

1 柴胡加竜骨牡蛎湯エキス

2 Saikokaryukotsuboreito 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、サイコサポニン b_2 1.2 ～ 4.8 mg, パイカリン
 5 ($C_{21}H_{18}O_{11}$: 446.36) 65 ～ 195 mg, ギンセノシド Rb_1
 6 ($C_{54}H_{92}O_{23}$: 1109.29) 1.5 mg 以上を含む。

7 製法

	1)	2)	3)	4)	5)	6)	7)	8)
サイコ	5 g	5 g	5 g	5 g	5 g	5 g	5 g	5 g
ハング	4 g	4 g	4 g	4 g	4 g	4 g	4 g	4 g
ブクリョウ	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g
ケイヒ	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g	3 g
オウゴン	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g
タイソウ	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g
ショウキョウ	0.8 g	0.7 g	1.0 g	1.0 g	0.8 g	0.7 g	1.0 g	1.0 g
ニンジン	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g
リュウコツ	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	—	—	—	—
沈降炭酸 カルシウム	—	—	—	—	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g
ボレイ	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2.5 g
ダイオウ	1 g	1 g	1 g	—	1 g	1 g	1 g	—

8
 9 1) ～ 8)の処方に従い薬物を取り、エキスの製法により
 10 乾燥エキスとする。

11 **性状** 本品はやわらかい赤みの黄色～暗い黄みの赤色の粉末で、
 12 僅かににおいがあり、味は初め僅かに甘く、後に辛く、とき
 13 に僅かに渋い。

14 確認試験

15 (1) 本品2.0 gに水酸化ナトリウム試液10 mLを加えて振り
 16 混ぜた後、1-ブタノール20 mLを加えて振り混ぜ、遠心分
 17 離し、1-ブタノール層を試料溶液とする。別に薄層クロマ
 18 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
 19 溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマ
 20 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
 21 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
 22 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
 23 ール(99.5)/水混液(8 : 2 : 1)を展開溶媒として約7 cm展開
 24 した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジメチルアミ
 25 ノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105℃で5分間加
 26 熱した後、紫外線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶
 27 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
 28 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
 29 しい(サイコ)。

30 (2) 次の i) 又は ii) により試験を行う(ケイヒ)。

31 i) 本品10 gを300 mLの硬質ガラスフラスコにとり、水
 32 100 mL及びシリコーン樹脂1 mLを加えた後、精油定量器を
 33 装着する。定量器の目盛り管に、水を基準線まで入れ、更に
 34 ヘキサン2 mLを加える。定量器の上端に還流冷却管を付け
 35 て1時間加熱還流し、冷後ヘキサン層を分取し、試料溶液と
 36 する。別に薄層クロマトグラフィー用(E)-シンナムアルデ
 37 ヒド1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。こ
 38 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試

39 験を行う。試料溶液5 μ L及び標準溶液1 μ Lを薄層クロマト
 40 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
 41 する。次にヘキサン/ジエチルエーテル/メタノール混液
 42 (15 : 5 : 1)を展開溶媒として、約7 cm展開した後、薄層板を
 43 風乾する。これに1,3-ナフタレンジオール試液を均等に噴
 44 霧し、105℃で5分間加熱する時、試料溶液から得た数個の
 45 スポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た黄橙色
 46 ～橙色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

47 ii) 本品2.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、ヘキサン5
 48 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離し、ヘキサン層を試料溶液
 49 とする。別に薄層クロマトグラフィー用(E)-2-メトキシ
 50 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
 51 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー
 52 (2.03) により試験を行う。試料溶液40 μ L及び標準溶液1 μ L
 53 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
 54 層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル混液(2 : 1)
 55 を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。
 56 これに紫外線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶液か
 57 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
 58 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
 59 しい。

60 (3) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチル
 61 エーテル25 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離する。ジエチル
 62 エーテル層を分取し、低圧(真空)で溶媒を留去した後、残留
 63 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
 64 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
 65 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク
 66 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
 67 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
 68 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/
 69 シクロヘキサン/酢酸(100)混液(10 : 10 : 1)を展開溶媒とし
 70 て約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに希塩化鉄
 71 (Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から
 72 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
 73 得た淡褐色～褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(オウ
 74 ゴン)。

75 (4) 次の i) 又は ii) により試験を行う(ショウキョウ)。

76 i) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチル
 77 エーテル25 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離する。ジエチル
 78 エーテル層を分取し、低圧(真空)で溶媒を留去した後、残留
 79 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
 80 薄層クロマトグラフィー用[6]-ギンゲロール1 mgをメタノ
 81 ール1 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、
 82 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶
 83 液10 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
 84 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
 85 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
 86 後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジメチルアミノベ
 87 ンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105℃で5分間加熱し
 88 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
 89 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
 90 ～灰緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

91 ii) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜた後、ジエチル
 92 エーテル25 mLを加えて振り混ぜ、遠心分離する。ジエチル

93 エーテル層を分取し、低圧(真空)で溶媒を留去した後、残留
94 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
95 薄層クロマトグラフィー用[6]ーショーガオール1 mgをメタ
96 ノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、
97 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶
98 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
99 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
100 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
101 後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4ージメチルアミノベ
102 ンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105℃で5分間加熱し
103 た後、放冷し、水を噴霧するとき、試料溶液から得た数個の
104 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
105 ～灰緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

106 (5) 本品2.0 gに水酸化ナトリウム試液10 mLを加えて振
107 り混ぜた後、1ーブタノール20 mLを加えて振り混ぜ、遠心
108 分離し、1ーブタノール層を試料溶液とする。別にギンセノ
109 シドRb₁標準品又は薄層クロマトグラフィー用ギンセノシド
110 Rb₁ 1 mgをメタノール1 mLに溶かし、標準溶液とする。こ
111 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試
112 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
113 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
114 する。次に酢酸エチル／1ープロパノール／水／酢酸(100)混
115 液(7:5:4:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板
116 を風乾する。これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液
117 を均等に噴霧し、105℃で5分間加熱した後、放冷するとき、
118 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、
119 標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい
120 (ニンジン)。

