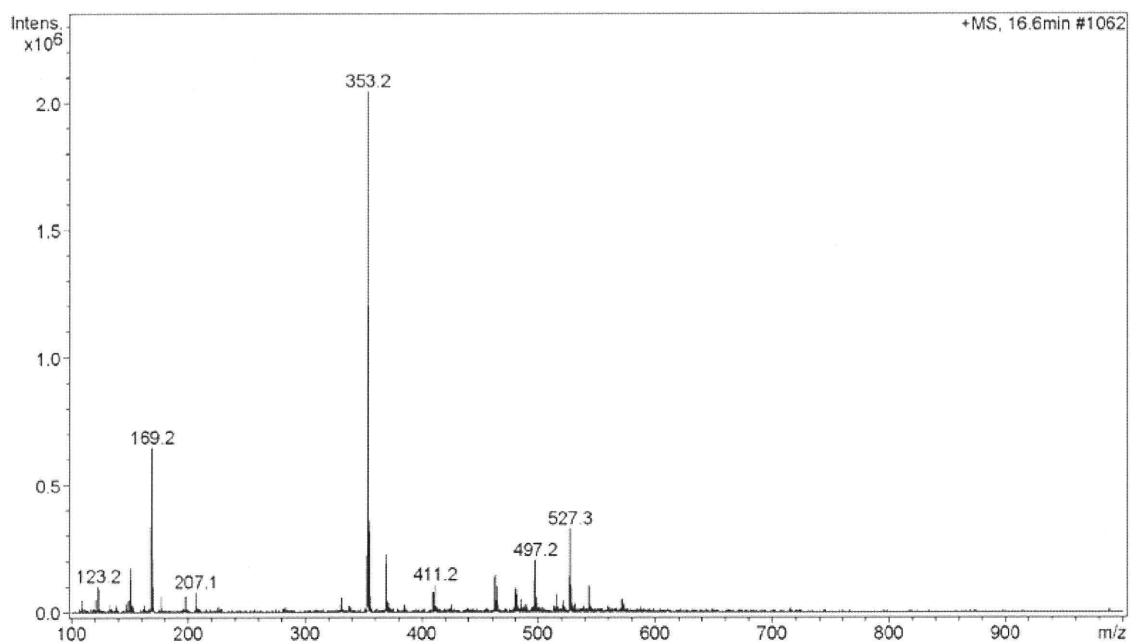
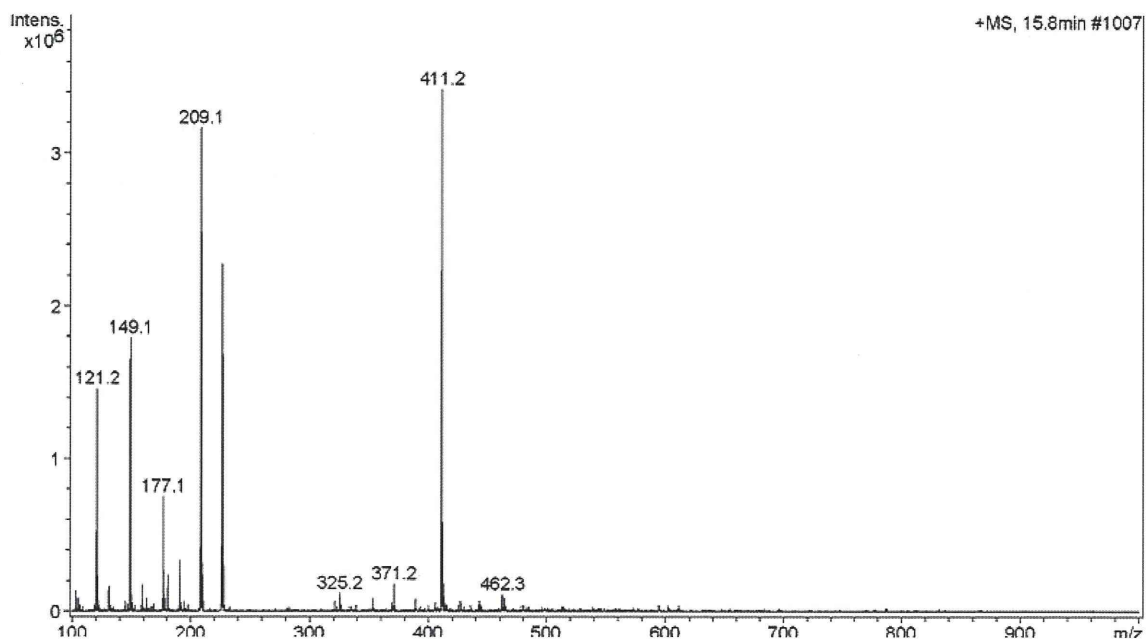


