

- 12) Kawahara, N., Recent progress of regulation for crude drugs -Review of supplement I fo the Japanese Pharmacopoeia 15th edition. Bokin, Bobai, 35, 583-590 (2007).
- 13) Goda, Y., Actual Use Research (AUR), a New Method for Evaluating the Effectiveness of OTC Kampo Formulations. Shoyakugaku Zasshi, **62**, 1-7 (2008).
- 14) Shiota, H., Hamano, t., Nakajima, J., Yasuda, H., Determination of heavy metals and arsenic in crude drugs, Annual Report of Tokyo Metropolitan Institute of Public Health, **58**, 117-122, (2008).
- 15) Tsutani, K., Takuma, H., Regulatory sciences in herbal medicines and dietary supplements. Yakugaku Zasshi, **128**, 867-880 (2008).
- 16) Kawahara, N., Ido, Y., Nakajima, I., Kawasaki, T., Sakai, E., Goda, Y., Comparative study on testing methods and specification values for crude drugs in Pharmacopoeias among four western pacific regional countries (Japan, China, Korea and Vietnam) (IV) Comparative study on TLC identification for crude drugs considering harmonization and clean analysis. Shoyakugaku Zashhi, **62**, 72-78 (2008).
- 17) Sato, M., Anetai, M., Kamakura, H., Goda, Y., Analysis of organophosphorus pesticide residue in crude drugs (Part 2). Iyakuin Kenkyu, **39**, 203-222 (2008).
- 18) Amakura, Y., Yoshimura, M., Mouri, C., Mikage, M., Kawahara, N., Goda, Y., Yoshida, T., Conveient TLC-based identification test for the crude drug "Pogstemoni Herba". Yakugaku Zasshi, **128**, 1833-1837 (2008).
- 19) Goda, Y., Kawahara, N., Kiuchi, F., Hirakura, K., Kikuchi, Y., Nishimura, H., Marumoto, M., Kitazaki, H., A guanidine derivative from seeds of *Plantago asiatica*. J. Nat. Med., **63**, 58-60 (2009).
- 20) Kawahara, N., Anijiki, N., Hosoe, J., Kim, I.-H., Ikezaki, H., Mikage, M., Goda, Y., Studies on relationship between taste and content of sulfur dioxide in crude drugs obtained from the Japanese market, Iyakuin-Kenkyu, **40**, 129-135 (2009).
- 21) Goda, Y., Assessing quality of crude drugs obtained in Japanese market on harmful contaminants and residues, Kampo Med., **60**, 26-32 (2009).
- 22) Terabayashi, S., Sakai, E., Yamaji, H., Kondo, K., Kawahara, N., Goda, Y., Authentication and standardization of botanical origin and morphology of coix fruit in the Japanese Pharmacopoeia. The Journal of Japanese Botany (Shokubutu Kenkyugaku Zasshi), **84**, 77-84 (2009).
2. 学会発表等
- 1) 合田幸広, 第十五改正日本薬局方生薬総則・医薬品各条(生薬)について, 公定書協会研修会, 2006年5月(東京・大阪).
- 2) 合田幸広, 日本薬局方における生薬関連分野の15局での改正点と16局への課題, 薬用植物フォーラム2006, (2006年7月(つくば)).

- 3) 合田幸広, 一般用漢方処方の使用実態調査 (AUR), 日本生薬学会第 53 回年会特別講演, 2006 年 9 月 (埼玉).
- 4) 安食菜穂子, 芳野知栄, 川原信夫, 合田幸広, 漢方処方の味認識に関する研究 (第 5 報), 日本生薬学会第 53 回年会, 2006 年 9 月 (埼玉).
- 5) 川原信夫, 酒井英二, 糸数七重, 合田幸広, FHH 各国局方生薬における生薬の試験法と規格値 (3), 日本生薬学会第 53 回年会, 2006 年 9 月 (埼玉).
- 6) 余村かおり, 中村雄一, 神本敏弘, 平倉一弘, 菊地祐一, 新津和明, 山路弘樹, 近藤健児, 諸田隆, 竹田秀一, 佐々木博, 合田幸広, 生姜・乾姜, 杏仁・桃仁の化学的鑑別, 日本生薬学会第 53 回年会, 2006 年 9 月 (埼玉).
- 7) 徳本廣子, 下村裕子, 合田幸広, 香月茂樹, 鏡検による *Curcuma longa* L. (ウコン) と *Curcuma aromatica* Salisb. (ハルウコン) の鑑別について, 日本生薬学会第 53 回年会, 2006 年 9 月 (埼玉).
- 8) GODA, Y., Pharmacopoeial topics of herbal medicines in Japan, 2006' International Symposium for Pharmaceutical Science in Beijing (2006.10).
- 9) 安食菜穂子, 川原信夫, 合田幸広, 味認識装置による漢方処方の味の評価について, 第 35 回生薬分析シンポジウム, 2006 年 11 月 (大阪).
- 10) 合田幸広, 天然物の基原と品質保証, 日本大衆薬工業協会生薬製品委員会定期総会, 2007 年 3 月 (東京).
- 11) 川原信夫, 糸数七重, 佐竹元吉, 合田幸広, FHH 各国薬局方における試験法と規格値(4) 日本薬学会第 127 年会, 2007 年 3 月 (富山).
- 12) 石崎祥子, 袴塚高志, 合田幸広, 小林進, 新規漢方処方の品質規格に関する基礎的検討 (1), 甘露飲の品質評価について, 日本薬学会第 127 年会, 2007 年 3 月 (富山).
- 13) 石崎祥子, 袴塚高志, 合田幸広, 小林進, 新規漢方処方の品質規格に関する基礎的検討 (2) 生薬抽出過程における黄ゴン含有フラボノイドの組成変化, 日本薬学会第 127 年会, 2007 年 3 月 (富山).
- 14) 塚本将大, 袴塚高志, 川原信夫, 合田幸広, 中村洋, 新規漢方処方の品質規格に関する基礎的検討 (3), 烏薬順気散及びその構成生薬である白僵蚕の品質評価について, 日本薬学会第 127 年会, 2007 年 3 月 (富山).
- 15) 合田幸広, 日本薬局方と和漢薬の標準化. 第 27 回和漢医薬学会大会, 2007 年 9 月 (富山).
- 16) 木内文之, 理化学試験用標準生薬 (仮称) について. 第 27 回和漢医薬学会大会, 2007 年 9 月 (富山).
- 17) 伏見裕利, 伏谷真二, 小松かつ子, 蔡少青, 伏見直子, 『本草品彙精要』に記載されている漢薬「滑石」の現地調査. 第 27 回和漢医薬学会大会, 2007 年 9 月 (富山).
- 18) 合田幸広, 生薬及び関連物質の品質確保と安全性・有効性に関する研究. 日本生薬学会第 54 回年会, 2007 年 9 月 (名古屋).
- 19) 鎌倉浩之, 合田幸広, 生薬中のヒ素, 水銀, 鉛及びカドミウムについて. 日本生薬学会第 54 回年会, 2007 年 9 月 (名古屋).
- 20) 天倉吉章, 好村守生, 合田幸広, 吉田隆志, カッコウの確認試験に関する検討. 日本生薬学会第 54 回年会, 2007 年 9 月 (名古屋).

- 21) 石崎祥子, 末永恵美, 鎌倉浩之, 袴塚高志, 合田幸広, 小林進, 新規漢方処方の品質規格に関する基礎的検討(4), 生薬煎出におけるオウゴン含有成分の加水分解及び沈殿生成. 日本生薬学会第54回年会, 2007年9月(名古屋).
- 22) 石田真理, 袴塚高志, 合田幸広, 小林進, 新規漢方処方の品質規格に関する基礎的検討(5), 小腸上皮細胞のトランスポーターに与える甘露飲の影響. 日本生薬学会第54回年会, 2007年9月(名古屋).
- 23) 安食菜穂子, 川原信夫, 合田幸広, 漢方処方味の認識に関する研究(第6報). 日本生薬学会第54回年会, 2007年9月(名古屋).
- 24) Tsutani K, Tu Ya., The history and current situation of the classification of traditional Chinese medicine in China and Kampo drugs in Japan. 14th International Congress of Oriental Medicine (ICOM), Taipei, 3 December 2007. Abstract. p.40-1.
- 25) 合田幸広, 一般用漢方処方の使用実態調査研究(AUR). 漢方薬学シンポジウムイン佐世保, 2007年12月, (ハウステンボス).
- 26) 佐藤正幸, 姉帯正樹, 袴塚高志, 鎌倉浩之, 合田幸広, 有機リン系農薬の漢方処方煎液への移行. 日本薬学会第128年会, 2008年3月(横浜).
- 27) 木内文之, 淵野裕之, 菱田敦之, 合田幸広, 川原信夫, 関田節子, 酒井英二, 浅間宏志, 近藤誠三, 山本 豊, 菊地祐一, 七浦光雄, 「理化学試験用試薬シャゼンシ」について. 日本薬学会第128年会, 2008年3月(横浜).
- 28) 川原信夫, 井戸淑恵, 川崎武志, 酒井英二, 合田幸広, FHH 各国局方生薬における生薬の試験法と規格値(5), 日本薬学会第128年会, 2008年3月(横浜).
- 29) 安食菜穂子, 小林義和, 池崎秀和, 御影雅幸, 川原信夫, 合田幸広, 漢方処方の味認識に関する研究(第7報), 日本薬学会第128年会, 2008年3月(横浜).
- 30) 石田真理, 袴塚高志, 合田幸広, 小林進, 新規漢方処方の品質規格に関する基礎的検討(6) 小腸上皮細胞のトランスポーターMRP2およびMRP3の遺伝子発現を抑制する甘露飲含有成分, 日本薬学会第128年会, 2008年3月(横浜).
- 31) 遠藤明仁, 袴塚高志, 合田幸広, 新規漢方処方の品質規格に関する基礎的検討(7) 嫌気性腸内細菌に与える漢方処方の影響, 日本薬学会第128年会, 2008年3月(横浜).
- 32) 合田幸広, 日本における生薬中の不純物, 残留物とその安全性, 第59回日本東洋医学会学術総会, 2008年6月(仙台).
- 33) Goda, Y., "Studies on the Safety, Efficacy and Quality Assurance of Crude Drugs and Their Related Products" The 4th KSP-JSP-CCTCNM Joint Symposium on Pharmacognosy, 2008.6, Gangneung, Republic of Korea.
- 34) 合田幸広, 日本における生薬中の不純物, 残留物とその安全性, 薬用植物フォーラム2008, 2008年7月(つくば).
- 35) 合田幸広, 糸数七恵, 袴塚高志, 中村高敏, 大屋のぞみ, 荻原幸夫, 佐竹元吉, 花輪壽彦, 中田敬吾, 平井俊樹, 三上正利, 一般用漢方処方「猪苓湯」を用いた使用実態調査研究 AUR (Actual Use Research) 第二報, 日本生薬学会第55回年会, 2008年9月(長崎).

