

1 麻子仁丸エキス

2 Mashiningan 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(C₂₃H₂₆O₁₁: 480.46) 14 ~ 56
5 mg, マグノロール 1.3 mg 以上及びセンノシド A
6 (C₄₂H₃₈O₂₀: 862.74) 3.0 mg以上(ダイオウ3.5 gの処方), 3.5
7 mg以上(ダイオウ4gの処方)を含む。

8 製法

	1)	2)
マシニン	5 g	4 g
シャクヤク	2 g	2 g
キジツ	2 g	2 g
コウボク	2 g	2 g
ダイオウ	4 g	3.5 g
キョウニン	2 g	2.5 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 本品は濃い帯赤黄色〜ごく暗い帯赤黄色の粉末で、特異
12 なにおいがあり、味は苦く、後に渋い。

13 確認試験

14 (1) 本品0.5 gにメタノール10 mLを加えて振り混ぜた後、
15 遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にマシニンの粉末
16 0.3 gにメタノール3 mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離し、
17 上澄液を標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマト
18 グラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液20 µL、標準
19 溶液10 µLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて
20 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
21 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
22 乾する。これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均
23 等に噴霧し、105℃で5分間加熱した後、放冷するとき、試
24 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
25 準溶液から得た青紫色〜暗紫色のスポット(R_f値0.5付近)と色
26 調及びR_f値が等しい(マシニン及びキョウニン)。

27 (2) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタ
28 ノール10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、1-ブタノール
29 層を試料溶液とする。別にペオニフロリン標準品又は薄層
30 クロマトグラフィー用ペオニフロリン1 mgをメタノール1
31 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク
32 ロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液10 µL
33 及び標準溶液5 µLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル
34 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/
35 メタノール/アンモニア水(28)混液(6: 3: 2)を展開溶媒と
36 して約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに4-メト
37 キシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105℃で
38 2分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのう
39 ち1個のスポットは、標準溶液から得た赤紫色〜紫色のスポ
40 ットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク)。

41 (3) 本品 1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタ
42 ノール10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、1-ブタノール
43 層を試料溶液とする。別にキジツの粉末1.0 gにメタノール
44 10 mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を標準
45 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー

46 〈2.03〉により試験を行う。試料溶液10 µL及び標準溶液5 µL
47 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
48 層板にスポットする。次に酢酸エチル/1-プロパノール/
49 水/酢酸(100)混液(7: 5: 4: 1)を展開溶媒として約10 cm展
50 開した後、薄層板を風乾する。これに2,6-ジブロモ-N-
51 クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し、
52 アンモニアガス中に放置するとき、試料溶液から得たR_f値
53 0.7付近の連続する二つのスポットは、標準溶液から得た青
54 緑色のスポット及び直下の青色のスポットと色調及びR_f値が
55 等しい(キジツ)。

56 (4) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチ
57 ルエーテル10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、ジエチル
58 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
59 用マグノロール1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液
60 とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー
61 〈2.03〉により試験を行う。試料溶液10 µL及び標準溶液5 µL
62 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
63 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
64 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
65 風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、
66 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、
67 標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい
68 (コウボク)。

69 (5) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチ
70 ルエーテル10 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、ジエチル
71 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
72 用レイン1 mgをアセトン10 mLに溶かし、標準溶液とする。
73 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により
74 試験を行う。試料溶液10 µL及び標準溶液5 µLを薄層クロ
75 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
76 ットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液(20: 3: 2)を
77 展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。こ
78 れに紫外線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶液から
79 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
80 得た橙色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい
81 (ダイオウ)。

82 (6) 本品0.5 gにメタノール10 mLを加えて振り混ぜた後、
83 遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグ
84 ラフィー用アミグダリン2 mgをメタノール1 mLに溶かし、
85 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
86 ー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液10 µL及び標準溶液5
87 µL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
88 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/
89 水/酢酸(100)混液(7: 5: 4: 1)を展開溶媒として約7
90 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに4-メトキシベン
91 ズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105℃で10分間加
92 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
93 のうち1個のスポットは、標準溶液から得た緑色〜緑褐色の
94 スポットと色調及びR_f値が等しい(キョウニン)。

95 純度試験

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

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

100 乾燥減量 (2.41) 8.0%以下(1 g, 105℃, 5時間).
 101 灰分 (5.01) 9.0%以下.
 102 定量法
 103 (1) ペオニフロリン 本品約0.5 gを精密に量り, 薄めた
 104 メタノール(1→2) 50 mLを正確に加えて30分間振り混ぜた後,
 105 遠心分離する. 上澄液5 mLを正確に量り, あらかじめ, カ
 106 ラムクロマトグラフィー用ポリアミド2 gを用いて調製した
 107 カラムに入れ, 水20 mLで流出させた後, 酢酸(100) 1 mL及
 108 び水を加えて正確に25 mLとし, 試料溶液とする. 別にペオ
 109 ニフロリン標準品(別途10 mgにつき, 電量滴定法により水
 110 分 (2.48) を測定しておく)約10 mgを精密に量り, 薄めたメ
 111 タノール(1→2)に溶かし, 正確に100 mLとする. この液5
 112 mLを正確に量り, 薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に
 113 20 mLとし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液10 µL
 114 ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー
 115 (2.01) により試験を行い, それぞれの液のペオニフロリンの
 116 ピーク面積 A_T 及び A_S を測定する.