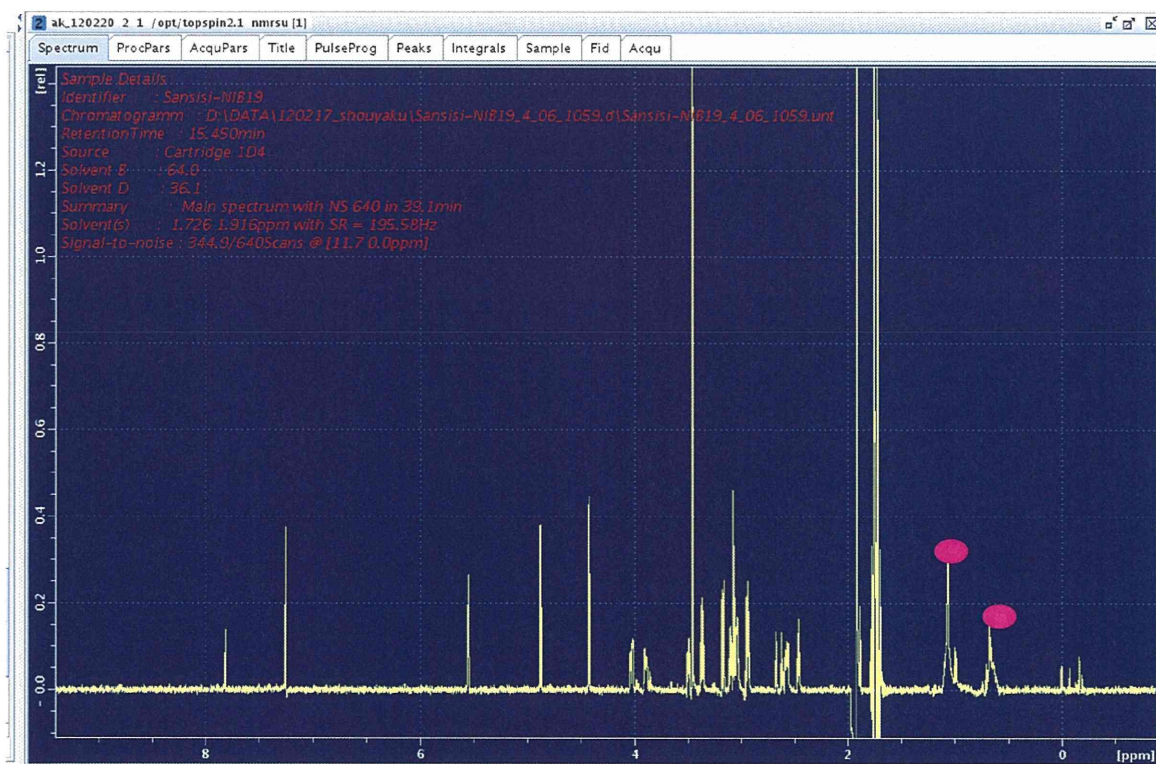
(図 2) LC-MS 測定



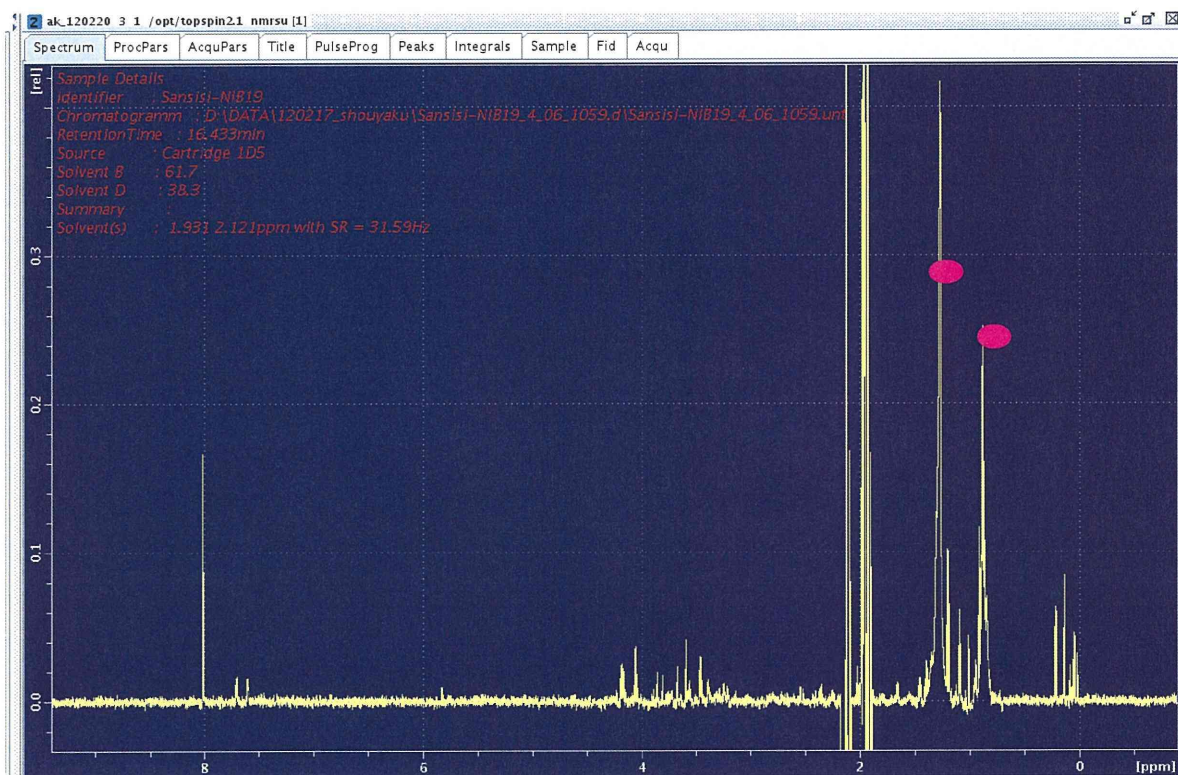
(図 3) 16.6min.のマススペクトル



(図 4) 15.8min.のマススペクトル



(図 5) 15.8min.分画の NMR スペクトル



(図 6) 16.6min.分画の NMR スペクトル

厚生労働科学研究費補助金（創薬基盤推進研究事業）
漢方薬に使用される薬用植物の総合情報データベース構築のための
基盤整備に関する研究（H22-創薬総合-一般-013）
分担研究報告書

