

溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ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 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (4:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄 (III) 六水和物のメタノール溶液 (1 \rightarrow 100) 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、標準溶液から得た暗緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

灰分 6.0 % 以下。

乾燥減量 12.0 % 以下 (6 時間)。

定量法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り、移動相 30 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱する。冷後、共栓遠心沈殿管に移し、遠心分離し、上澄液を分取する。還流抽出の際の容器は、移動相 30 mL で洗い、洗液は先の共栓遠心沈殿管に入れ、5 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は更に移動相 30 mL を加え、5 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。全抽出液を合わせ、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にバイカリン標準品約 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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。

$$\begin{aligned} & \text{バイカリン (C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_{11}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算したバイカリン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 5 \end{aligned}$$

操作条件

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 ~ 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸 (1 \rightarrow 146) /アセトニトリル混液 (18:7)

流量：バイカリンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：バイカリン標準品 1 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 2 mg をメタノールに溶かして 100 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、バイカリン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、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。

オウゴン末

Powdered Scutellaria Root

SCUTELLARIAE RADIX PULVERATA

黄芩末

本品は「オウゴン」を粉末としたものである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、バイカリン 10.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄褐色を呈し、ほとんどにおいがなく、味はわずかに苦い。

本品を鏡検するとき、少量のでんぷん粒を含む柔細胞の破片、網紋道管の破片、仮道管の破片、細長い石細胞を認め、更に少数のらせん紋道管及び木部繊維を認める。

確認試験

(1) 本品 0.5 g にジエチルエーテル 20 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 5 分間穏やかに煮沸し、冷後、ろ過する。ろ液を蒸発して得た残留物をエタノール (95) 10 mL に溶かし、その 3 mL に希塩化鉄 (III) 試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は灰緑色を呈し、後に紫褐色に変わる。

(2) 本品 2.0 g にメタノール 10 mL を加え、水浴上で 3 分間加温し、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用バイカリン 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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ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 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (4:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄 (III) 六水和物のメタノール溶液 (1 \rightarrow 100) 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、標準溶液から得た暗緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

純度試験 異物 本品を鏡検するとき、シュウ酸カルシウムの結晶を認めない。

灰分 6.0 % 以下。

酸不溶性灰分 1.0 % 以下。

乾燥減量 12.0 % 以下 (6 時間)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、移動相 30 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱する。冷後、共栓遠心沈殿管に移し、遠心分離し、上澄液を分取する。還流抽出の際の容器は、移動相 30 mL で洗い、洗液は先の共栓遠心沈殿管に入れ、5 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は更に移動相 30 mL を加え、5 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。全抽出液を合わせ、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にバイカリン標準品約 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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。

$$\begin{aligned} & \text{バイカリン (C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_{11}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算したバイカリン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 5 \end{aligned}$$

操作条件

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 ~ 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 → 146）/アセトニトリル混液（18：7）

流量：バイカリンの保持時間が約6分になるように調整する。

カラムの選定：バイカリン標準品1mg及びパラオキシ安息香酸メチル2mgをメタノールに溶かして100mLとする。この液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、バイカリン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度が3以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、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。

オウバク

Phellodendron Bark

PHELLODENDRI CORTEX

黄柏

本品はキハダ *Phellodendron amurense* Ruprecht 又は *Phellodendron chinense* Schneider (*Rutaceae*) の周皮を除いた樹皮である。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、ベルベリン〔塩化ベルベリン ($C_{20}H_{18}ClNO_4$: 371.81) として〕1.2%以上を含む。

性状 本品は板状又は巻き込んだ半管状の皮片で、厚さ2～4mmである。外面は灰黄褐色～灰褐色で、多数の皮目の跡があり、内面は黄色～暗黄褐色で、細かい縦線を認めるが平滑である。折面は繊維性で鮮黄色を呈する。横切面をルーペ視するとき、皮部外層は黄色で薄く、石細胞が黄褐色の点状に分布する。皮部内層は厚く、一次放射組織は外方に向かうに従い幅が広がるので、二次皮部の一次放射組織間はほぼ三角形を呈し、その頂点に後生放射組織が集中する。師部繊維群は褐色で、階段状に並び、放射組織と交叉し、格子状を呈する。

本品は弱いにおいがあり、味は極めて苦く、粘性で、だ液を黄色に染める。

確認試験

(1) 本品の粉末1gにジエチルエーテル10mLを加え、時々振り混ぜながら10分間放置し、ろ過する。ろ紙上の粉末を集め、エタノール(95)10mLを加え、時々振り混ぜながら10分間放置した後、ろ過する。ろ液2～3滴に塩酸1mLを加え、過酸化水素試液1～2滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) (1)で得たエタノール液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用塩化ベルベリン1mgをメタノール1mL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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフ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1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(7:2:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長365nm)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～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。

(3) 本品の粉末に水を加えてかき混ぜるとき、液は粘液のためゲル状を呈する。

乾燥減量 9.0%以下(60℃, 8時間)。

灰分 7.5%以下。

酸不溶性灰分 0.5%以下。

定量法 本品の粉末約0.5gを精密に量り、メタノール/希塩酸混液(100:1)30mLを加え、還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し、冷後、ろ過する。残留物は、メタノール/希塩酸混液(100:1)30mL及び20mLを用いて、更にこの操作を2回行う。最後の残留物にメタノール10mLを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。全ろ液を合わせ、メタノールを加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別に塩化ベルベリン標準品(別途水分を測定しておく)約0.01gを精密に量り、メタノールに溶かして正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のベルベリンのピーク面積A_r及びA_sを測定する。

ベルベリン〔塩化ベルベリン($C_{20}H_{18}ClNO_4$)として〕の量(mg)
= 脱水物に換算した塩化ベルベリン標準品の量(mg) × $\frac{A_r}{A_s}$

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：345nm)

カラム：内径4～6mm、長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液(1:1)1000mLにリン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを加えて溶かす。

流量：ベルベリンの保持時間が約10分になるように調整する。

カラムの選定：塩化ベルベリン標準品及び塩化パルマチン1mgずつをメタノールに溶かして10mLとする。この液20μLにつき、上記の条件で操作するとき、パルマチン、ベルベリンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を5回繰り返すとき、ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

オウバク末

Powdered Phellodendron Bark

PHELLODENDRI CORTEX PULVERATUS

黄柏末

本品は「オウバク」を粉末としたものである。

本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、ベルベリン〔塩化ベルベリン ($C_{20}H_{18}ClNO_4$: 371.81) として〕1.2%以上を含む。

性状 本品は鮮黄色～黄色を呈し、弱いにおいがあり、味は極めて苦く、粘性で、だ液を黄色に染める。

本品を鏡検するとき、しばしば結晶細胞列を伴う黄色で厚