- 36) 川原信夫, 安食菜穂子, 細江潤子, 金益輝, 池崎秀和, 御影雅幸, 合田幸広, 生薬中の残留二酸化硫黄が味に与える影響について. 日本生薬学会第55回年会, 2008年9月(長崎).
- 37) 安食菜穂子, 細江潤子, 渕野裕之, 木内文之, 関田節子, 御影雅幸, 池崎秀和, 川原信夫, 合田幸広, 漢方処方味の認識に関する研究(第8報)ーブシについて(1)ー, 日本生薬学会第55回年会, 2008年9月(長崎).
- 38) 渕野裕之, 菱田敦之, 木内文之, ゴシツの加工調製に関する研究, 日本生薬学会第55回年会, 2008年9月(長崎).
- 39) Lang, Y., Tsutani, K.. "Review of drug utilization research using DDD in China" Asian Conference on Pharmacoepidemiology 2008 (ACPE 2008), 2008.11, Seoul, Republic of Korea, Proceeding Book. p. 222.
- 40) Tsutani, K. "ADR Reporting and classification/coding of herbal medicines" Standing Committee, Forum on Harmonization of Herbal Medicines (FHH), 2008.11, Seoul, Republic of Korea.
- 41) Goda, Y., "Pharmacopoeial topics on Herbal Medicine in Japan from 2007 to 2008" Standing Committee, Forum on Harmonization of Herbal Medicines (FHH), 2008.11, Seoul, Republic of Korea.
- 42) Goda, Y., "Compiled Activity Reports of Past Years of Sub-Committee 1" Standing Committee, Forum on Harmonization of Herbal Medicines (FHH), 2008.11, Seoul, Republic of Korea.
- 43) Kawahara, N., "Activity reports of Sub-Committee 1 from 2007 to 2008" Standing Committee, Forum on Harmonization of Herbal Medicines (FHH), 2008.11, Seoul, Republic of Korea.
- 44) Kiuchi, F., "Recent Topics in the Japanese Pharmacopoeia Regulation" International Symposium on Harmonization of Herbal Medicines, 2008.11, Seoul, Republic of Korea.
- 45) Goda, Y., "Processes for marketing approval of herbal medicinal products in Japan" International Symposium on Harmonization of Herbal Medicines, 2008.11, Seoul, Republic of Korea.
- 46) 佐藤正幸, 姉帯正樹, 鎌倉浩之, 合田幸広, 漢方処方煎液及び煎出残渣中の有機リン系農薬. 第45回全国衛生化学技術協議会年会, 2008年11月(佐賀).
- 47) 合田幸広, 日本薬局方及び漢方・生薬製剤に関する最近の話題, 日本生薬学会関西支部平成20年度秋季講演会, 2008年11月(大阪).
- 48) 木内文之, 局方生薬試験に関する最近の話題, 第37回生薬分析シンポジウム, 2008年12月(大阪).
- 49) 合田幸広, 日本薬局方の充実と和漢薬の標準化, 第2回和漢薬の科学研究シンポジウム, 2009年2月(富山).
- 50) 合田幸広, 漢方医学の国際化, 正しい用語使用と英語表記統一(漢方製剤・生薬製剤・生薬用語の英語表記), 第104回漢方医学フォーラム, 2009年3月(東京).
- 51) 佐藤正幸, 姉帯正樹, 袴塚高志, 鎌倉浩之, 合田幸広, 漢方処方煎液の乾燥工程におけ

- る有機リン系農薬の消長，日本薬学会第 129 年会，2009 年 3 月（京都）。
- 52) 天倉吉章，好村守生，川原信夫，合田幸広，吉田隆志，タンジンの確認試験に関する検討，日本薬学会，日本薬学会第 129 年会，2009 年 3 月（京都）。
- 53) 鎌倉浩之，合田幸広，生薬中のヒ素，水銀，鉛及びカドミウムについて（第 2 報），日本薬学会第 129 年会，2009 年 3 月（京都）。
- 54) 袴塚高志，合田幸広，新規漢方処方 の品質規格に関する基礎的検討（9）麗澤通気湯の品質評価について，日本薬学会第 129 年会，2009 年 3 月（京都）。
- 55) 勢ノ康代，遠藤明仁，袴塚高志，合田幸広，新規漢方処方 の品質規格に関する基礎的検討（8）嫌気性腸内細菌の影響に及ぼす漢方処方，日本薬学会第 129 年会，2009 年 3 月（京都）。
- 56) 安食菜穂子，細江潤子，淵野裕之，木内文之，関田節子，池崎秀和，御影雅幸，川原信夫，合田幸広，漢方処方 の味認識に関する研究（第 9 報）-ブシについて（2）-，日本薬学会第 129 年会，2009 年 3 月（京都）。
- 57) 伏見裕利，小松かつ子，伏谷眞二，合田幸広，川原信夫，伏見直子，蔡少青，中国福建省及び山東省市場品（カッセキ）の基原鉱物について，日本薬学会第 129 年会，2009 年 3 月（京都）。

なお，日本薬局方フォーラム 17（1）に，牛車腎気丸エキス，真武湯エキス，八味地黄丸エキスの原案が提示され，第 15 改正日本薬局方第二追補に収載予定である。

研究成果の刊行に関する一覧表

原著論文

発表者氏名	タイトル名	発表誌名	巻、号	ページ	出版年
Sato, M. 他	Organophosphorus Pesticide Residues in Decoctions of Crude Drugs	Iyakuin Kenkyu	37(4)	245-250	2006
Kawahara, N. 他	Comparative Study on Testing Methods and Specification Values for Crude Drugs Used in Monographs among Four Western Pacific Regional Countries (Japan, China, Korea and Vietnam) (2) Comparative Study on TLC and Assay Conditions	Shoyakugaku Zasshi	60(2)	73-85	2006
Nakamura, Y. 他	Physicochemical Quality Evaluation of Natural Compounds Isolated from Crude Drugs Standard Compounds for the Official Specification and Testing Method of "Processed Aconite Root" and "Powdered Processed Aconite Root" in the Japanese Pharmacopoeia	J. Nat. Med.	60(4)	285-294	2006
Anjiki, N. 他	Evaluation of the Taste of a Kampo Formula by a Taste-Sensing System (3), the Taste of Ryokeijutsukanto	Shoyakugaku Zasshi	61(1)	6-13	2007
Kawahara, N. 他	Comparative Study on Testing Methods and Specification Values for Crude Drugs in Pharmacopoeias among Four Western Pacific Regional Countries (Japan, China, Korea and Vietnam) (III) Comparative Study on General Testing Methods for Crude Drugs	Shoyakugaku Zasshi	61(1)	44-57	2007
Itokazu, N. 他	Actual Use Research, a New Method for Evaluating the Effectiveness of OTC Kampo Drugs and Its Application to Kamishoyosan Formulation	J. Trad. Med.	24(3)	104-114	2007
Sato, M. 他	Analysis of Organophosphorus Pesticide Residue in Crude Drugs (Part 2)	Iyakuin Kenkyu	39(4)	203-222	2008
Kawahara, N. 他	Comparative Study on Testing Methods and Specification Values for Crude Drugs in Pharmacopoeias among Four Western Pacific Regional Countries (Japan, China, Korea and Vietnam) (IV) Comparative Study on TLC Identification for Crude Drugs Considering Hamonization and Clean Analysis	Shoyakugaku Zasshi	62(2)	72-78	2008
Amakura, Y. 他	Convenient TLC-based Identification Test for the Crude Drug "Pogstemoni Herba"	Yakugaku Zasshi	128(12)	1833-1837	2008

Terabayashi, S. 他	Authentication and Standardization of Botanical Origin and Morphology of Coix Fruit in the Japanese Pharmacopoeia	Shokubutu Kenkyugaku Zasshi	84(2)	77-84	2009
Kawahara, N. 他	Studies on Relationship between Taste and Content of Sulfur Dioxide in Crude Drugs Obtained from the Japanese Market	Iyakuhin Kenkyu	40(3)	129-135	2009
Goda, Y. 他	A Guanidine Derivative from Seeds of <i>Plantago Asiatica</i>	J. Nat. Med.	63(1)	58-60	2009

総説等

Goda, Y.	General Rules for Crude Drugs and the Monographs of the Crude Drug Section in the Japanese Pharmacopoeia Fifteenth Edition	Iyakuhin Kenkyu	37(11)	801-813	2006
Goda, Y.	Focus of the Section on Crude Drugs in JP15	Yakkyoku	57(5)	2179-2183	2006
Goda, Y.	Nomenclature on the Source Plant of "Evodia Fruit" in Japanese Pharmacopoeia	Shoyakugaku Zasshi	61(2)	93-94	2007
Kawahara, N.	Recent Progress of Regulation for Crude Drugs -Review of Supplement I to The Japanese Pharmacopoeia Fifteenth Edition-	Bokin Bobai	35(9)	583-590	2007
Goda, Y.	Actual Use Research (AUR), a New Method for Evaluating the Effectiveness of OTC Kampo Formulations	Shoyakugaku Zasshi	62(1)	1-7	2008
Tsutani, K. 他	Regulatory Sciences in Herbal Medicines and Dietary Supplements	Yakugaku Zasshi	128(6)	867-880	2008
Goda, Y.	Assessing Quality of Crude Drugs Obtained in Japanese Market on Harmful Contaminants and Residues	Kampo Med.	60(1)	26-32	2009

生薬煎液中の残留有機リン系農薬

佐藤 正幸*, 姉帯 正樹*, 合田 幸広**

(受付:平成17年7月26日, 受理:平成18年2月14日)

Organophosphorus Pesticide Residues in Decoctions of Crude Drugs

Masayuki SATO*, Masaki ANETAI* and Yukihiro GODA**

Summary

In our investigation on residues of 22 organophosphorus pesticides in commercial crude drugs, parathion and parathion-methyl were detected in *Perillae Herba*, and chlorpyrifos, fenitrothion, methidathion and quinalphos were detected in *Aurantii Nobilis Pericarpium*. In Japan, these crude drugs are mainly used as components of *Kampo* formulae. Since extracts and decoctions are normally used as their dosage form, we determined the amounts of these pesticides in the decoctions and the herbal residues.