分担研究課題 成分分析データ情報に関する研究（TLC 写真情報の集積）

研究分担者 木内 文之 慶應義塾大学薬学部・教授

日本薬局方に規定されている薄層クロマトグラフィーによる生薬の確認試験について、TLC の写真を画像データとして集積するために、生薬の確認試験を日常的に行っている生薬関連会社の担当者の協力を得て、昨年度に引き続き代表的なクロマトパターンの画像データの作成を行った。クロマトグラム公開の際に特に問題となると考えられる色の再現性については、色見本を添えてデータを収集することにより、相対的に色の再現性を確保することとした。今年度は、前年度からの継続検討品目も含め29品目の生薬について、TLC 画像データの収集を行うとともに、個々の生薬について TLC による確認試験の実施上の問題点の検討も行った。

研究協力者

石崎昌洋 三和生薬株式会社
川崎武志 株式会社ウチダ和漢薬研究開発部
川原信夫 医薬基盤研究所薬用植物資源研究センター
神本敏弘 株式会社ツムラ中央研究所
菊地祐一 株式会社ツムラ中央研究所
合田幸広 国立医薬品食品衛生研究所生薬部
近藤誠三 小太郎漢方製薬株式会社研究所
佐藤陽子 和光純薬株式会社試薬事業部
杉本智潮 救心製薬株式会社総合研究所
玉木智生 日本粉末薬品株式会社研究開発部
成川佑次 慶應義塾大学薬学部
早川昌子 和光純薬株式会社試薬事業部
日向野太郎 大正製薬株式会社セルフメディケーション開発研究所
山本 豊 株式会社栃本天海堂品質管理部

A. 研究目的

本格的な高齢化社会を迎えつつある現在、国民の健康に対する漢方の役割に大きな期待が寄せられている。漢方薬の有効性・安全性

を担保するためには、そこで用いられる原料薬物である生薬の品質の確保が必須であるが、生薬は天産品であるため、その品質の確保のための様々な努力が必要である。

日本薬局方では、生薬の含有成分に関する規定として、確認試験、定量法、精油含量等を定めている。これらのうち確認試験には、その生薬に特徴的な成分（群）或は類似生薬との判別に有効な成分（群）を検出する方法が主として採用されており、第16改正日本薬局方では指標成分を TLC で検出する方法が多く採用されている。TLC は、特別な装置を必要とせず、簡便に行える分析法であるが、厳密に条件を揃えないと Rf 値の再現性が確保できないため、分析に際してはサンプルと標準物質とを同時に展開するのが一般的である。日本薬局方の生薬の確認試験に於いても、多くの生薬でこの方法が採用されている。しかし、生薬の確認試験の中には、指標となる成分の標準物質が利用できない等の理由で、サンプルのみを TLC で分析し、発色試薬等による発色の色調並びに Rf 値で指標成分を確

認するものもあことから、成分の含量等の影響で、指標成分を見誤る可能性もある。そこで本研究では、日本薬局方に収載されている TLC を用いた生薬の確認試験を実施する際に参照できる、典型的な TLC クロマトグラムを集積し、これを公開することを目的として検討を行っている。

B. 研究方法

生薬の確認試験を日常的に行っている生薬関連会社の担当者を中心とする研究班を組織し、実際に生薬各条に規定された TLC による確認試験を実施し、そのクロマトグラムを画像データとして収集した。実験には、Merck 社と和光純薬工業から市販されている TLC プレートを用い、日本薬局方の生薬各条の規定に従って確認試験を実施した。なお、TLC による確認試験を迅速化するために、従来 10 cm と規定されてきた TLC の展開距離について、これを 7 cm に変更した試験も並行して行い、Rf 値並びに分離パターンに差があるかを検討した。また、クロマトグラムの色の再現性を確保するために、発色を伴う TLC 画像については日本色研の新配色カード 129a の vivid (Lot No. 00502) から 9 色 (3:yR, 8:Y, 12:G, 16:gB, 19:pB, 24:RP, W, Gy5.5, Bk) を選んで順番に並べた色見本を作成し、これを同一画面に入れて画像データを取り込んだ。

C. 研究結果

1. TLC の画像データの集積

今年度は、昨年度からの継続分も含め、アカメガシワ、アラビアゴム、アロエ、ウワウルシ、エンゴサク、オウギ、ガイヨウ、カシユウ、カッコウ、カッコン、カンキョウ、キクカ、ケイガイ、ゲンチアナ、コウイ、コウジン、コウベイ、サイコ、シャクヤク、センナ、センブリ、ダイオウ、チクセツニンジン、ニンジン、ビンロジ、ボウフウ、ボクソク、リュウタン、ローヤルゼリーについて画像データを集積した。各確認試験の TLC クロマトグラムの例を Fig. 1~20 に示す。また、研究に参加した機関毎の各確認試験の指標スポットの Rf 値を Table 1 に、展開に要した時間の

平均値を Table 2 に示す。

2. TLC プレートが Rf 値に与える影響

日本薬局方の一般試験法<2.03>薄層クロマトグラフィーでは、使用する薄層板について、通例としてその作製法を規定している。¹⁾この規定は、薄層板を自分で調製することを前提としたものであるが、現在では、通常市販の薄層板が使用されており、現在最も一般的に使用されていると思われる Merck 社製の薄層板と、国産メーカー品として Wako 社製の薄層板を比較すると、品目によっては展開結果に差があることがこれまでの検討で明らかになっている。そこで、今年度も引き続きこの 2 社の TLC プレートをを用いた場合の展開結果を比較検討した。

