

コンズランゴ流エキス

Condurango Fluidextract

製法 本品は「コンズランゴ」の中末をとり、「精製水」又は「精製水(容器入り)」／「エタノール」／「グリセリン」混液(5 : 3 : 2)を第1浸出剤、「精製水」又は「精製水(容器入り)」／「エタノール」混液(3 : 1)を第2浸出剤として、流エキス剤の製法により製する。

性状 本品は褐色の液で、特異なおいがあり、味は苦い。

確認試験 本品1 mLに水5 mLを混和し、必要ならばろ過し、澄明な液を加熱するとき、液は混濁し、これを冷却するとき、再びほとんど澄明となる。

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

貯法 容器 気密容器。

サイコ

Bupleurum Root

BUPLEURI RADIX

柴胡

本品はミシマサイコ *Bupleurum falcatum* Linné (*Umbelliferae*)の根である。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、総サポニン(サイコサポニンa及びサイコサポニンd) 0.35%以上を含む。

生薬の性状 本品は細長い円錐形～円柱形を呈し、単一又は分枝し、長さ10～20 cm、径0.5～1.5 cm、根頭には茎の基部を付けていることがある。外面は淡褐色～褐色で、深いしわがあるものもある。折りやすく、折面はやや繊維性である。横切面をルーペ視するとき、皮部の厚さは半径の1/3～1/2で、皮部にはしばしば接線方向に長い裂け目がある。

本品は特異なおいがあり、味は僅かに苦い。

本品の横切片を鏡検 (5.01) するとき、皮層には径15～35 μmの油道がやや多数散在する。木部には道管が放射状又はほぼ階段状に配列し、ところどころに繊維群がある。根頭部の髓には皮層と同様の油道がある。柔細胞中にはでんぷん粒及び油滴を認める。でんぷん粒は単粒又は複粒で、単粒の径は2～10 μmである。

確認試験

(1) 本品の粉末0.5 gに水10 mLを加えて激しく振り混ぜるとき、持続性の微細な泡を生じる。

(2) 本品の粉末1.0 gにメタノール10 mLを加え、還流冷却器を付けて15分間穏やかに煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンa 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10 μL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／エタノール(99.5)／水混液(8 : 2 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジメチルアミノペンズアルデヒド試

液を均等に噴霧し、105℃で5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ち1個のスポットは、標準溶液から得たスポットと色調及びR_F値が等しく、その上側に近接した黄赤色のスポットを認める。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品の粉末3.0 gをとり、第3法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液3.0 mLを加える(10 ppm以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品の粉末0.40 gをとり、第4法により検液を調製し、試験を行う(5 ppm以下)。

(3) 茎及び葉 本品は、異物 (5.01) に従い試験を行うとき、茎及び葉10.0%以上を含まない。

(4) 異物 (5.01) 本品は茎及び葉以外の異物1.0%以上を含まない。

乾燥減量 (5.01) 12.5%以下(6時間)。

灰分 (5.01) 6.5%以下。

酸不溶性灰分 (5.01) 2.0%以下。

エキス含量 (5.01) 希エタノールエキス 11.0%以上。

定量法 本品の粉末約1 gを精密に量り、共栓遠心沈殿管にとり、薄めたメタノール(9→10) 20 mLを加えて15分間振り混ぜた後、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(9→10) 15 mLを加えて同様に操作し、これを2回繰り返す。全抽出液を合わせ、薄めたメタノール(9→10)を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、希水酸化ナトリウム試液2.5 mLを加えて50℃の水浴中で1時間加温し、サイコ定量用リン酸塩緩衝液7.5 mLを加える。この液をカラム(55～105 μmの前処理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10 mLを流し、次に水10 mLを流して調製したもの)に入れて流出させる。薄めたメタノール(7→20) 10 mLでカラムを洗い、次にメタノールで流出し、流出液を正確に10 mLとし、試料溶液とする。また、定量用サイコサポニンa、d混合標準試液を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 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 (2.01) により試験を行う。それぞれの液のサイコサポニンaのピーク面積A_{TA}及びA_{SA}並びにサイコサポニンdのピーク面積A_{TD}及びA_{SD}を測定する。次式によりサイコサポニンa及びサイコサポニンdの量を求め、それらの合計を総サポニンの量とする。

$$\text{サイコサポニンaの量(mg)} = M_{SA} \times A_{TA} / A_{SA} \times 1/2$$

$$M_{SA} : \text{定量用サイコサポニンaの秤取量(mg)}$$

$$\text{サイコサポニンdの量(mg)} = M_{SD} \times A_{TD} / A_{SD} \times 1/2$$

$$M_{SD} : \text{定量用サイコサポニンdの秤取量(mg)}$$

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：206 nm)

カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μm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：50℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3 : 2)

流量：サイコサポニンaの保持時間が約8分になるよう

に調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、サイコサポニンa、サイコサポニンdの順に溶出し、それらのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.4以下である。システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、サイコサポニンa及びサイコサポニンdのピーク面積の相対標準偏差は、いずれも1.5%以下である。

貯法 容器 密閉容器。

柴胡桂枝湯エキス

Saikokeishito 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b₂ 1.5 ~ 6 mg、バイカリン(C₂₁H₁₈O₁₁ : 446.36) 60 ~ 180 mg、ペオニフロリン(C₂₃H₂₈O₁₁ : 480.46) 17 ~ 51 mg (シャクヤク2 gの処方)、21 ~ 63 mg (シャクヤク2.5 gの処方)及びグリチルリチン酸(C₄₂H₆₂O₁₆ : 822.93) 10 ~ 30 mg (カンゾウ1.5 gの処方)、14 ~ 42 mg (カンゾウ2 gの処方)を含む。

製法

	1)	2)	3)	4)
サイコ	5 g	5 g	5 g	5 g
ハンゲ	4 g	4 g	4 g	4 g
オウゴン	2 g	2 g	2 g	2 g
シャクヤク	2 g	2.5 g	2 g	2 g
タイソウ	2 g	2 g	2 g	2 g
ニンジン	2 g	2 g	2 g	2 g
ケイヒ	2.5 g	2.5 g	2.5 g	2 g
カンゾウ	1.5 g	1.5 g	1.5 g	2 g
ショウキョウ	0.5 g	1 g	1 g	1 g

1) ~ 4)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 本品は黄褐色の粉末又は黒褐色の軟エキスで、僅かににおいがあり、味は初めやや甘く、後に苦く、やや辛い。

確認試験

(1) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは6.0 g)に水酸化ナトリウム試液10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタノール5 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b₂ 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°C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)。

(2) 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オウゴン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20 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/ヘキサノール/酢酸(100)混液(10 : 10 : 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。これに塩化鉄(III)・メタノール試液を均等に噴霧するとき、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褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(オウゴン)。

(3) 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。別にペオニフロリン標準品又は薄層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 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。次に酢酸エチル/メタノール/水混液(20 : 3 : 2)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4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°Cで5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ち1個のスポットは、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク)。

(4) 乾燥エキス2.0 g (軟エキスは6.0 g)に水酸化ナトリウム試液10 mLを加えて振り混ぜた後、1-ブタノール5 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。別にギンセノシドRb₁標準品又は薄層クロマトグラフィー用ギンセノシドRb₁ 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/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。これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し、105°C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、標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン)。

(5) 次の i)又は ii)により試験を行う(ケイヒ)。

i) 乾燥エキス10 g (軟エキスは30 g)を300 mLの硬質ガラスフラスコにとり、水100 mL及びシリコン樹脂1 mLを加えた後、精油定量器を装着し、定量器の上端に還流冷却器を付け、加熱し、沸騰させる。定量器の目盛り管には、あらかじめ水を基準線まで入れ、更にヘキサノール2 mLを加える。1時間加熱還流した後、ヘキサノール層をとり、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用(E)-シナナムアルデヒド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50 μL 及び標準溶液2 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た薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジエチルエーテル/メタノール混液(15:5:1)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2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき、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橙色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

ii) 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5 mLを加えて振り混ぜ、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ラフィー用(E)-2-メトキシシナムアルデヒド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20 μL 及び標準溶液2 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。

(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 μL 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/メタノール/水混液(20:3:2)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105°C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緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい(カンゾウ)。

(7) 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[6]-ギンゲロール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 μL 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/ヘキサン混液(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°Cで5分間加熱した後、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～灰緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(ショウキョウ)。