Parathion and parathion-methyl remained mostly in *Perillae Herba* after decoction.

Chlorpyrifos and quinalphos remained mostly in *Aurantii Nobilis Pericarpium* after decoction. In the case of fenitrothion and methidathion, only 40% and trace amounts were detected in the residues, respectively, but none was detected in the decoctions.

In order to clarify this result, we conducted recovery tests of the pesticides spiked in water after the solutions had been concentrated to half of the original volume by heating. The recoveries of fenitrothion and methidathion were 35% and 13%, respectively, while the recoveries of the other pesticides were mostly less than 56%. Therefore, it is concluded that considerable amounts of these pesticides disappear from the decoction during the concentration process, even if the pesticides are transferred to the water from the crude drugs.

The residual amounts of organophosphorus pesticides in herbal medicines are normally regulated in terms of the level in the crude drugs themselves. However, it might be better to regulate them based on the level in *Kampo* extracts in Japan, because most crude drugs are used as *Kampo* extracts and the amounts of residual pesticides decrease during the decoction process.

Key words

Decoction of crude drugs, Organophosphorus pesticide, Pesticide residue, *Perillae Herba*,

* 北海道立衛生研究所 札幌市北区北19条西12丁目 (〒060-0819)

Hokkaido Institute of Public Health, Kita-19, Nishi-12, Kita-ku, Sapporo 060-0819, Japan

** 国立医薬品食品衛生研究所 東京都世田谷区上用賀1-18-1 (〒158-8501)

National Institute of Health Sciences, 1-18-1 Kamiyoga, Setagaya-ku, Tokyo 158-8501, Japan

Aurantii Nobilis Pericarpium, Parathion, Parathion-methyl, Chlorpyrifos, Fenitrothion, Methidathion, Quinalphos, GC-FPD

緒 言

平成15年6月、生薬4種（サンシュユ、ソヨウ、タイソウ、チンピ）から、残留農薬が検出されたという新聞報道がなされ、医療現場においても、生薬の農薬汚染への不安感が広がっている。著者らは生薬中の有機リン系農薬の残留実態を把握するため、国内で入手した上記4品目を含む11品目の生薬について、22種類の有機リン系農薬の分析法を検討した。更に生薬11品目各11検体、総計121検体について有機リン系農薬の残留実態調査を実施した。その結果、生の葉が野菜としても流通しているソヨウ及び果肉が果物であるチンピから、高頻度（共に91%）で有機リン系農薬が検出された¹⁾。

ソヨウは鎮咳去痰薬、かぜ薬とみなされる漢方処方などに配合されており²⁾、一般用漢方処方210処方中10処方で用いられている。チンピは主として漢方処方用薬であり、健胃消化薬、鎮咳去痰薬とみなされる漢方処方などに高頻度で配合されており³⁾、一般用漢方処方210処方中では44処方で用いられている。漢方処方は水を加え煎じて利用され、エキスを製剤においても抽出溶媒に水が用いられる。検出された農薬はいずれも脂溶性であり、水への移行率は低いと考えられるが、有機リン系農薬について検討された例は少ない⁴⁾。そこで今回、有機リン系農薬が検出されたソヨウ及びチンピを用い、煎液への農薬移行について検討を加えたので報告する。

実験方法

1. 試 料

前報¹⁾で用いたソヨウ及びチンピのうち、有機リン系農薬が検出された試料を分析用試料とした。

2. 試 薬

有機リン系農薬標準品22種、アセトン、アセトニトリル、*n*-ヘキサン（ヘキサン）、塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム及び水は前報¹⁾で使用したものを、Sep-Pak Vac tC₁₈カートリッジ（5g/20cc、C₁₈カートリッジ、ウォーターズ社製）は、前報¹⁾と同様に前処理して使用した。

3. 農薬混合標準溶液

前報¹⁾で調製した溶液を用いた。

4. 分析方法

4.1 試料中の残留農薬

前報¹⁾に従いソヨウ及びチンピ分析試料各5gから試験溶液を調製し、炎光光度型検出器付ガスクロマトグラフ（GC-FPD）により分析を行った。

4.2 煎液及び煎出残渣中の農薬

300 mLのビーカーに農薬が検出された試料5g及び水100 mLを加え、ホットプレート（象印マホービン製 EA-ZA45）上で40～45分間、煎液が約50 mLになるまで加熱濃縮した。吸引ろ過後、ろ液をC₁₈カートリッジに注入し、更にアセトニトリル/水（4:1）50 mLを注入した。C₁₈カートリッジから溶出した液を合わせ、40℃以下でアセトニトリルを減圧除去した。濃縮液を塩化ナトリウム15 gを入れた分液漏斗に移し、ヘキサン50 mLを加え、5分間振とう後、ヘキサン層を分取した。水層にヘキサン50 mLを加え、上記と同様の操作を繰り返した。ヘキサン層を合わせ、水50 mLで洗浄後、無水硫酸ナトリウムで脱水した。約2 mLに減圧濃縮後、窒素気流下で乾固し、アセトン5.0 mLに溶解し、煎液の試験溶液とした。

吸引ろ過後の残渣に水20 mL、アセトニトリル80 mLを加え、前報¹⁾に従いホモジナイズ（日本精機製作所製 Ace HOMOGENIZER, 5,000 rpm）、C₁₈カートリッジによるクリーンアップ、ヘキサン転溶を行い、煎出残渣の試験溶液とした。

4.3 農薬添加水溶液の加熱濃縮時における農薬回収率

300 mLのビーカーに水100 mL、農薬混合標準溶液（各2 μg/mL）1 mLを加え、ホットプレート上で40～45分間、約50 mLになるまで加熱濃縮した。全量を塩化ナトリウム15 gを入れた分液漏斗に移し、以下、煎液と同様に操作した。

GC-FPD分析する際には、感度を安定化させるため、あらかじめ起爆注入として煎出残渣の試験溶液を3～5回注入した。チンピ中のフェニトロチオ

ン及びメチダチオンについては標準添加法、他の農薬については絶対検量線法を用い、ピーク面積により定量した。

5. 装置及びGC測定条件

前報¹⁾に従った。

結 果

1. 試料中の残留農薬

今回用いたソヨウからはパラチオン及びパラチオンメチルが各々700 ng (CV 15.6%) 及び2200 ng (CV 24.6%) 検出された。

また、チンビからはクロルピリホス、フェニトロチオン (MEP)、メチダチオン (DMTP) 及びキナルホスが各々400 ng (CV 18.3%)、500 ng (CV 51.0%)、4500 ng (CV 6.7%) 及び1300 ng (CV 6.0%) 検出された。

2. 煎液及び煎出残渣中の農薬

ソヨウ及びチンビの煎液を調製した際、煎液及び煎出残渣各々に存在する農薬量を煎出前の検出量と比較し、Table 1に示した。

ソヨウ煎液からパラチオンメチルが痕跡量検出されたが、パラチオンは検出されなかった。煎出残渣にはパラチオンが930 ng (CV 16.4%)、パラチオンメチルが2600 ng (CV 27.9%) 残存した。

チンビ煎液からキナルホスが痕跡量検出されたが、

他の農薬は検出されなかった。煎出残渣にはクロルピリホスが360 ng (CV 10.3%)、フェニトロチオンが200 ng (CV 41.0%)、メチダチオンが痕跡量、キナルホスが1500 ng (CV 10.2%) 残存した。

3. 農薬添加水溶液の加熱濃縮時における農薬回収率

有機塩素系農薬が生薬中に残留する場合、煎出時に農薬の約半分が揮散することが報告されている⁵⁻⁷⁾。有機リン系農薬についても同様に揮散することが考えられたため、有機リン系農薬22種を水に添加し、加熱濃縮した際の農薬回収率を算出した。その結果をTable 2に示した。

ホサロン、クロルフェンピホス (Z体) 及びEPNの回収率は各々86、55及び51%であったが、他の農薬の回収率はいずれも50%を下回った。

考 察

Table 1に示したとおり、ソヨウ及びチンビ煎液から農薬はほとんど検出されなかった。すなわち、ソヨウ中のパラチオン及びパラチオンメチルは、煎出操作後も大部分がソヨウ中に残存し、煎液にはほとんど移行しなかった。

チンビ中のクロルピリホス及びキナルホスについても、大部分がチンビ中に残存し、煎液にはほとんど移行しなかった。フェニトロチオン及びメチダチオンについては、煎出残渣中の残存率 (量) が各々

Table 1 Pesticides Distribution in the Decoction Processing of Crude Drugs

Crude drug Pesticide	Crude drug ng (CV ^{*1})	Decoction ng (CV)	Residue
			ng (CV)
<i>n</i> =3			
Perillae Herba			
Parathion	700(15.6)	ND ^{**}	930(16.4)
Parathion-methyl	2200(24.6)	less than 200	2600(27.9)
Aurantii Nobilis Pericarpium			
Chlorpyrifos	400(18.3)	ND ^{**}	360(10.3)
Fenitrothion (MEP)	500(51.0)	ND ^{**}	200(41.0)
Methidathion (DMTP)	4500 (6.7)	ND ^{**3}	less than 500
Quinalphos	1300 (6.0)	less than 150	1500(10.2)

*1 Coefficient of variation, ** less than 50 ng, **3 less than 150 ng

Table 2 Recoveries of Organophosphorus Pesticides from Water after Concentrating to the Half of Its Original Volume by Heating

Pesticide	Recovery (%)	
	Mean	(CV ^{*1})
<i>n</i> =3		
Group A		
(<i>E</i>)-Chlorfenvinphos (α -CVP)	42	(9.2)
(<i>Z</i>)-Chlorfenvinphos (β -CVP)	55	(6.4)
Chlorpyrifos	2	(39.9)
Chlorpyrifos-methyl	2	(15.8)
Diazinon	4	(38.5)
Dichlorvos (DDVP)	14	(9.2)
Ethoprophos	21	(18.5)
Fenitrothion (MEP)	35	(7.0)
Malathion	46	(5.2)
Methidathion (DMTP)	13	(23.5)
Group B		
Ethion	3	(20.4)
Parathion	27	(14.3)
Parathion-methyl	46	(9.2)
Phosmet (PMP)	ND	**
Pirimiphos-methyl	4	(22.7)
Quinalphos	36	(12.7)
Group C		
Edifenphos (EDDP)	47	(8.3)
EPN	51	(16.0)
Fenthion (MPP)	7	(14.4)
Phenthoate (PAP)	17	(9.0)
Phosalone	86	(10.5)
Tolclofos-methyl	ND	