まず全体的な Rf 値の再現性について見ると、これまでの検討結果と同様に、試験法を厳密に守ることにより、良好な Rf 値の再現性を得ることができ (Table 1)、Merck 社と Wako 社の薄層板の差について見ると、やはりこれまでの結果同様 Merck 社より Wako 社のプレートで Rf 値が大きい傾向にあった。また、これまでの検討で、酸性物質では両社のプレート間で Rf 値に大きな差が見られることが明らかになっているが、今回の検討でもセンノシド A を指標成分とするセンナの確認試験で大きな差が見られた。センノシド A はカルボキシル基を有する酸性化合物であり、今回の結果は、これまでの結果と一致している。

日本薬局方に規定されている TLC を用いた生薬の確認試験では、標準物質を同時に展開しない場合には、指標成分の Rf 値が規定されている。今回検討した生薬のうち、局方に Rf 値が規定されているアカメガシワ、エンゴサク、カッコウ、コウベイ、ボクソクについて、局方に規定された Rf 値と実際に得られた値を比較すると (Table 1)、局方に規定された値は Merck 社製プレートで得られた値とほぼ一致していた。なお、16 局で収載されたコウベイについては、局方規定値と実際に得られた値とが 0.1 程度異なっており、条文作成時の誤記と思われる。

3. 展開距離と Rf 値の再現性に関する検討
配糖体の確認試験に用いられている 1-ブタノール/水/酢酸(100)のような高極性溶媒を使用する場合、非常に長い展開時間を必要とする。展開に要する時間は、プレートの上に行く程長くなるため、現在 10 cm で行われている展開距離を 7 cm に変更することにより、展開に要する時間を大幅に短縮できるものと考えられる。この点に関しては、日本薬局方の生薬の確認試験で、1-ブタノール/水/酢酸(100)を含む展開溶媒を用いている品目(オウゴン、オウバク、オウレン、カンキョウ、カンゾウ、コウボク、ジコッピ、シャゼンソウ、テンモンドウ、トウガシ、マオウ、マクリ)について、指標スポットの Rf 値並びに分離パターンが変化するかを検討した結果を既に報告している。¹⁾

同一機関で行った展開距離 7 cm と 10 cm の TLC を比較すると、多くの場合両者の間にクロマトグラムのパターンの差はほとんどなく、スポットの確認には全く支障がないことが明らかとなった。また、指標成分スポットの Rf 値を比較しても、展開距離の差による Rf 値の変化はほとんど見られなかった(Table 1)。しかし、近接したスポットとの分離が必要な試験では、展開距離を短くすると分離が不十分になる品目も見られ、ボクソクやエンゴサクの確認試験に於いては 7 cm の展開では近接したスポットの分離が不十分であるため、10 cm の展開が必要と判断された。一方、展開に必要な時間について見ると(Table 2)、7 cm の展開に必要な時間は、ほとんどの溶媒系で 10 cm 展開するのに必要な時間の半分程度であった。今年度検討した展開溶媒系は 10 cm の展開に 2 時間程度を必要とする 1-ブタノール/水/酢酸(100)を含む展開溶媒系と較べると展開時間が短いものばかりであるが、展開距離を 30% 短くすることにより、展開に要する時間を半分近くに短縮できるメリットは大きいものと考えられる。

4. 各生薬の確認試験について

各生薬の確認試験の結果を Fig. 1~20 に示す。現行法に問題が見られた場合について以

下に述べるとともに、その改正案についても述べる。

(1) アカメガシワ

現行の展開溶媒は酢酸エチル/エタノール(95)/水混液(100:18:13)であるが、この比率では混和しないことが判明した。水の比率を若干少なくする(100:18:12, 変法 1)、或はエタノール(95)の代わりにエタノール(99.5)を用いる(変法 2)ことにより、この問題は解決し、Rf 値にもほとんど影響は見られなかった。(Fig. 1)

(2) アラビアゴム

現行の展開溶媒では、スポットの形状が良くない(Fig. 1)ことから、溶媒を再検討する必要があるものと思われる。

(3) エンゴサク

16 局第 1 追補で改正予定の方法(デヒドロコリダリンを標品とする方法)でデータを集めた。(Fig. 3) 展開距離 7 cm のデータも集めたが、スポットの分離が不十分となるため、展開距離は 10 cm が必要である。

(4) オウギ

現行法では標品の濃度が濃すぎる(Fig. 4 上)ことから、濃度を薄くするとともに、展開距離を 7 cm とする改正案のデータも集めた(Fig. 4 下)。

(5) カッコウ

現行法(Fig. 5 上)の検出試薬には取扱い上の問題があることから、検出試薬の変更を検討した。スポット(パチョリアルコール)の検出には 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液が適しており、加熱時間と色の変化について検討した結果(Fig. 6)、105°C 5 分間の加熱でパチョリアルコールを Rf 値 0.4 付近に青紫色のスポットとして検出できることを確認した。

(6) カンキョウ

指標成分([6]-ショーガオール)のスポットの色は、TLC 板の水分含量によって変化する(Fig. 7)。標品を同時に展開する試験法であることから、スポットの色の記載は無い方が良い。

(7) コウイ

噴霧試薬の量が少ないと発色に問題がある。

試薬の変更も考えられるが、この確認試験には半定量的な意味も含まれていることから、試薬の変更は適切でない (Fig. 10)。噴霧量と加熱時間について、更に検討する必要がある。

(8) コウベイ

指標成分の Rf 値の実測値の平均が 0.4 であったのに対し、局方記載値が 0.3 であることから、訂正する必要がある (Fig. 11 上)。

(9) サイコ

Wako のプレートでは 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を噴霧後加熱するとプレート全体が黄色くなりサイコサポニン a のスポットの検出が困難になる傾向が見られた (Fig. 11 下)。

