

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
55 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
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をるつぼにとり、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	149	システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で
99	(1) マンギフェリン 本品約0.5 gを精密に量り，薄めた	150	操作するとき，バイカリンのピークの理論段数及びシ
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，	151	ンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下で
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	152	ある．
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	153	システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件
103	かして正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び	154	で試験を6回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積
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	155	の相対標準偏差は1.5%以下である．
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	156	(3) ゲニポシド 本品約0.5 gを精密に量り，薄めたメタ
106	ギフェリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．	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
107	マンギフェリンの量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 1/4$	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
108	M_S ：qNMRで含量換算した定量用マンギフェリンの秤取	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
109	量(mg)	160	正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶
110	試験条件	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
111	検出器：紫外吸光光度計(測定波長：367 nm)	162	フィー (2.01) により試験を行い，それぞれの液のゲニポシド
112	カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5	163	のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．
113	μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル	164	ゲニポシドの量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 1/2$
114	化シリカゲルを充填する．	165	M_S ：qNMRで含量換算した定量用ゲニポシドの秤取量
115	カラム温度：40℃付近の一定温度	166	(mg)
116	移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液(1780：	167	試験条件
117	220：1)	168	検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)
118	流量：毎分1.0 mL	169	カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5
119	システム適合性	170	μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
120	システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で	171	化シリカゲルを充填する．
121	操作するとき，マンギフェリンのピークの理論段数及	172	カラム温度：40℃付近の一定温度
122	びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以	173	移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液(900：100：
123	下である．	174	1)
124	システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件	175	流量：毎分1.0 mL
125	で試験を6回繰り返すとき，マンギフェリンのピーク	176	システム適合性
126	面積の相対標準偏差は1.5%以下である．	177	システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で
127	(2) バイカリン 本品約0.1 gを精密に量り，薄めたメタ	178	操作するとき，ゲニポシドのピークの理論段数及びシ
128	ノール(7→10) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，	179	ンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下で
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	180	ある．
130	途10 mgにつき，電量滴定法により水分 (2.48) を測定して	181	システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件
131	おく)約10 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に	182	で試験を6回繰り返すとき，ゲニポシドのピーク面積
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	183	の相対標準偏差は1.5%以下である．
133	(7→10)を加えて正確に10 mLとし，標準溶液とする．試	184	貯法 容器 気密容器．
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	185	
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℃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		