*1 Coefficient of variation, ** not detected

40%及び痕跡量と低値を示したことから、それ以外は煎液に移行したものと推察されたが、煎液からは検出されなかった。

なお、残渣の農薬含量のCV値は10.2%~41.0%と高値であったが、これは、微量測定であることに加え、元の生薬での農薬残留量にバラツキが大きいことに由来するものと考えられる。

有機塩素系農薬と同様、有機リン系農薬についても、煎出時に揮散することが考えられたため、加熱濃縮時における農薬の回収率を算出した。その結果、フェニトロチオンについては35%、メチダチオンについては13%と低値を示した (Table 2)。したがって、残渣に残存した以外のフェニトロチオン及びメチダチオンが煎液に移行したとしても、今回用

いた試料の残留レベル (フェニトロチオン 500 ng, メチダチオン 4500 ng) では煎液からほとんど検出されないことが明らかとなった。他の農薬については、ホサロンを除き回収率は55%を下回り、中には10%を下回る農薬もあった。

回収率低下の原因として、加熱濃縮時における加水分解、有機塩素系農薬と同様の揮散⁵⁻⁷⁾などが考えられる。エチオンは空気により徐々に酸化⁸⁾、グイアジノンは100℃以上で酸化⁹⁾、ホスメットは100℃以上で速やかに分解¹⁰⁾されることが知られている。したがって、これらの農薬は酸化及び分解により消失したものと推定できる。しかし、他の農薬は100℃、短時間では比較的安定であり、有機塩素系農薬と同様に揮散による影響が大きいと考えられ

た。また、ホサロンの回収率は86%と高値を示したが、蒸気圧が<0.06 mPa (25℃)⁸⁾と他の農薬と比較して低く、揮散しにくいいため、回収率が高かったと解釈可能である。

茶中に残留する有機リン系農薬の茶汤中への移行率は、農薬の水溶解度に大きく依存することが知られている⁹⁻¹¹⁾。また、ホウレンソウに残留する農薬のゆで水中への移行率は水溶解度に依存し、ホウレンソウ中の農薬残存率は K_{ow} (オクタノール・水分配係数) に依存することが報告されている¹⁰⁾。この中で、 $\log K_{ow}$ 値が6.6以上の場合、農薬はゆで水に移行せずにホウレンソウ中に残存し、揮散や分解もほとんど起こらないとされている。そこで、チンピから検出された残存率の異なる農薬4種について、水溶解度及び $\log K_{ow}$ を調べ、Table 3に示した。その結果、残渣に農薬がほとんど残ったと考えられるクロルピリホス、キナルホスでは、残渣での残存率が低いフェニトロチオン、メチダチオンと比較して水溶解度が低く、 $\log K_{ow}$ が大きいことがわかった。したがってこれらの農薬は、茶葉やホウレンソウの場合と同様に水への移行率が低いため、生薬残渣にそのまま残ったものと推定された。ホウレンソウの場合と比較すると、 $\log K_{ow}$ が4.4程度でもほぼ全量が残渣に残ったことになる。これはチンピ表面にあるワックスにこれらの農薬が存在し、より抽出されにくいと考えると説明可能である。

有機塩素系農薬の場合、開放系の煎じ器より還流器のついた閉鎖系の煎じ器を用いた方が揮発する量

が少なく、煎液への移行率は高値を示すことが報告されている⁷⁾。今回、煎液を調製する際に、ビーカーを用い、開放系で行った。その結果、ソウ中のパラチオン及びパラチオンメチル、チンピ中のクロルピリホス及びキナルホスは大部分が残渣に残存した。また、他の農薬についても煎液からはほとんど検出されなかった。閉鎖系の煎じ器を用いた場合にも、有機塩素系農薬の20.3%は揮発することが報告されている⁷⁾。以上のことから、閉鎖系の煎じ器を用いた場合にも、今回の試料を用いた場合、煎液中の有機リン系農薬量は非常に低いものと思われた。

漢方処方では通常水を加え煎じて利用され、エキス製剤においても抽出溶媒に水が用いられる。今回検出された有機リン系農薬はいずれも脂溶性であるが、煎出残渣における残存率には大きな差が認められ、水への移行率は農薬の種類によって大きく異なると推察された。また、水への移行率が比較的高い農薬であっても、最終煎液にはほとんど検出されなかった。したがって、これらの脂溶性農薬が検出された生薬を使用したとしても、煎液やエキス製剤中の農薬含量は極めて低いものと推察された。

現在世界各国において、生薬中の有機リン系農薬の残留許容値が推奨、設定されつつある。その場合、食品と同様の値が要求されることが多い。しかし、日本では生薬の多くはエキス製剤や煎剤で用いられ、日本での規制値の設定にはこの点を考慮する必要があるものと考えられる。

Table 3 Physical Properties of Organophosphorus Pesticides

Pesticide	Water solubility ¹⁾ mg/L (°C)	$\log K_{ow}$ ^{2),3)}
Chlorpyrifos	1.4 (25°C)	4.7
Fenitrothion (MEP)	38 (25°C) ²⁾	3.5
Methodathion (DMTP)	200 (25°C)	2.2
Quinalphos	22 (24°C) ²⁾	4.44

¹⁾ Tomlin C.D.S., ed: The Pesticide Manual 11th Ed., Surrey, British Crop Protection Council, 1997

²⁾ National Institute for Environmental Studies (Independent Administrative Institution): Chemicals Database WebKis-Plus, Pesticide Database (http://w-chemdb.nies.go.jp/n_oyaku/n_blank.htm)

³⁾ Partition coefficient of octanol/water

結 論

1. パラチオンメチル及びパラチオンが検出されたソヨウ市場品、クロルピリホス、フェニトロチオン、メチダチオン及びキナルホスが検出されたチンビ市場品を用い、農薬の煎液への移行について調べた。
2. ソヨウ中のパラチオンメチル及びパラチオンは、大部分がソヨウ残渣中に残存し、煎液にはほとんど移行しなかった。
3. チンビ中のクロルピリホス及びキナルホスは、大部分がチンビ残渣中に残存し、煎液にはほとんど移行しなかった。
4. チンビ中のフェニトロチオン及びメチダチオンについては、煎出残渣中の残存率(量)が各々40%及び痕跡量と低値を示したが、煎液からは検出されなかった。
5. フェニトロチオン及びメチダチオンを添加した水を約半量に加熱濃縮した時の回収率は35及び13%であった。したがって、煎液調製中にこれらの農薬は分解や揮散などにより消失し、最終煎液では検出されないものと推定された。

文 献

- 1) 佐藤正幸, 柿帯正樹, 合田幸広: 医薬品研究, 36(2), 83-97 (2005).
- 2) 日本薬局方解説書編集委員会編: 第十四改正日本薬局方解説書, 東京, 廣川書店, 2001, pp. D-682-D-686.
- 3) 日本薬局方解説書編集委員会編: 第十四改正日本薬局方解説書, 東京, 廣川書店, 2001, pp. D-774-D-777.
- 4) 塩田寛子, 浜野朋子, 中嶋順一, 下村壽一, 末次大作, 安田一郎: 東京健安研七年報, 55, 43-47 (2004).
- 5) 野口 衛, 金田吉男, 持田研秀: 生薬学雑誌, 26(1), 19-24 (1972).
- 6) 吉岡直樹, 秋山由美, 三橋隆夫, 畑中久勝, 辻正彦, 松下純雄: 医薬品研究, 31(4), 225-231 (2000).
- 7) 北澤英徳, 足立伊佐雄: 医薬ジャーナル, 36(2), 758-761 (2000).
- 8) Tomlin C. D. S., ed.: The Pesticide Manual 11th Ed., Surrey, British Crop Protection Council, 1997, pp. 354-356, 480-482, 961-963, 963-965.
- 9) 永山敏廣, 真木俊夫, 観 公子, 飯田真美, 田村行弘, 二島太一郎: 日本農薬学会誌, 14, 39-45 (1989).
- 10) Nagayama, T.: *J. Agric. Food Chem.*, 44, 2388-2393 (1996).
- 11) Zongmao, C. and Haibin, W.: *Pestic. Sci.*, 23, 109-118 (1988).
- 1) 佐藤正幸, 柿帯正樹, 合田幸広: 医薬品研究,

西太平洋地区 4 カ国（日本、中国、韓国、ベトナム）の薬局方収載生薬の 各種試験法並びに規格値の比較に関する研究（第 2 報） 確認試験における TLC 条件及び定量法における分析条件の比較

川原信夫*¹, 酒井英二*², 糸数七重*¹, 佐竹元吉*³, 合田幸広*¹

*¹ 国立医薬品食品衛生研究所, *² 岐阜薬科大学, *³ お茶の水女子大学生活環境センター

Comparative Study on Testing Methods and Specification Values for Crude Drugs Used in Monographs among Four Western Pacific Regional Countries (Japan, China, Korea and Vietnam) (2) Comparative Study on TLC and Assay Conditions

Nobuo Kawahara*¹, Eiji Sakai*², Nanae Itokazu*¹, Motoyoshi Satake*³ and Yukihiro Goda*¹

*¹ National Institute of Health Sciences (NIHS), 1-18-1 Kamiyoga, Setagaya-ku, Tokyo 158-8501, Japan

*² Gifu Pharmaceutical University, 5-6-1 Mitahora-higashi, Gifu-shi, Gifu 502-8585, Japan

*³ Ochanomizu University, 2-2-1 Otsuka, Bunkyo-ku, Tokyo 112-8610, Japan

(Received April 24, 2006)

Five expert working groups (EWG1-5) were established in the Sub-committee I Meeting of the Western Pacific Regional Forum for the Harmonization of Herbal Medicine (FHH) nomenclature and standardization. The task of EWG2 (Testing Methods used in Monographs) is to list the testing methods in each monograph. In a previous paper, we reported on the preparation of a comparative table of testing methods and specification values for crude drugs used in monographs among four western Pacific regional countries (Japan, China, Korea and Vietnam). In this paper, we report on the further preparation of comparative tables on TLC conditions for identification and chemical assay conditions for component quantification used in monographs and to obtain some knowledge from these comparative tables.