純度試験

(1) 重金属(1.07) 乾燥エキス1.0 g(軟エキスは乾燥物として1.0 gに対応する量)をとり、エキス剤(4)に従い検液を

調製し、試験を行う(30 ppm以下)。

(2) 鉛 乾燥エキス5.0 g(軟エキスは乾燥物として5.0 gに対応する量)を白金製、石英製又は磁製のろつぼにとり、弱く加熱した後、450～550°Cで強熱し、灰化する。冷後、残留物に2 mol/L硝酸試液少量を加え、必要ならばろ過し、2 mol/L硝酸試液少量で数回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、2 mol/L硝酸試液を加えて正確に20 mLとし、試料溶液とする。別に鉛標準液2.5 mLに2 mol/L硝酸試液を加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法(2.23)により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である(5 ppm以下)。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

(3) ヒ素(1.11) 乾燥エキス0.67 g(軟エキスは乾燥物として0.67 gに対応する量)をとり、第3法により検液を調製し、試験を行う(3 ppm以下)。

乾燥減量(2.41) 乾燥エキス 9.5%以下(1 g, 105°C, 5時間)。

軟エキス 66.7%以下(1 g, 105°C, 5時間)。

灰分(5.01) 換算した乾燥物に対して10.0%以下。

定量法

(1) サイコサポニン b_2 乾燥エキス約0.5 g(軟エキスは乾燥物として約0.5 gに対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール(1→2) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用サイコサポニン b_2 標準試液を標準溶液とする。試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、それぞれの液のサイコサポニン b_2 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

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

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ン b_2 の濃度(mg/mL)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μm 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°C付近の一定温度

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

流量：毎分1.0 mL(サイコサポニン b_2 の保持時間約12分)

システム適合性

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

システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、サイコサポニン b_2 のピー

ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

(2) バイカリン 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、薄めたメタノール(7→10) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にバイカリン標準品(別途10 mgにつき、電量滴定法により水分(2.48)を測定しておく)約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。試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、それぞれの液のバイカリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

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

M_S : 脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 277 nm)

カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μm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°C付近の一定温度

移動相: 薄めたリン酸(1→200)/アセトニトリル混液(19:6)

流量: 毎分1.0 mL (バイカリンの保持時間約10分)

システム適合性

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

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

(3) ペオニフロリン 乾燥エキス約0.5 g (軟エキスは乾燥物として0.5 gに対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール(1→2) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にペオニフロリン標準品(別途10 mgにつき、電量滴定法により水分(2.48)を測定しておく)約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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(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ピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)

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

M_S : 脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 232 nm)

カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μm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: 20°C付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液(850:150:1)

流量: 毎分1.0 mL (ペオニフロリンの保持時間約9分)

システム適合性

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

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

(4) グリチルリチン酸 次の i) 又は ii) により試験を行う。

i) 乾燥エキス約0.5 g (軟エキスは乾燥物として約0.5 gに対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール(1→2) 50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にグリチルリチン酸標準品(別途10 mgにつき、電量滴定法により水分(2.48)を測定しておく)約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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(2.01)により試験を行い、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 を測定する。

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)

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

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(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)

カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μm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°C付近の一定温度

移動相: 酢酸アンモニウム3.85 gを水720 mLに溶かし、酢酸(100) 5 mL及びアセトニトリル280 mLを加える。流量: 毎分1.0 mL (グリチルリチン酸の保持時間約15分)

システム適合性

システムの性能: 分離確認用グリチルリチン酸-アンモニウム5 mgを希エタノール20 mLに溶かす。この液10 μLにつき、上記の条件で操作するとき、グリチルリチン酸に対する相対保持時間約0.9のピークとグリチルリチン酸の分離度は1.5以上である。また、薄層クロマトグラフィー用(E)-シンナムアルデヒド1 mg及び分離確認用バイカレイン1 mgをメタノール50 mLに溶かす。この液2 mLに標準溶液2 mLを加える。この液10 μLにつき、上記の条件で操作するとき、グリチルリチン酸のピーク以外に二つのピークを認め、グリチルリチン酸とそれぞれのピークとの分離度は1.5以上である。

システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で試験を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。

ii) 乾燥エキス約0.5 g (軟エキスは乾燥物として約0.5 gに
対応する量)を精密に量り、酢酸エチル20 mL及び水10 mL
を加えて10分間振り混ぜる。これを遠心分離し、酢酸エチ
ル層を除いた後、酢酸エチル20 mLを加えて同様に操作し、
酢酸エチル層を除く。水層にメタノール10 mLを加えて30
分間振り混ぜた後、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(1→2) 20 mLを加えて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とし、試料溶液
とする。別にグリチルリチン酸標準品(別途10 mgにつき、
電量滴定法により水分(2.48)を測定しておく)約10 mgを精
密に量り、薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100
mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLづ
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、それぞれの液のグリチルリチン酸
のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)

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

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
(mg)

試験条件

i)の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの再現性はi)のシステム適合性を準用する。

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

貯法 容器 気密容器。

サイシン

Asiasarum Root

ASIASARI RADIX

細辛

本品はケイリンサイシン *Asiasarum heterotropoides* F.
Maekawa var. *mandshuricum* F. Maekawa又はウスバサイ
シン *Asiasarum sieboldii* F. Maekawa (*Aristolochiaceae*)の
根及び根茎である。

生薬の性状 本品はほぼ円柱形の根茎に多くの細長い根を付け
たものである。外面は淡褐色～暗褐色を呈する。根は長さ約
15 cm, 径0.1 cm, 浅い縦じわがあり、折れやすい。根茎は
長さ2～4 cm, 径0.2～0.3 cm, しばしば分枝し、縦じわ
がある。節間は短く、各節には僅かに葉柄や花柄の残基及び
数本の細長い根を付ける。

本品は特異なにおいがあり、味は辛く舌をやや麻痺させる。

確認試験 本品の粉末1 gにジエチルエーテル10 mLを加えて
10分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とす
る。別に薄層クロマトグラフィー用アサリニン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10 µL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。これに希硫酸を均等に噴霧し、
105℃で5分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のス
ポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得たスポット
と色調及び R_f 値が等しい。

純度試験

(1) 重金属(1.07) 本品の粉末1.0 gをとり、第3法によ
り操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加え
る(20 ppm以下)。

(2) ヒ素(1.11) 本品の粉末0.40 gをとり、第4法によ
り検液を調製し、試験を行う(5 ppm以下)。

(3) 地上部 本品は、異物(5.01)に従い試験を行うとき、
地上部を含まない。

(4) 異物(5.01) 本品は地上部以外の異物1.0%以上を
含まない。

(5) アリストロキア酸 I 本品の粉末2.0 gを正確に量り、
薄めたメタノール(3→4) 50 mLを正確に加えて15分間振り
混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に生薬純度試
験用アリストロキア酸 I 1.0 mgを正確に量り、薄めたメタ
ノール(3→4)に溶かし、正確に100 mLとする。この液1 mL
を正確に量り、薄めたメタノール(3→4)を加えて正確に25
mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 µLづ
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)により試験を行うとき、試料溶液には標準溶液のア
リストロキア酸 I に対応する保持時間にピークを認めない。
アリストロキア酸 I に対応する保持時間にピークを認めた場
合は条件を変更して分析し、このピークがアリストロキア酸
I でないことを確認する。

試験条件

検出器: 紫外又は可視吸光度計(測定波長: 400 nm)

カラム: 内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5
µm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: リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8 g及びリ
ン酸2 mLを水に溶かし、1000 mLとした液/アセト
ニトリル混液(11:9)

流量: アリストロキア酸 I の保持時間が約15分になる
ように調整する。

システム適合性

検出の確認: 標準溶液1 mLを正確に量り、薄めたメタ
ノール(3→4)を加えて正確に10 mLとする。この液20
µLにつき、上記の条件で操作するとき、アリストロ
キア酸 I のSN比は3以上である。

システムの再現性: 標準溶液20 µLにつき、上記の条件
で試験を6回繰り返すとき、アリストロキア酸 I のピ
ーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である。

(6) 総BHCの量及び総DDTの量(5.01) 各々0.2 ppm以
下。

灰分(5.01) 10.0%以下。

酸不溶性灰分(5.01) 3.0%以下。

精油含量(5.01) 本品の粉末30.0 gをとり、試験を行うとき、