2.41〉 乾燥エキスを10.0%以下(1 g, 105℃, 5時
125 間)。

126 軟エキスを66.7%以下(1 g, 105℃, 5時間)。

127 灰分〈5.01〉 換算した乾燥物に対し9.0%以下。

128 定量法

129 (1) サイコサポニン b_2 乾燥エキスを約0.5 g (軟エキスを乾
130 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
131 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
132 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
133 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
134 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、
135 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
136 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
137 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
138 し、試料溶液とする。別に定量用サイコサポニン b_2 標準試液を
139 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
140 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試
141 験を行い、それぞれの液のサイコサポニン b_2 のピーク面積
142 A_T 及び A_S を測定する。

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

144 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ニ
145 ン b_2 の濃度(mg/mL)

146 試験条件

147 検出器 : 紫外吸光光度計(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

μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
化シリカゲルを充填する。

150 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

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

153 流量 : 毎分1.0 mL

154 システム適合性

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

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

162 (2) グリチルリチン酸 乾燥エキスを約0.5 g (軟エキスを乾燥
163 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
164 テル20 mL及び水10 mLを加えて10分間振り混ぜる。これを
165 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
166 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
167 く。水層にメタノール10 mLを加えて30分間振り混ぜた後、
168 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
169 (1→2) 20 mLを加えて5分間振り混ぜた後、遠心分離し、上
170 澄液を分取し、先の上澄液と合わせ、薄めたメタノール(1→
171 2)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にグリチ
172 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
173 〈2.48〉を測定しておく)約10 mgを精密に量り、薄めたメ
174 タノール(1→2)に溶かして正確に100 mLとし、標準溶液と
175 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
176 条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、
177 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
178 測定する。

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

$$180 = M_S \times A_T / A_S \times 1/2$$

181 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
182 (mg)

183 試験条件

184 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

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

188 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

189 移動相 : 酢酸アンモニウム3.85 gを水720 mLに溶かし、
190 酢酸(100) 5 mL及びアセトニトリル280 mLを加える。

191 流量 : 毎分1.0 mL

192 システム適合性

193 システムの性能 : 分離確認用グリチルリチン酸-アアンモ
194 ニウム5 mgを希エタノール20 mLに溶かす。この液
195 10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、グリチル
196 リチン酸に対する相対保持時間約0.9のピークとグリ
197 チルリチン酸の分離度は1.5以上である。

198 システムの再現性 : 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
199 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。

(3) ヘスペリジン 乾燥エキス約0.1 g (軟エキスは乾燥物として約0.1 gに対応する量)を精密に量り、薄めたテトラヒドロフラン(1→4) 50 mLを正確に加えて30分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用ヘスペリジンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かして正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、薄めたテトラヒドロフラン(1→4)を加えて正確に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、それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ヘスペリジンの量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S : 定量用ヘスペリジンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：285 nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(82 : 18 : 1)

流量：毎分1.0 mL

システム適合性

システムの性能：定量用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン1 mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かし、100 mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ナリンギン、ヘスペリジンの順に溶出し、その分離度は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、ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

貯法 容器 気密容器。