Keywords: FHH, Crude drug, Comparative table, TLC conditions, Assay conditions

はじめに

「生薬・薬用植物に関する国際調和のための西太平洋地区討論会」(FHH: Western Pacific Region Forum for the Harmonization of Herbal Medicines) は、西太平洋地区の 6 カ国 7 地域（日本、中国、韓国、ベトナム、シンガポール、オーストラリア、香港）における生薬・薬用植物の安全性、有効性及び品質に関する技術的な記録とコンセンサスを提供することを目的としている。日本はその下部組織である Sub-Committee I 会議 (Nomenclature and Standardization) を主催し、5 つの専門部会 (Expert working group, EWG1-5) を設立した。これらの EWG では、それぞれの分野における各国薬局方の比較表を作成すること

が課題事項として議決された。著者の一人である川原は EWG2 (Testing Methods used in Monographs) の責任者であり、著者らは前報において日本、中国、韓国、ベトナム 4 カ国の薬局方に収載された生薬の試験法及び規格値に関する比較表を作成し、それらの共通点、相違点の詳細について報告した¹⁾。

本報では前報に引き続き、日本、中国、韓国、ベトナム 4 カ国の薬局方に収載された生薬の試験法、特に確認試験法における TLC 条件並びに定量法（成分含量測定法）における分析条件の詳細について比較表を作成し、比較検討を行った。

方法

本研究では FHH 参加国及び地域のうち、独自の薬局方を保有している日本、中国、韓国、ベトナムの 4 カ国の生薬に関して検討を行っている。対象となる生薬は著者の一人で、EWGI (Nomenclature) の責任者でもある酒井が作成した共通生薬リスト^{1,2)}(103 種)に、中華人民共和国薬典 (CP) 2005 年版において基原植物の変更、追加等が確認されたモクツウ、ケイガイ、ソボクの 3 生薬を加えた 106 種である。これらの生薬をもとに各国の確認試験における TLC 条件 (展開溶媒、検出方法、呈色、指標成分) 並びに各種試験法を用いた定量法における分析条件 (試験方法、溶出溶媒、検出方法) の詳細について比較表を作成した。なお、表中の共通生薬の基原植物の学名記載については日本薬局方並びに日本薬局方外生薬規格を優先した。また、日本薬局方外生薬規格に記載されている生薬は、表中の生薬名に局外と記載した。本比較表の作成に使用した各国薬局方を Table 1 に示す。今回の比較検討において TLC による確認試験並びに定量法 (成分含量測定法) が設定されていない国の共通生薬に関しては比較表の項目から除外した。

Table 1 Pharmacopoeias Used in Preparation of Comparative Table

日本薬局方 (JP)	第 14 改正日本語版、英語版 第 14 改正第一追補日本語版、英語版 第 14 改正第二追補日本語版、英語版 第 15 改正日本語版 日本薬局方外生薬規格 1989 年日本語版
中華人民共和国薬典 (CP)	2000 年版中国語版、英語版 2005 年版中国語版
大韓民国薬局方 (KP)	1997 年第 7 版英語版 2002 年第 8 版韓国語版、英語版
ベトナム薬局方 (VP)	2002 年第 3 版ベトナム語版 2005 年第 3 版英語版

結果

確認試験における各種 TLC 条件の比較表を Table 2 に、また、定量法における各種分析条件の比較表を Table 3 に示す。この結果、TLC 法を用いた確認試験が設定されている生薬は 106 種の共通生薬のうち 89 種で、これらのうち 4 カ国局方すべてにおいて設定されている生薬はサイコ、ケイヒ、サンシュユ、マオウ、サンシシ、カン

ゾウ、コウボク、シャクヤク、ボタンビ、ニンジン、キョウニン、ダイオウ、ゴミシ、インヨウカク、ウコンの 15 種であった。これら 15 生薬のうち、インヨウカクは日本薬局方 (JP) を除くすべての局方においてほぼ同一の TLC 条件が設定されていた。また、サイコ、マオウ、サンシシ、コウボク、ボタンビ、ニンジン、キョウニン、ゴミシの 8 生薬については CP とベトナム薬局方 (VP)、並びに JP と大韓民国薬局方 (KP) においてそれぞれほぼ同一の TLC 条件が設定されていた。さらにケイヒ、サンシュユ、カンゾウ、ダイオウでは JP と KP が、シャクヤクでは CP と VP が、ウコンでは CP と KP においてほぼ同一の TLC 条件が設定されていた。

TLC の指標成分に関しては、72 生薬に何らかの指標成分が設定されており、特にインヨウカク (icariin)、サンシシ (geniposide)、シャクヤク (paeoniflorin)、ボタンビ (paeonol) の 4 生薬は 4 カ国局方すべてにおいて同一の指標成分が設定されていた。

TLC の展開溶媒では、ゴシツ、チモ、ビヤクシ、オウギ、サイコ、ショウマ、ケイヒ、サンシュユ、ウコン、コウブシ、マオウ、レンギョウ、カンゾウ、コウボク、ハッカ、ニクズク、シャクヤク、ニンジン、キョウウ、カッコウ、カゴゾウ、キョウニン、オウゴン、トウドツカツ、ゴボウシ、ソボク、キクカ、キジツ、ジャシヨウシ、リュウタン、クコシ、ケンゴシ、コシヨウ、ウバイ、カクコン、ジオウ、タンジン、ポウフウ、モッコウ、クジン、カイカ、カシ、シツリシの 43 生薬において、いずれかの国の展開溶媒にベンゼン及びクロロホルム等の有害試薬³⁾が使用されていた。JP ではサイコ、ニンジン、カイカの 3 生薬の展開溶媒にクロロホルムが使用されていた。

一方、定量法が設定されている生薬は 106 種の共通生薬のうち 69 種で、これらのうちマオウ、カンゾウ、ボタンビ、オウゴン、ホミカの 5 生薬は、4 カ国すべての局方に定量法が設定されていた。しかし、試験方法に関しては CP、JP 及び KP において HPLC 法が用いられているのに対し、VP では滴定法、重量法、吸光度法等が設定されていた。なお、VP において定量法の設定されている生薬は上記 5 種の他はキョウニン及びアロエのみであった。他方、CP では 65 種の生薬に定量法が設定されており、チモ、オウギ、バイモ、ヨクイニンの 4 生薬の検出方法において、JP の一般試験法には設定されていない蒸発光散乱 (ELSD) 法が用いられていた。またケイヒ、サンシュユ、クコシは CP と KP のみ、トウニン及

Table 2 Comparative Table on TLC Conditions of Identification for Crude Drugs in CP, JP, KP and VP

No.	Latin name	TLC condition (1) developed solvent	(2) detection	(3) color tone on TLC	(4) marker compounds
1	<i>Achyrocline satureioides</i> Blume (オシロイ)	chloroform / methanol (40 : 1)	phosphomolybdic acid TS, 110°		oleonic acid
	KP ACHYRANTHIS BIDENTATAE	chloroform / methanol / water (8 : 2 : 0.5)	1) UV 254 nm 2) sulfuric acid TS		20-hydroxyecdysone
	VP RADIX ACHYRANTHIS BIDENTATAE	chloroform / methanol (40 : 3)	phosphomolybdic acid in ethanol, 110°, 10 min		oleonic acid
2	<i>Acuminatum curcuminifolium</i> Dehnbach (オウゴン)	ethyl acetate / ethanol (99.5:0.5) ammoniac water (20 : 3 : 2)	Draeger's TS	yellow-brown	brevisinacconone hydrobromide
3	<i>Alpinia oxyphylla</i> Miq. (オウゴン)	n-hexane / ethyl acetate (9 : 1)	1) UV 254 nm 2) dimethylphenylhydrazine dihydrate TS	1) dark spot 2) orange-red	
	VP FRUCTUS ALPINIAE OXYPHYLLAE	n-hexane / ethyl acetate (9 : 1)	UV 254 nm		
4	<i>Anemarrhena asphodeloides</i> Bunge (オウゴン)	benzene / acetone (9 : 1)	8% vanillin in ethanol / sulfuric acid (0.5 : 5), 100°		sarsapogenin
	KP ANEMARRHENAE RHIZOMA	chloroform / methanol / water (5: 2: 8)	sulfuric acid TS		anemarrapin II
	VP RHIZOMA ANEMARRHENAE	benzene / acetone (9 : 1)	8% vanillin in ethanol / sulfuric acid (0.5 : 5), 100°, 5 min		sarsapogenin
5	<i>Angelica dahurica</i> Benliden et Hooker fil. (オウゴン)	petroleum ether / ether (3 : 2)	UV 365 nm	blue fluorescent	imperatorin, isoperatorin
	VP RADIX ANGELICAE DAHURICAE	benzene / ethyl acetate (9 : 1)	UV 365 nm		
6	<i>Atractylodes macrocephala</i> (オウゴン)	chloroform / methanol / water (1: 7 : 2)	10% sulfuric acid in ethanol, 105° 2) UV 365 nm	1) brown 2) orange-yellow	atractylodes IV
	VP RADIX ATRACTYLIDIS MEMBRANACEAE	chloroform / methanol / water (6: 5: 10)	10% sulfuric acid in ethanol, 105°, 5 min		atractylodes IV
7	<i>Atractylodes lancea</i> De Candolle, A. chinensis Koidzumi (オウゴン)	petroleum ether / ethyl acetate (20 : 1)	p-dimethylaminobenzaldehyde ethanol in 10% sulfuric acid	muddy green	atractylidin
	VP RHIZOMA ATRACTYLIDIS	petroleum ether / ethyl acetate (20 : 3)	p-dimethylaminobenzaldehyde ethanol in 10% sulfuric acid		
8	<i>Atractylodes ovata</i> De Candolle (オウゴン)	petroleum ether / ethyl acetate (50 : 1)	5% vanillin in sulfuric acid	pink	atractylon
	CP RHIZOMA ATRACTYLIDIS MACROCEPHALAE	petroleum ether / ethyl acetate (50 : 1)	1% vanillin in 5% sulfuric acid, 60°	pink	
	VP RHIZOMA ATRACTYLIDIS MACROCEPHALAE	petroleum ether / ethyl acetate (50 : 1)			
9	<i>Bupleurum falcatum</i> Linn. (オウゴン)	ethyl acetate / methanol / water (1 : 2 : 1)	2% p-dimethylaminobenzaldehyde in 50% sulfuric acid 60°, 365 nm	yellow	sakosaponin a, d
	KP BUPLEURI RADIX	chloroform / methanol / water (30 : 10 : 1)	sulfuric acid / ethanol (9:1), 50°, 5 min	blue to blue-purple	sakosaponin a
	KP BUPLEURI RADIX	chloroform / methanol / water (30 : 10 : 1)	sulfuric acid / ethanol (9:1), 50°, 5 min	blue to blue-purple	
	VP RADIX BUPLEURI	ethyl acetate / ethanol / water (1 : 2 : 1)	5% p-dimethylaminobenzaldehyde in 50% sulfuric acid 60°, 365 nm		
10	<i>Caryophyllus tharictus</i> Linn. (オウゴン)	ethyl acetate / formic acid / water / methanol (7 : 2 : 3 : 0.4)	put in a chamber pre-saturated with the vapour of ammonia	1) 4 brownish-yellow spots 2) 2 greenish-yellow spots	
	VP FLOS CARTHAMI TINCTORII	ethyl acetate / formic acid / water (8 : 1 : 1)			
11	<i>Chenopodium hercynicum</i> Komarov (オウゴン)	benzene / ethyl acetate / formic acid (6 : 1 : 0.5)	UV 365 nm		trifluoroacetic acid
12	<i>Cinnamomum cassia</i> Blume (クワイ)	petroleum ether / ethyl acetate (17 : 3)	ethanolic 2,4-dinitrophenylhydrazine TS	1) purple 2) yellow orange 1) purple 2) yellow orange 3 orange spots	cinnamaldehyde
	KP CINNAMOMI CORTEX	benzene / ethyl acetate (2 : 1)	1) UV 254 nm 2) 2,4-dinitrophenylhydrazine TS		
	KP CINNAMOMI CORTEX	benzene / ethyl acetate (2 : 1)	1) UV 254 nm 2) 2,4-dinitrophenylhydrazine TS		
	VP CORTEX CINNAMOMI	n-hexane / chloroform / ethyl acetate (4 : 1 : 1)	2,4-dinitrophenylhydrazine		cinnamic aldehyde
13	<i>Corydalis officinalis</i> Siebold et Zuccarini (オウゴン)	toluene / ethyl acetate / formic acid (20 : 4 : 0.5)	1) 10% sulfuric acid in ethanol, 110° 2) UV 365 nm	1) purplish-red 2) yellow orange fluorescent	uretic acid
	KP FRUCTUS CORNI	ethyl acetate / water / formic acid (6 : 1 : 1)	4-methoxybenzaldehyde-sulfuric acid TS, 90°, 3 min	red-purple	loganin
	KP CORNI FRUCTUS	ethyl acetate / water / formic acid (6 : 1 : 1)	p-anisaldehyde-sulfuric acid TS, 90°, 3 min	red-purple	loganin
	VP FRUCTUS CORNI OFFICINALIS	glycolone / chloroform / ethyl acetate (20 : 5 : 8)	10% sulfuric acid in ethanol, 110°, 5-7 min	purplish-red	uretic acid
14	<i>Curcuma longa</i> Linn. (オウゴン)	chloroform / methanol / formic acid (96 : 4 : 0.7)	UV 365 nm	yellow	curcumin
	KP CURCUMAE RHIZOMA	ethyl acetate / benzene / acetic acid (100 : 70 : 30 : 1)	3% boric acid / 10% osatic acid (3 : 1)	1 spot 1) brick red 2) orange 2) yellow	curcumin
	KP CURCUMAE LONGAE RHIZOMA	chloroform / methanol / formic acid (96 : 4 : 0.7)			
	VP RHIZOMA CURCUMAE LONGAE	chloroform / acetic acid (9 : 1)			
15	<i>Cyperus rotundus</i> Linn. (オウゴン)	benzene / ethyl acetate / glacial acetic acid (92 : 5 : 3)	1) 254 nm 2) 2,4-dinitrophenylhydrazine TS	1) dark blue 2) orange-red	α-cyperone
	CP RHIZOMA CYPERI				