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

118 M_S : 脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量
 119 (mg)

120 試験条件

121 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 232 nm)
 122 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 123 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 124 化シリカゲルを充填する.
 125 カラム温度: 20℃付近の一定温度
 126 移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液(850:150:
 127 1)

128 流量: 毎分1.0 mL

129 システム適合性

130 システムの性能: ペオニフロリン標準品及びアルピフロ
 131 リン1 mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして
 132 10 mLとする. この液10 µLにつき, 上記の条件で操
 133 作するとき, アルピフロリン, ペオニフロリンの順に
 134 溶出し, その分離度は2.5以上である.

135 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき, 上記の条件
 136 で試験を6回繰り返すとき, ペオニフロリンのピーク
 137 面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

138 (2) マグノロール 本品約0.5 gを精密に量り, 薄めたメ
 139 タノール(7→10) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後,
 140 遠心分離し, 上澄液を試料溶液とする. 別に定量用マグノ
 141 ロール約10 mgを精密に量り, 薄めたメタノール(7→10)に溶
 142 かし, 正確に100 mLとする. この液5 mLを正確に量り, 薄
 143 めたメタノール(7→10)を加えて正確に20 mLとし, 標準溶
 144 液とする. 試料溶液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり,
 145 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
 146 い, それぞれの液のマグノロールのピーク面積 A_T 及び A_S を
 147 測定する.

148 マグノロールの量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 1 / 8$

149 M_S : qNMRで含量換算した定量用マグノロールの秤取量
 150 (mg)

151 試験条件

152 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 289 nm)

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

156 カラム温度: 40℃付近の一定温度

157 移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(50:50:
 158 1)

159 流量: 毎分1.0 mL

160 システム適合性

161 システムの性能: 定量用マグノロール及びホノキオール
 162 1 mgずつを薄めたメタノール(7→10)に溶かして10
 163 mLとする. この液10 µLにつき, 上記の条件で操作
 164 するとき, ホノキオール, マグノロールの順に溶出し,
 165 その分離度は2.5以上である.

166 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき, 上記の条件
 167 で試験を6回繰り返すとき, マグノロールのピーク面
 168 積の相対標準偏差は1.5%以下である.

(3) センノシドA 本品約0.2 gを精密に量り, 薄めたメ
 170 タノール(1→2) 50 mLを正確に加えて30分間振り混ぜた後, 遠
 171 心分離する. 上澄液10 mLを正確に量り, カラム(カラムク
 172 ロマトグラフィー用強塩基性イオン交換樹脂0.36 gを内径約
 173 10 mmのクロマトグラフィー管に注入し, あらかじめ, メ
 174 タノール10 mL及び薄めたメタノール(1→2) 10 mLを流した
 175 もの)に入れて流出させる. 薄めたメタノール(1→2) 10 mL
 176 でカラムを洗った後, 次に水/メタノール/ギ酸混液(25:
 177 25:1)で流出させ, 流出液を正確に5 mLとし, 試料溶液と
 178 する. 別にセンノシドA標準品(別途10 mgにつき, 電量滴定
 179 法により水分 (2.48) を測定しておく)約10 mgを精密に量り,
 180 薄めたテトラヒドロフラン(1→2) 10 mLに溶かし, 薄めたメ
 181 タノール(1→2)を加えて正確に100 mLとする. この液25
 182 mLを正確に量り, 薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に
 183 100 mLとし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液10
 184 µLずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー
 185 (2.01) により試験を行い, それぞれの液のセンノシドAのピ
 186 ーク面積 A_T 及び A_S を測定する.

187 センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$)の量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 1 / 16$

188 M_S : 脱水物に換算したセンノシドA標準品の秤取量(mg)

189 試験条件

190 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 340 nm)

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

194 カラム温度: 30℃付近の一定温度

195 移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液(2460:
 196 540:1)

197 流量: 毎分1.0 mL

198 システム適合性

199 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき, 上記の条件で
 200 操作するとき, センノシドAのピークの理論段数及び
 201 シンメトリー係数は, それぞれ5000段以上, 1.5以下
 202 である.

203 システムの再現性：標準溶液10 μL につき，上記の条件
204 で試験を6回繰り返すとき，センノシドAのピーク面
205 積の相対標準偏差は1.5%以下である．
206 貯法 容器 気密容器．
207