

1 辛夷清肺湯エキス

2 Shin'iseihaito 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、マンギフェリン5～20 mg、バイカリン
5 ($C_{21}H_{18}O_{11}$: 446.36) 80～240 mg、ゲニポシド23～69 mg
6 (サンシシ1.5 gの処方)、45～135 mg (サンシシ3 gの処方)を
7 含む。

8 製法

	1)	2)
シンイ	3 g	2 g
チモ	3 g	3 g
ビャクゴウ	3 g	3 g
オウゴン	3 g	3 g
サンシシ	1.5 g	3 g
バクモンドウ	6 g	5 g
セッコウ	6 g	5 g
ショウマ	1.5 g	1 g
ビワヨウ	1 g	2 g

9 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
10 乾燥エキスとする。

11 **性状** 本品は帯赤黄色～黄赤色の粉末で、僅かににおいがあり、
12 味はやや苦く、僅かに酸味があり、僅かに甘い。

13 確認試験

14 (1) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチ
15 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
16 を分取し、低圧(真空)で溶媒を留去した後、残留物にジエチ
17 ルエーテル2 mLを加えて試料溶液とする。別にシンイの粉
18 末1 gにメタノール10 mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離
19 し、上澄液を標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロ
20 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
21 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を
22 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
23 キサン混液(3:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層
24 板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105°Cで5分
25 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
26 個のスポットは、標準溶液から得た暗赤褐色～褐色のスポッ
27 ト(R_f 値0.4付近)と色調及び R_f 値が等しい(シンイ)。

28 (2) 本品2.0 gに水酸化ナトリウム試液10 mLを加えて振
29 り混ぜた後、1-ブタノール5 mLを加えて振り混ぜ、遠心分
30 離し、1-ブタノール層を試料溶液とする。別にチモの粉末
31 1 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタノール10 mL
32 を加えて振り混ぜ、遠心分離し、1-ブタノール層を標準溶
33 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー
34 (2.03)により試験を行う。試料溶液5 μ L及び標準溶液1 μ Lを
35 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
36 板にスポットする。次に酢酸エチル/1-プロパノール/水
37 /酢酸(100)混液(7:5:4:1)を展開溶媒として約7 cm展開
38 した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジメチルアミ
39 ノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105°Cで2分間加
40 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
41 のうち1個のスポットは、標準溶液から得た黄みの赤色～暗
42 赤色のスポット(R_f 値0.3付近)と色調及び R_f 値が等しい(チモ)。
43 (3) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチ

44 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
45 を分取し、低圧(真空)で溶媒を留去した後、残留物にジエチ
46 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
47 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、
48 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
49 (2.03)により試験を行う。試料溶液20 μ L及び標準溶液2
50 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
51 た薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液
52 (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
53 る。これに塩化鉄(III)・メタノール試液を均等に噴霧する
54 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
55 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
56 R_f 値が等しい(オウゴン)。

57 (4) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタ
58 ノール10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、1-ブタノー
59 ル層を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ゲニ
60 ポシド1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。
61 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により
62 試験を行う。試料溶液10 μ L及び標準溶液5 μ Lを薄層クロマ
63 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
64 トする。次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水(28)混
65 液(6:3:2)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を
66 風乾する。これに4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液
67 を均等に噴霧し、105°Cで1分間加熱するとき、試料溶液か
68 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
69 ら得た赤紫色～暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい
70 (サンシシ)。

71 (5) 本品2.0 gをろつばにとり、500～550°Cで強熱し、灰
72 化する。残留物に水60 mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離
73 し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液にシュウ酸アンモニ
74 ウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。これに希酢酸
75 を加えても溶けないが、希塩酸を追加するとき、溶ける(セ
76 ッコウ)。

77 (6) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタ
78 ノール10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、1-ブタノー
79 ル層を試料溶液とする。薄層クロマトグラフィー用(E)-イ
80 ソフェルラ酸・(E)-フェルラ酸混合試液を標準溶液とする。
81 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により
82 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
83 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
84 トする。次に酢酸エチル/アセトン/水混液(20:12:3)を
85 展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。こ
86 れに硫酸を均等に噴霧し、105°Cで5分間加熱した後、紫外
87 線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶液から得た数個
88 のスポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た淡黄
89 白色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等
90 しい(ショウマ)。

91 純度試験

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

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

96 乾燥減量(2.41) 9.0%以下(1 g, 105°C, 5時間)。

97 灰分(5.01) 14.0%以下。

98 定量法

99 (1) マンギフェリン 本品約0.5 gを精密に量り、薄めた
100 メタノール(1→2) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、
101 遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用マンギフ
102 ェリン約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール(1→2)に溶
103 かして正確に200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び
104 標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト
105 グラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のマン
106 ギフェリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

107 マンギフェリンの量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

108 M_S : qNMRで含量換算した定量用マンギフェリンの秤取
109 量(mg)

110 試験条件

111 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 367 nm)
112 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
113 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
114 化シリカゲルを充填する。
115 カラム温度: 40°C付近の一定温度
116 移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液(1780 :
117 220 : 1)
118 流量: 毎分1.0 mL

119 システム適合性

120 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
121 操作するとき、マンギフェリンのピークの理論段数及
122 びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以
123 下である。

124 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
125 で試験を6回繰り返すとき、マンギフェリンのピーク
126 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

127 (2) バイカリン 本品約0.1 gを精密に量り、薄めたメタ
128 ノール(7→10) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、
129 ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にバイカリン標準品(別
130 途10 mgにつき、電量滴定法により水分 (2.48) を測定して
131 おく)約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に
132 100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、薄めたメタノール
133 (7→10)を加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。試
134 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
135 体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれ
136 の液のバイカリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

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

138 M_S : 脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

139 試験条件

140 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 277 nm)
141 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
142 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
143 化シリカゲルを充填する。
144 カラム温度: 40°C付近の一定温度
145 移動相: 薄めたリン酸(1→200)/アセトニトリル混液
146 (19 : 6)
147 流量: 毎分1.0 mL

148 システム適合性

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

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

156 (3) ゲニポシド 本品約0.5 gを精密に量り、薄めたメタ
157 ノール(1→2) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、遠
158 心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用ゲニポシド
159 約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール(1→2)に溶かして
160 正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
161 液10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ
162 ー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のゲニポシド
163 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

164 ゲニポシドの量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

165 M_S : qNMRで含量換算した定量用ゲニポシドの秤取量
166 (mg)

167 試験条件

168 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 240 nm)
169 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
170 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
171 化シリカゲルを充填する。
172 カラム温度: 40°C付近の一定温度
173 移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液(900 : 100 :
174 1)
175 流量: 毎分1.0 mL

176 システム適合性

177 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
178 操作するとき、ゲニポシドのピークの理論段数及びシ
179 ンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下で
180 ある。

181 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
182 で試験を6回繰り返すとき、ゲニポシドのピーク面積
183 の相対標準偏差は1.5%以下である。

184 貯法 容器 気密容器。

185