No.	Latin name	TLC conditions	(1) developed solvent	(2) detection	(3) color tone on TLC	(4) marker compounds
16	<i>Ephebrazatica</i> Siegf. (マコウ)		chloroform / methanol / concentrated ammonia (20 : 5 : 6.5)	sublimin. TS, 105° methylamine-ethanol TS (1→40), 105°, 5 min	red red-purple reddish purple	ephebratine hydrochloride
	JP EPHEBRAE EPHEBRAE KP EPHEBRAE HERBA VP HERBA EPHEBRAE		p-benzoic / water / acetic acid (100 : 7 : 1) p-benzoic / water / acetic acid (7 : 3 : 1) chloroform / methanol / ammonia (20 : 5 : 9.2)	2% methylamine-ethanol TS, 105°, 10 min methylamine TS, 105°, 5 min		ephebrine
17	<i>Epimedium Koreanum</i> Nakai (イノモウカク)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	1) UV 365 nm 2) Aluminum chloride TS, UV 365 nm UV 254 nm 1) UV 365 nm 2) Aluminum chloride TS, UV 365 nm 1) UV 265 nm 2) Aluminum chloride in ethanol, UV 365 nm	2) orange red fluorescent dark purple 1) dark reddish, 2) orange red 1) dark red, 2) orange	isatin isatin isatin isatin
	JP HERBA EPIMEDI KP EPIMEDI HERBA VP HERBA EPIMEDI		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	10% sulfuric acid in ethanol Dragendorff's TS		retene-epine evodiamine
18	<i>Evodia radicans</i> Benthom (ゴクウヤク)		petroleum ether / ethyl acetate (17 : 2 : 5) hexane / ethyl acetate (20 : 1) hexane / ethyl acetate (20 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm	orange-red dark purple dark purple	4-methoxybenzaldehyde
19	<i>Foeniculum vulgare</i> Miller (クイナキウ)		benzene / acetone / ethyl acetate / formic acid / water (20 : 35 : 30 : 3 : 3) cyclohexane / chloroform / benzene / methanol (4 : 3 : 4 : 1)	1) UV 365 nm 2) vanillin in sulfuric acid TS 5% formic chloride in ethanol (acidified with HCl)	yellow-red	petasine, petasine
	CP FRUCTUS FOENICULI JP FOENICULI FRUCTUS KP FOENICULI FRUCTUS		petroleum ether / ethyl acetate (17 : 2 : 5) hexane / ethyl acetate (20 : 1) hexane / ethyl acetate (20 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
20	<i>Forsythia suspensa</i> Vahl (レンブウ)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	10% sulfuric acid in ethanol Dragendorff's TS		
	CP FRUCTUS FORSYTHIAE VP FRUCTUS FORSYTHIAE		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
21	<i>Fritillaria verticillata</i> Willdenow var. <i>thunbergii</i> Baker (ハク)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	10% sulfuric acid in ethanol Dragendorff's TS		
	CP BULBUS FRITILLARIAE THUNBERGII JP FRITILLARIAE BULBUS VP BULBUS FRITILLARIAE THUNBERGII		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
22	<i>Gardenia jasminoides</i> Ellis (クハ)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	10% sulfuric acid in ethanol, 110° 4-methylbenzaldehyde-sulfuric acid TS, 105°, 10 min p-sulfobenzaldehyde-sulfuric acid TS, 105°, 10 min ethanol / sulphuric acid (5 : 1) (100 : 10 min)	dark purple dark purple	geniposide geniposide geniposide
	CP FRUCTUS GARDENIAE JP GARDENIAE FRUCTUS KP GARDENIAE FRUCTUS VP FRUCTUS GARDENIAE		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	10% sulfuric acid in ethanol, 105°, UV 365 nm UV 254 nm UV 254 nm 10% phosphomolybdic acid in ethanol, 105°, 5 min	yellow orange fluorescent	amuranol physitrizamine physitrizic acid glycyrrhizic acid glycyrrhizic acid
23	<i>Glycyrrhiza uralensis</i> Fisher, G. <i>glabra</i> L. (カンゾウ)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
	CP RADIX ET RHIZOMA GLYCYRRHIZAE JP GLYCYRRHIZAE RADIX KP GLYCYRRHIZAE RADIX VP RADIX GLYCYRRHIZAE		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
24	<i>Leonurus sibiricus</i> Linn. (ヤクモクソウ, 属外)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
	CP HERBA LEONURI		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
25	<i>Lonicera japonica</i> Thunberg (キンギンキョウ, 属外)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
	CP FLOS LONICERAE JAPONICAE		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
26	<i>Magnolia officinalis</i> Rehd. et Wilson var. <i>alioba</i> Rehd. et Wilson (マホウ)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
	CP CORTEX MAGNOLIAE OFFICINALIS JP MAGNOLIAE CORTEX KP MAGNOLIAE CORTEX		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
27	<i>Morinda officinalis</i> Linn. var. <i>zosterocarpa</i> Mallinowad (ハコブ)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
	CP HERBA MENTHAE VP HERBA MENTHAE ARAVENSIS		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
28	<i>Morus alba</i> Linn. (クワノハコ)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
	CP CORTEX MORI		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
29	<i>Myristica fragrans</i> Houtteyn (ニクニク, 属外)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
	CP SEMEN MYRISTICAE KP MYRISTICAE SEMEN VP SEMEN MYRISTICAE		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
30	<i>Nelumbo amurensis</i> Gaertn. (レンニク, 属外)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
	CP SEMEN NELUMBINIS		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
31	<i>Nepenthes inermis</i> Thunberg (ホウチク)		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		
	JP NOTOPTERYGI RHIZOMA		ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / ethanol (99.5) / water (0.5) (2 : 1 : 1) ethyl acetate / methylhydroxyketone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1) ethyl acetate / butanone / formic acid / water (10 : 1 : 1 : 1 : 1)	dragendorff's TS UV 254 nm		