(10) シャクヤク

展開溶媒に含まれる酢酸を十分に除かないと、指標成分のスポットがうまく発色しない。(Fig. 12 上)

(11) センブリ

混合蛍光剤入りプレートを用いた試験であり、スポットの色も重要である。資料濃度が濃すぎるため、これを薄めた改正案を検討する必要がある。(Fig. 12 下)

(12) ダイオウ

現行の確認試験は、指標成分としてセンノシドを用いている (Fig. 13 上) が、試料調製法が煩雑であり、センノシドは成分定量にも用いられていることから、レインを指標成分とする確認試験法を検討した (Fig. 14)。一方、純度試験については、ラポンチシンを標品として同時に展開する方向で検討した (Fig. 15)。

(13) ビンロウジ

現行の試料調製法が煩雑であり、スポット量も多すぎることから (Fig. 17 上)、簡便で夾雑物を効率よく除ける試料調製法に変更するとともに、展開距離を 7 cm とする改正案を検討した (Fig. 17 下)。

(14) ポウフウ

指標成分 (4'-O-グルコシル-5-O-メチルピサミノール) のすぐ下に別のスポットが重なっているようである (Fig. 18 下)。このスポットが何かを含め、更に検討する必要がある。

(15) ウワウルシ

昨年度から検討している品目であるが、展

開距離を 15 cm から 7 cm としても問題は無い (Fig. 20 上)。検出試薬はうすめた硫酸 (1 → 2) から希硫酸に変更することが可能である。

(16) ボクソク

Wako 社製の TLC プレートを使用すると指標成分であるフラキシリンとスコポリンが分離しない。Merck 社製のプレートでも 7 cm の展開では両者の分離が悪いため、展開距離は 10 cm が必要である。(Fig. 20 下)

D. 考察

薄層クロマトグラフィーは、特別な装置を必要とせず、簡便に行えることから、日本薬局方の生薬の確認試験として多用されているが、一般的に Rf 値の再現性が悪いなどの問題もある。そこで本研究では、日本薬局方の生薬の確認試験を実施するにあたり参照できる、代表的な薄層クロマトグラム画像データを公開することを目的として、生薬の確認試験を日常的に行っている生薬関連会社の担当者の協力を得て、実際に各社が扱っている生薬の確認試験の TLC クロマトグラムを集積した。

生薬の確認試験では、スポットの色も重要な情報となることから、画像データの公開に当たっては、色の再現性を確保する必要があるが、データの集積の段階では、色見本を添えて画像データを取得することにより、相対的に色の再現性を確保することとし、公開の段階でその方法に応じた補正を考えることとした。

一般に薄層クロマトグラフィー法は、Rf 値の再現性に乏しいとされているが、本研究班では日本薬局方の一般試験法 <2.03> 薄層クロマトグラフィーの規定を厳密に守ってデータを集めており、Rf 値については、かなり良い室間再現性が得られている。これは、今回の研究に参加しているのが、生薬の確認試験を日常的に行っている生薬関連会社の担当者であることも大きな要因であると考えられるが、局方の規定によって、Rf 値の再現性がかなり担保されていることが確認された。

日本薬局方の一般試験法 <2.03> 薄層クロ

マトグラフィーでは、使用する薄層板について、通例としてその作製法を規定している。この規定は、薄層板を自分で調製することを前提としたものであるが、現在では、通常市販の薄層板が使用されている、本研究班では前年度に引き続き、現在最も一般的に使用されていると思われる Merck 社製の薄層板と、国産メーカー品として Wako 社製の薄層板を用い、展開結果を比較しており、いくつかの指標成分の Rf 値に大きな差が見られている。両社の薄層板では、酸性物質に対する親和性が大きく異なることが報告している¹⁾が、今年度の検討でも、センナの確認試験に於いて酸性物質であるセンシドの Rf 値が Wako 社製プレートでかなり大きくなった。これに対し、ベラドンナコンの確認試験では、指標成分であるアルカロイドの Rf 値が Merck 社製のプレートでやや大きくなる傾向が見られた。生薬の TLC による確認試験の中には、標準物質と一緒に展開せず、確認スポットの Rf 値と色調を示してある場合がある。特にこのようなものについては、TLC による確認試験の実施例の画像情報を公開することにより、確認試験の確実な実施が保証されるものと期待される。

薄層クロマトグラフィーは、迅速に行える分析法であるが、水を含む溶媒系などでは、展開に長い時間を必要とする。生薬の確認試験でしばしば用いられる 1-ブタノール/水/酢酸(100)混液については、展開距離を 7 cm とし、現行の 10 cm の展開と比較した結果、分離パターン並びに Rf 値に影響を与えること無く、展開時間を半分近くまで短縮できることが明らかになっており、¹⁾ この溶媒系については、生薬各条の規定を展開距離 7 cm に変更することとなった。今回検討した総ての確認試験について現行の 10 cm の展開と 7 cm 展開を比較したが、ほとんどの場合 Rf 値並びにクロマトグラムパターンに違いは見られなかったことから、現行では 10 cm となっている生薬の TLC による確認試験の展開距離を 7 cm に変更することが可能であると思われる。しかし、ボクソクやエンゴサクでは、7 cm の展開ではスポットの分離が不十分で

あったことから、一律に展開距離を短縮できるものではないことも明らかとなった。

E. 結論

日本薬局方に規定されている薄層クロマトグラフィーによる生薬の確認試験について、代表的なクロマトグラムを画像データとして集積し、一般に公開するために、生薬の確認試験を日常的に行っている生薬関連会社の担当者を中心とする研究班を組織し、データ収集に際してクロマトグラムの再現性等に関する検討を行った。クロマトグラムの色の再現性については、色見本を添えてデータを収集することにより、相対的に色の再現性を確保することとした。