121 (6) (ダイオウ配合処方) 本品1.0 gに水10 mLを加えて振
122 り混ぜた後、ジエチルエーテル25 mLを加えて振り混ぜ、遠
123 心分離する。ジエチルエーテル層を分取し、低圧(真空)で溶
124 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
125 試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用レイシ1
126 mgをアセトン10 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの
127 液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行
128 う。試料溶液10 μ L及び標準溶液5 μ Lを薄層クロマトグラフ
129 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。
130 次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20:3:2)を展開溶媒
131 として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外
132 線(主波長365 nm)を照射するとき、試料溶液から得た数個
133 のスポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た橙色
134 の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい(ダイオウ)。

135 純度試験

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

138 (2) ヒ素 (1.11) 本品0.40 gをとり、第3法により検液を
139 調製し、試験を行う(5 ppm以下)。

140 乾燥減量 (2.41) 11.5%以下(1 g, 105℃, 5時間)。

141 灰分 (5.01) 15.0%以下。

142 定量法

143 (1) サイコサポニンb₂ 本品約0.5 gを精密に量り、ジエ
144 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。
145 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
146 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

147 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
148 た後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物に薄めたメタ
149 ノール(1→2) 20 mLを加えて5分間振り混ぜた後、遠心分離
150 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
151 (1→2)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に
152 定量用サイコサポニンb₂標準試液を標準溶液とする。試料溶
153 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
154 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液
155 のサイコサポニンb₂のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$156 \text{ サイコサポニンb}_2\text{の量(mg)} = C_S \times A_T / A_S \times 50$$

157 C_S : 定量用サイコサポニンb₂標準試液中のサイコサポニ
158 ンb₂の濃度(mg/mL)

159 試験条件

160 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)

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

164 カラム温度: 30℃付近の一定温度

165 移動相: 0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセ
166 トニトリル混液(33:17)

167 流量: 毎分1.0 mL

168 システム適合性

169 システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
170 操作するとき、サイコサポニンb₂のピークの理論段数
171 及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5
172 以下である。

173 システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
174 で試験を6回繰り返すとき、サイコサポニンb₂のピー
175 ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

176 (2) バイカリン 本品約0.1 gを精密に量り、薄めたメタ
177 ノール(7→10) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、
178 遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にバイカリン標準
179 品(別途10 mgにつき、電量滴定法により水分 (2.48) を測定
180 しておく)約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かして正
181 確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、薄めたメタ
182 ノール(7→10)を加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。
183 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
184 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞ
185 れ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。

$$186 \text{ バイカリン(C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_{11}\text{)の量(mg)} = M_S \times A_T / A_S \times 1/4$$

187 M_S : 脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

188 試験条件

189 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 277 nm)

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

193 カラム温度: 40℃付近の一定温度

194 移動相: 薄めたリン酸(1→200)／アセトニトリル混液
195 (19:6)

196 流量: 毎分1.0 mL

197 システム適合性

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

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

205 (3) ギンセノシド Rb₁ 本品約 0.5 g を精密に量り、薄め
206 たメタノール(3→5) 25 mL を正確に加えて 30 分間振り混ぜ
207 た後、遠心分離する。上澄液 10 mL を正確にとり、水酸化
208 ナトリウム試液 3 mL を加えて 30 分間放置した後、1 mol/L
209 塩酸試液 3 mL を加え、水を加えて正確に 20 mL とする。
210 この液 10 mL を正確に量り、カラム(55 ~ 105 μ m の前処理
211 用オクタデシルシリル化シリカゲル 0.36 g を内径約 10 mm
212 のクロマトグラフィー管に注入し、使用直前にメタノールを
213 流し、次に水を流して調製したもの)に入れて流出させる。
214 薄めたメタノール(1→2) 20 mL でカラムを洗い、次に薄め
215 たアセトニトリル(4→5)で流出し、流出液を正確に 5 mL と
216 し、試料溶液とする。別にギンセノシド Rb₁ 標準品(別途 10
217 mg につき、電量滴定法により水分〈2.48〉を測定しておく)
218 約 10 mg を精密に量り、薄めたアセトニトリル(4→5)に溶か
219 し、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、
220 薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて正確に 50 mL とし、標
221 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にと
222 り、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験
223 を行い、それぞれの液のギンセノシド Rb₁ のピーク面積 A_T
224 及び A_S を測定する。

225 ギンセノシド Rb₁ (C₅₄H₉₂O₂₃) の量 (mg)

226 $= M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

227 M_S : 脱水物に換算したギンセノシド Rb₁ 標準品の秤取量
228 (mg)

229 試験条件

230 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203 nm)

231 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cm のステンレス管に5
232 μ m の液体クロマトグラフィー用カルバモイル基結合
233 型シリカゲルを充填する。

234 カラム温度：60℃付近の一定温度

235 移動相：アセトニトリル／水／リン酸混液(400 : 100 :
236 1)

237 流量：毎分1.0 mL

238 システム適合性

239 システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で
240 操作するとき、ギンセノシド Rb₁ のピークの理論段数
241 及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5
242 以下である。

243 システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
244 で試験を6回繰り返すとき、ギンセノシド Rb₁ のピー
245 ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

246 貯法 容器 気密容器。

247 -----

248 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する.

249 塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液、希 塩化鉄(Ⅲ)六水和物0.2 gを
250 メタノールに溶かし、100 mLとする。

251