No.	Latin name	TLC condition (1) developed solvent	(2) detection	(3) color tone on TLC	(4) marker compounds
32	<i>Paeonia lactiflora</i> Pallus (シャクヤク)	chloroform / ethyl acetate / methanol / formic acid (40 : 5 : 10 : 0.2)	5% vanillin in sulfuric acid	bluish-purple	paenonolone
	CP RADIX PAEONIAE ALBA	acetone / ethyl acetate / acetic acid (100 : 10 : 1)	4-methoxybenzoyldehyde-sulfuric acid TS, 105°, 5 min	purplered	paenonolone
	JP PAEONIAE RADIX	acetone / ethyl acetate / glacial acetic acid (2.6 : 14 : 5)	4-methoxybenzoyldehyde-sulfuric acid TS, 105°, 5 min	purplered	paenonolone
	KP PAEONIAE RADIX	chloroform / ethyl acetate / methanol / formic acid (20 : 5 : 10 : 0.2)	5% vanillin in sulfuric acid		paenonolone
	VP RADIX PAEONIAE				paenonolone
33	<i>Paeonia officinalis</i> Andrews (ボクサンピ)	cyclohexane / ethyl acetate (0 : 1)	5% ferric chloride in ethanol (acidified with HCl)	bluish-brown	paenonolone
	CP CORTEX MOUTAN	hexane / ethyl acetate (1 : 1)	UV 254 nm		paenonolone
	JP MOUTAN CORTEX	hexane / ethyl acetate (1 : 1)	UV 254 nm		paenonolone
	KP MOUTAN CORTEX RADICIS				paenonolone
	VP CORTEX PAEONIAE SUFFRUTICOSAE				paenonolone
34	<i>Panax ginseng</i> C. A. Meyer (ニンジン)	chloroform / ethyl acetate / methanol / water (15 : 40 : 22 : 10)	1) 10% sulfuric acid in ethanol, 105°, 2) UV 365 nm	red-purple	ginsenoside Rb1, Re, Rf, Rg1
	CP RADIX ET RHIZOMA GINSENG	chloroform / methanol / water (13 : 7 : 3)	dilute sulfuric acid, 110°, 5 min		ginsenoside Rg1
	JP GINSENG RADIX	chloroform / methanol / water (13 : 7 : 3)	dilute sulfuric acid, 110°, 5 min	red-purple	ginsenoside Rg1
	KP GINSENG RADIX ALBA	chloroform / ethyl acetate / methanol / water (15 : 40 : 22 : 10)	10% sulfuric acid in ethanol (95% _{v/v}), 105°, several min, UV 365 nm		ginsenoside Rg1
	VP RADIX GINSENG				ginsenoside Rg1
35	<i>Panaxycodon grandiflorum</i> A. DC. (カニヤク)	chloroform / ether (1 : 1)	10% sulfuric acid in ethanol, 105°		
	CP RADIX PLANTAGINOSIS				
36	<i>Papaverium officinale</i> L. (オピウム, 罂粟)	petroleum ether / ethyl acetate / glacial acetic acid (95 : 5 : 0.2)	5% ferric chloride in ethanol	purplish-blue	papaverine alcohol
	CP HERBA PAPAVERIS	benzene	1% vanillin in sulfuric acid, 120°		
37	<i>Pimpinella vulgaris</i> Linn. var. <i>hirsuta</i> Nakai (オゴソウ)	ethyl acetate / chloroform / ethyl acetate / formic acid (20 : 5 : 8 : 0.5)	10% sulfuric acid in ethanol, 100°, UV 365 nm		isochlorogenic acid
	CP SPICA PRUNELLAE	ethyl acetate / chloroform / ethyl acetate / formic acid (20 : 5 : 8 : 0.5)	10% sulfuric acid in ethanol, 100°, UV 365 nm		isochlorogenic acid
	VP SPICA PRUNELLAE	chloroform / ethyl acetate / methanol / water (15 : 40 : 22 : 10)	phosphomolybdic acid in sulfuric acid, 105°	brown to dark green	anacyclatin
38	<i>Prinos arvensis</i> Linn. f. <i>arvensis</i> Linn. var. <i>arvensis</i> Maximowicz (オウゴン)	ethyl acetate / methanol / water (13 : 7 : 3)	dilute sulfuric acid, 105°, 10 min	brown to dark brown	anacyclatin
	CP SEMEN ARMENIACAE AMARUM	ethyl acetate / methanol / water (13 : 7 : 3)	dilute sulfuric acid, 105°, 10 min		
	JP ARMENIACAE SEMEN	chloroform / ethyl acetate / methanol / water (15 : 40 : 22 : 10)	diacetylmethylololone in sulfuric acid, 105°, 10 min		
	KP ARMENIACAE SEMEN				
	VP SEMEN ARMENIACAE AMARUM				
39	<i>Prinos pernice</i> Blume, f. <i>pernice</i> Blume var. <i>diversiflorus</i> Maximowicz (オウゴン)	ethyl acetate / methanol / water (7 : 3 : 1)	dilute sulfuric acid, 105°, 10 min	brown to dark green	anacyclatin
	CP PERSICAE SEMEN	ethyl acetate / methanol / water (7 : 3 : 1)	dilute sulfuric acid, 105°, 10 min	brown to dark brown	
	JP PERSICAE SEMEN				
40	<i>Rhusy poliovitum</i> Linn. (オウゴン)	petroleum ether / ethyl acetate / formic acid (15 : 5 : 1)	UV 365 nm	orange fluorescent	ricin
	CP RADIX ET RHIZOMA RHEI	ethyl acetate / 1-propanol / water / acetic acid (100 : 40 : 40 : 30 : 1)	UV 365 nm	red fluorescent	serenoside A
	JP RHEI RHIZOMA	ethyl acetate / 1-propanol / water / acetic acid (60 : 40 : 30 : 1)	UV 365 nm	red fluorescent	serenoside A
	KP RHEI RHIZOMA	petroleum ether / ethyl acetate / formic acid (75 : 25 : 1)	UV 365 nm	yellow fluorescent	emodin
	VP RHIZOMA RHEI				
41	<i>Schizandra chinensis</i> Wallich (ゴミソ)	petroleum ether / ethyl acetate / formic acid (15 : 5 : 1)	UV 254 nm	blue-violet	deoxyshanzhadenone
	CP FRUCTUS SCHISANDRAE CHINENSIS	hexane / ethyl acetate / acetic acid (100 : 10 : 10)	UV 254 nm	bluish-purple	shanzhadenone
	JP SCHISANDRAE FRUCTUS	hexane / ethyl acetate / acetic acid (10 : 10 : 1)	UV 254 nm		shanzhadenone
	KP SCHISANDRAE FRUCTUS	petroleum ether / ethyl acetate / formic acid (15 : 5 : 1)	UV 254 nm		
	VP FRUCTUS SCHISANDRAE				
42	<i>Scutellaria baicalensis</i> Georgi (オウゴン)	toluene / ethyl acetate / methanol / formic acid (10 : 3 : 1 : 2)	UV 365 nm	dark-green	baicalin, baicalein
	CP RADIX SCUTELLARIAE	1-butanol / water / acetic acid (4 : 2 : 1)	iron(III) chloride isochloride in methanol (1 in 100)	dark-green	baicalin
	JP SCUTELLARIAE RADIX	chloroform / methanol / glacial acetic acid (20 : 10 : 1)	ferric chloride in methanol (1 in 100)	dark-green	baicalin
	KP SCUTELLARIAE RADIX				
	VP RADIX SCUTELLARIAE				
43	<i>Stropharia racemosa</i> Linn. (オウゴン)	toluene / acetone / ethanol / concentrated ammonia (4 : 5 : 0.6 : 0.4)	Dragendorff reagent		brodiaeine
	CP SEMEN STRYCHNI	petroleum ether / ethyl acetate (0 : 1)	5% vanillin in sulfuric acid, 105°		strychnine, brucine
	VP SEMEN STRYCHNI				strychnine
44	<i>Syocodon arvensis</i> Merrill et Perry (オウゴン)	petroleum ether / ethyl acetate (0 : 1)	5% vanillin in sulfuric acid, 105°		strychnine
	CP FLOS CARYOPHYLLI	n-butanol / absolute ethanol / glacial acetic acid / water (8 : 2 : 2 : 3)	anhydrous TS, 105°		l-cystathione
45	<i>Trichosanthes kirilowii</i> Maximowicz (オウゴン)	n-butanol / absolute ethanol / glacial acetic acid / water (8 : 2 : 2 : 3)	anhydrous in ethanol, 105°		
	CP RADIX TRICHOSANTHIS				
	VP RADIX TRICHOSANTHIS				
46	<i>Zingiber officinale</i> Roscoe (ショウガ)	ethyl acetate / hexane (1 : 1)	4-dimethylbenzoyl chloride TS, 105°, 5 min	green	o-piperonal
	JP ZINGIBERIS RHIZOMA	hexane / acetone / glacial acetic acid (10 : 7 : 1)	2,4-dinitrophenylhydrazine TS, 105°, 10 min	brown	o-piperonal
	KP ZINGIBERIS RHIZOMA				
	VP RHIZOMA ZINGIBERIS				
47	<i>Zingiberis japonica</i> Miller var. <i>interius</i> Kuhn (オウゴン)	toluene / ethyl acetate / glacial acetic acid (14 : 4 : 0.5)	10% sulfuric acid in ethanol		deoxyshanzhadenone
	CP FRUCTUS RUBRAE				