Rf 値の再現性に関する検討の一環として、用いる薄層板のメーカーにより Rf 値が変化するかを検討した結果、Merck 社製プレートと Wako 社製プレートでは、Wako 社のプレートで Rf 値が大きくなる傾向にあり、特に酸性物質の Rf 値が大きく異なっていた。なお、今回検討した生薬のうち、16 局で収載されたコウベイでは、局方に規定されている Rf 値と実際に観察された Rf 値に 0.1 程度の差が見られた。また、現行の確認試験で採用されている 10 cm の展開とこれを 7 cm に変更した場合とを比較した結果、検討したほとんどの確認試験に於いて、展開距離を 7 cm に変更しても確認試験自体には何の影響もなく、必要とする時間を大幅に短縮できることを明らかにした。しかし、一部の生薬については近接したスポットの分離が不十分となるため、展開距離を変更するためには個々の試験についてデータを収集して判断する必要がある。

今回収集したデータは、独立行政法人医薬基盤研究所のホームページで公開される予定である。これらのデータは、TLC による生薬の確認試験の確実な実施に貢献するものと期待される。

(参考文献)

1. 木内文之、成川佑次、合田幸広、石崎昌洋、糸博之、川崎武志、川原信夫、神本敏弘、

菊地祐一、近藤誠三、杉本智潮、日向野太郎、
山本豊 日本薬局方収載の TLC による生薬
の確認試験(1) 1-ブタノール/水/酢酸(100)混液
を展開溶媒とする確認試験について、生薬学
雑誌、**65** (1), 25-32 (2011)

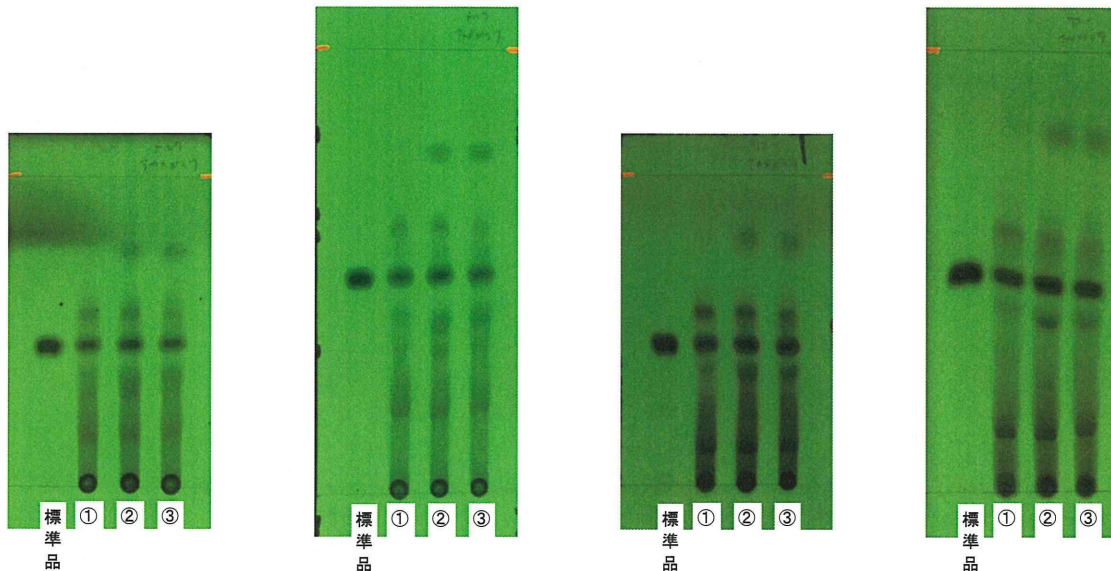
F. 研究発表

なし

G. 知的財産権の出願・登録状況

なし

アカメガシワのTLC



写真① Merck 製 (7cm展開)

R f 値 : 0.47

展開時間 : 14分

写真② Merck 製 (10cm展開)

R f 値 : 0.47

展開時間 : 23分

写真③ Wako 製 (7cm展開)

R f 値 : 0.47

展開時間 : 10分

写真④ Wako 製 (10cm展開)