No.	Latin name	TLC condition	(1) developed solvent	(2) detection	(3) color tone on TLC	(4) marker compounds
48	<i>Ziziphura latifolia</i> Miller var. <i>angusta</i> (Huang) Hu ex H. V. Chen (ジジフクエン)		p-butanol saturated with water	UV 254 nm, 10 ⁵ m, 5 min	1) purple, 2) yellow-green to grayish green	quiboside A, B
	CP SEMEN ZIZIPHII SPINOSAЕ		acetone / ethyl acetate / water / acetic acid (100) (10:10:3:3)			
	JP ZIZYTHI SEMEN		p-butanol saturated with water	10% diethylammoniumacetate in ethanol, 110 ⁵ , 5 min		diethylamine, hydrochloric acid, hydroquinone
49	VP SEMEN ZIZIPHII MAURITIANAE		p-butanol saturated with water	10% diethylamine in ethanol, 10 ⁵		diethylamine, hydrochloric acid, hydroquinone
	<i>Albizia guianensis</i> Desrochers, <i>A. trifoliata</i> Koidzumi (モクワウ)		p-butanol saturated with water	10% potassium hydroxide in methanol, UV 365 nm	red fluorescent	alston
	CP CAULIS ALBIZIAE		ethyl acetate / acetone / water / acetic acid (100) (20:3:12:3)	UV 365 nm		berberium
	CP ALOE		ethyl acetate / ethyl acetate / water (10:10:1)		yellow-brown	
51	<i>Alpinia officinarum</i> Hance (リョウキウクワ)		p-butanol saturated with water	UV 365 nm		
	JP ALPINIAE OFFICINARI RHIZOMA		acetone / benzene / ethyl acetate (2:1:1)	UV 365 nm		
52	<i>Angelica pubescens</i> Maximowicz (トウモロコシ)		ethyl acetate / benzene / water (40:8:1)	10% sodium acetate in ethanol, 10 ⁵	red-purple	anethole
	CP RADIX ANGELICAE PUBESCENS		acetone / water / acetic acid (100) (10:6:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP RADIX ANGELICAE PUBESCENS		acetone / water / glycerol / acetic acid (10:8:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
53	<i>Arctium lappa</i> Linné (ゴボウ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP FRUCTUS ARCTII		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP ARCTII FRUCTUS		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
54	<i>Arceuthobium</i> Linné (キノコ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP SEMEN ARCEAE		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP ARCEAE SEMEN		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP ARCEAE SEMEN		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
55	<i>Aster americanus</i> Linné fil. (シオン, 蜀葵)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP RADIX ET RHIZOMA ASTERIS		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP RADIX ET RHIZOMA ASTERIS		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
56	<i>Ceanothus americanus</i> Linné (シロバナ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP LIGNUM SAPPAN		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
57	<i>Cassia angustifolia</i> Vahl, <i>C. acutifolia</i> Druce (センナ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP FOLIUM SENNAE		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP SENNAE FOLIUM		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP SENNAE FOLIUM		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
58	<i>Cassia obtusifolia</i> Linné, <i>C. tora</i> Linné (クワメ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP SEMEN CASSIAE		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP SEMEN CASSIAE		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
59	<i>Chrysanthemum indicum</i> Linné (キク)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP FLOS CHRYSANTHEMI INDICI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP CHRYSANTHEMI FLOS		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP FLOS CHRYSANTHEMI INDICI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
60	<i>Citrus aurantium</i> Linné (キウダマ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP FRUCTUS AURANTII IMMATURES		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	VP FRUCTUS AURANTII IMMATURES		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP FRUCTUS AURANTII IMMATURES		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
61	<i>Clematis integrifolia</i> Desrochers, <i>C. amurensis</i> Ruprecht, <i>C. hexapteris</i> Pallis (クワハナ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP RADIX ET RHIZOMA CLEMATIDIS		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP RADIX ET RHIZOMA CLEMATIDIS		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
62	<i>Cnidium monnieri</i> Cassan (シヤンレン)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP FRUCTUS CNIDI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP CNIDI MONNIERI FRUCTUS		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	VP FRUCTUS CNIDI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
63	<i>Conocarpus palmifolia</i> Bunge var. <i>mifler</i> N.E. Brown (サンザシ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP FRUCTUS CONOCARPI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP FRUCTUS CONOCARPI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
64	<i>Croton tiglium</i> Linné (クワナ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP STOMA CROCI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP STOMA CROCI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
65	<i>Diospyros kaki</i> Thunberg (シタイ, 黒柿)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP CALYX KAKI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP CALYX KAKI		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
66	<i>Eriobotrya japonica</i> Lindler (ロウバイ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP ERIOTRYAE FOLIUM		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP ERIOTRYAE FOLIUM		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
67	<i>Gentiana scabra</i> Bunge (リョウブ)		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP RADIX ET RHIZOMA GENTIANAE		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	JP GENTIANAE SCABRAE RADIX		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		
	CP GENTIANAE SCABRAE RADIX		ethyl acetate / benzene / water (15:10:1)	diethylamine / water, 10 ⁵ , 5 min		

No.	Latin name	TLC condition (1) developed solvent	(2) detection	(3) color tone on TLC	(4) marker compounds
68	<i>Neomartynia cordata</i> Tsunberg (ジュウヤク)				
	CP HERBA HOUTIYUINAE	n-hexane / ethyl acetate (9 : 1)	diethylsulfide / dry state TS	yellow	methylethylketone
69	<i>Lindera styraciflua</i> Forstner & Vahl (クナク)				
	CP RADIX LINDERAE	toluene / ethyl acetate (15 : 1)	1% vanillin in sulfuric acid	yellow brown	lindane
	CP FRUCTUS LYCHII	ethyl acetate / methanol / acetic acid / water (10 : 6 : 1 : 1)	Drogenstoff A TS		
70	<i>Lycium barbarum</i> Linn. f. <i>chinense</i> Miller (クコシ)	ethyl acetate / chloroform / formic acid (2 : 1)	UV 365 nm	yellow	
	CP FRUCTUS LYCHII	benzene / ethyl acetate (10 : 1)			
71	<i>Lycium chinense</i> Miller (クコシ)	1-butanol / water / pyridine / acetic acid (1000 : 1 : 1 : 1)	Drogenstoff A TS, 105, 3 min	dark brown	
72	<i>Poncocarpus procumbens</i> Dunn, <i>Angelica decursiva</i> Franchet et Savatieri (センゴク)	nitrobenzene ether / ethyl acetate (3 : 1)	UV 254 nm		practololin A
73	<i>Phytolacca Chinensis</i> (クワンゴク)	chloroform / methanol / formic acid (100 : 5 : 4)	diethylsulfide wet TS, 110°		caffeoyl acetyl acetate
74	<i>Phyllanthus amurensis</i> Ruprecht, <i>P. chinensis</i> Schneider (オウソウ)	ethyl acetate / benzene / formic acid / water (10 : 6 : 1 : 1)	UV 365 nm		berberine hydrochloride
	CP CORTEX PHELLODENDRI AMURENSIS	ethyl acetate / benzene / formic acid / water (10 : 6 : 1 : 1)	UV 365 nm		berberine hydrochloride
	CP CORTEX PHELLODENDRI CHINENSIS	1-butanol / water / acetic acid (100 : 7 : 2 : 1)	UV 365 nm	yellow to yellow-green	berberine chloride
	CP PHELLODENDRI CORTEX	n-butanol / water / crystal acetic acid (7 : 2 : 1)	UV 365 nm	yellow to yellow-green	berberine chloride
75	<i>Piper nigrum</i> Linn. (コシウ)	benzene / ethyl acetate / acetone (7 : 2 : 1)	10% sulfuric acid in ethanol		pipemine
	CP FRUCTUS PIPERIS	benzene / ethyl acetate / acetone (7 : 2 : 1)	10% sulfuric acid in ethanol, 110°		
76	<i>Podocarpus tenuifolius</i> Willdenow (オウソク)	toluene / ethyl acetate / formic acid (4 : 4 : 3)	10% sulfuric acid in ethanol, 105°		urolic acid
77	<i>Prunella sinensis</i> Siebold et Zuccarini (クナクイ, 黒梅)	cyclohexane / chloroform / ethyl acetate / formic acid (20 : 5 : 8 : 0.1)	10% sulfuric acid in ethanol, 105°		
	CP FRUCTUS MUME				
78	<i>Pueraria lobata</i> Oliv. (クワコウ)	chloroform / methanol / water (7 : 2 : 5 : 0.25)	UV 365 nm	blue-white	puerarin
	CP RADIX PUERARIAE LOBATAE	ethyl acetate / methanol / water (12 : 1 : 1)	UV 365 nm	bluish white	puerarin
	CP PUERARIAE RADIX	chloroform / methanol / water (6 : 4 : 1)			
79	<i>Rehmannia glutinosa</i> Liboschitz (ジゴク)	chloroform / methanol / water (4 : 6 : 1)	anisaldehyde TS, 105°		totalp
	CP RADIX REHMANNIAE	chloroform / methanol / water (70 : 30 : 5)	anisaldehyde solution, 105°, 5 min		totalp
80	<i>Sabia mitis</i> Burser (クワンソク)	toluene / chloroform / ethyl acetate / methanol / formic acid (2 : 3 : 4 : 0.5 : 2)	UV 254 nm		salicylic acid B
	CP RADIX RHIZOMA SALVIAE MILTIORRHIZAE	benzene / ethyl acetate (4 : 1)	1) UV 254 nm, 2) sulfuric acid for spray		salicylic acid B
81	<i>Saposhnikovia divaricata</i> Schischk. (オウゴン)	chloroform / methanol (4 : 1)	UV 254 nm		prim-O-glucosylaminoglycoside
	CP RADIX SAPOSHNIKOVIAE				dehydroxybutylacetate, cyclohexyl
82	<i>Saxifraga oppositifolia</i> Charis (オモトコ)	chloroform / cyclohexane (5 : 1)	1% vanillin in sulfuric acid		dehydroxybutylacetate, cyclohexyl
83	<i>Schizonepeta tenuifolia</i> Linket (クワイゴク)	nitrobenzene ether / ethyl acetate (3 : 2)	1% vanillin in sulfuric acid		palagone
84	<i>Scrophularia ningpoensis</i> Hornem. f. <i>bergersoniana</i> Miq. (オウゴン)	n-hexane / acetone / methanol / water (7 : 1 : 1 : 2)	vanillin TS in sulfuric acid	orange	barpagide, barpagonide
	CP RADIX SCROPHULARIAE				oxytinatine
85	<i>Sophora flavescens</i> Ait. (クワン)	benzene / acetone / methanol (1 : 3 : 0.5), toluene / ethyl acetate / methanol / water (2 : 4 : 2 : 1)	potassium iodobismuthate TS, ethanolic sodium nitrate TS		
	CP RADIX SOPHORAE FLAVESCENS				
86	<i>Sophora japonica</i> Linn. (オウゴン, 黒豆)	ethyl acetate / formic acid / water (8 : 1 : 1)	aluminum chloride TS, UV 365 nm		rutin
	CP FLOS SOPHORAE	chloroform / methanol / water (6 : 4 : 1)	ammonia gas	yellow	rutin
	CP SOPHORAE FLOS	ethyl acetate / formic acid / water (8 : 1 : 1)	aluminum chloride TS, UV 365 nm		
87	<i>Ternstroemia chinensis</i> Retz. (オシロイ)	chloroform / ethyl acetate / formic acid (6 : 4 : 1)	1% iron trichloride in ethanol		gallic acid
	CP FRUCTUS CHERULAE				
88	<i>Tribulus terrestris</i> Linn. (シロツリ)	chloroform / methanol / water (13 : 2 : 2)	modified p-dimethylaminobenzenedihydro TS, 105°		
	CP FRUCTUS TRIBULI	ethyl acetate / water (40 : 1)	dilute sulfuric acid, 105°, 5 min, UV 365 nm	blue-white fluorescent	
89	<i>Vicia fraxinea</i> Linn. (クワンゴクイ, 黒豆)	cyclohexane / ethyl acetate / methanol (3 : 2 : 0.2)	10% aluminum chloride		vicisapin
	CP FRUCTUS VITICIS				