R f 値 : 0.50

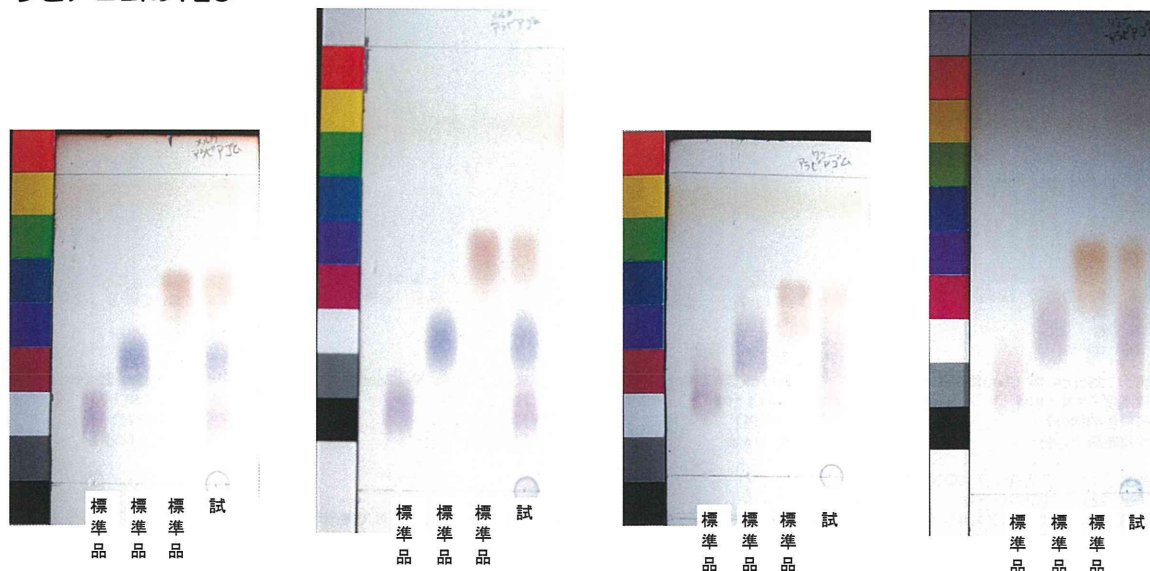
展開時間 : 15分

標準品 : ベルゲニン

- ① 徳島 (2011年入手)
- ② 鹿児島 (2010年入手)
- ③ 宮崎 (2004年入手)

JP16 : Rf値 0.5 付近 / 暗青色のスポット

アラビアゴムのTLC



写真① Merck 製 (7cm展開)

R f 値 : 0.21 · 0.39 · 0.60

展開時間 : 11分

写真② Merck 製 (10cm展開)

R f 値 : 0.24 · 0.39 · 0.57

展開時間 : 16分

写真③ Wako 製 (7cm展開)

R f 値 : 0.18 · 0.34 · 0.54

展開時間 : 7分

写真④ Wako 製 (10cm展開)

R f 値 : 0.25 · 0.37 · 0.53

展開時間 : 12分

標準品 (1) : D-ガラクトース

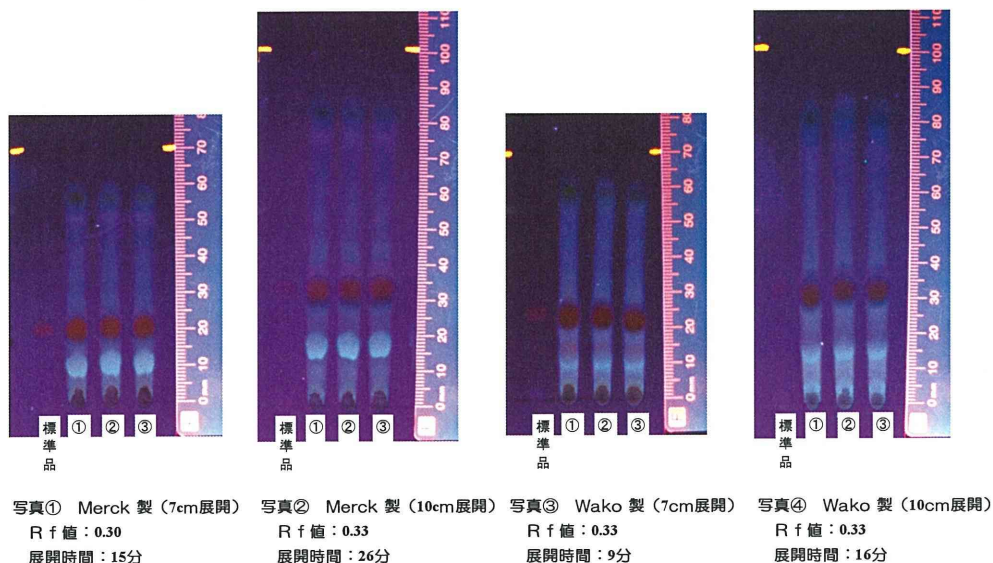
標準品 (2) : L-アラビノース

標準品 (3) : L-ラムノース

試料 : 和光純薬製の試薬を使用

Fig. 1

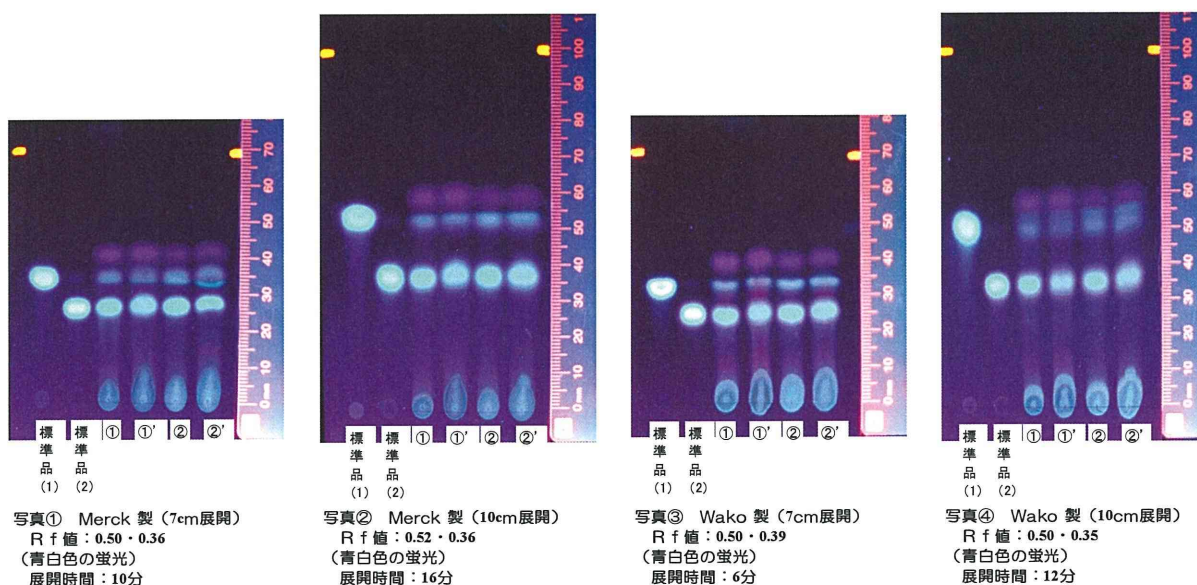
アロエのTLC



標準品 : パルバロイン
 ① 南アフリカ (2011年入手)
 ② 南アフリカ (2010年入手)
 ③ 南アフリカ (2009年入手)

JP16 : 赤色の蛍光スポット

ガイヨウのTLC



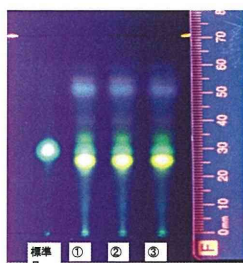
標準品 (1) : ウンベリフェロン

標準品 (2) : スコブレチン

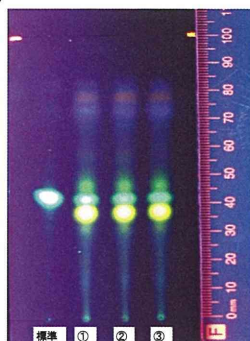
① 日本 (2006年 8月入手) ⇒ 綿毛などを除いた粉末 (0.5g/5mL抽出・10 μ Lスポット (試験法通りで抽出可能))
 ①' 日本 (2006年 8月入手) ⇒ 綿毛込みの粉末 (0.5g/10mL抽出・20 μ Lスポット (嵩が高く試験方法通りでは抽出不可))
 ② 韓国 (2002年 7月入手) ⇒ 綿毛などを除いた粉末 (0.5g/5mL抽出・10 μ Lスポット (試験法通りで抽出可能))
 ②' 韓国 (2002年 7月入手) ⇒ 綿毛込みの粉末 (0.5g/10mL抽出・20 μ Lスポット (嵩が高く試験方法通りでは抽出不可))

Fig. 2

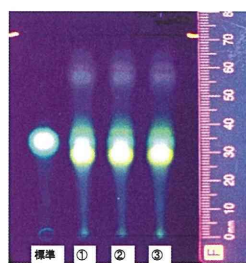
エンゴサクのTLC (JP16-1)



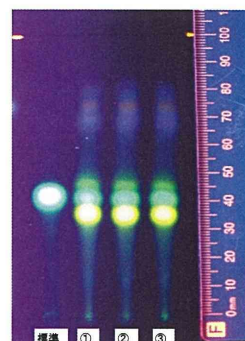
写真① Merck製 (7cm展開)
Rf値: 0.41・0.38
(黄緑色の蛍光・黄色の蛍光)
展開時間: 19分



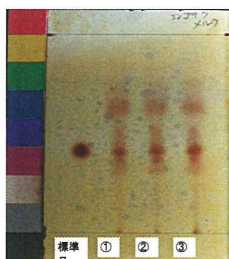
写真② Merck製 (10cm展開)
Rf値: 0.42・0.36
(黄緑色の蛍光・黄色の蛍光)
展開時間: 29分



写真③ Wako製 (7cm展開)
Rf値: 0.47・0.40
(黄緑色の蛍光・黄色の蛍光)
展開時間: 11分

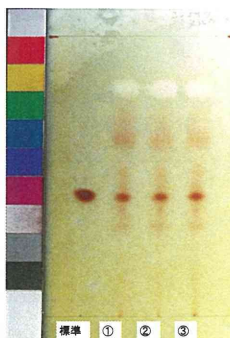


写真④ Wako製 (10cm展開)
Rf値: 0.40・0.34
(黄緑色の蛍光・黄色の蛍光)
展開時間: 22分

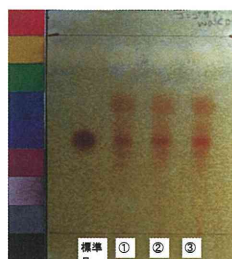


写真① Merck製 (7cm展開)
Rf値: 0.63 (褐色)

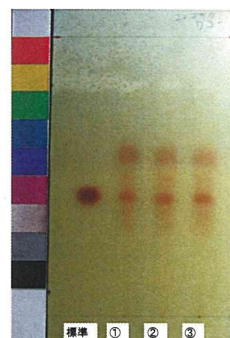
噴霧後しばらく放置すると背景が白くなるが、全体的にスポットの色もよくなる。



写真② Merck製 (10cm展開)
Rf値: 0.63 (褐色)



写真③ Wako製 (7cm展開)
Rf値: 0.66 (褐色)



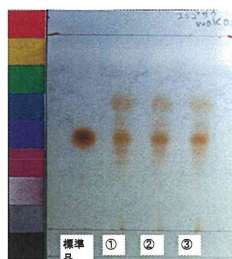
写真④ Wako製 (10cm展開)
Rf値: 0.60 (褐色)



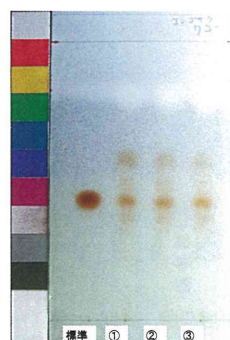
写真① Merck製 (7cm展開)
Rf値: 0.63 (褐色)



写真② Merck製 (10cm展開)
Rf値: 0.63 (褐色)



写真③ Wako製 (7cm展開)
Rf値: 0.66 (褐色)

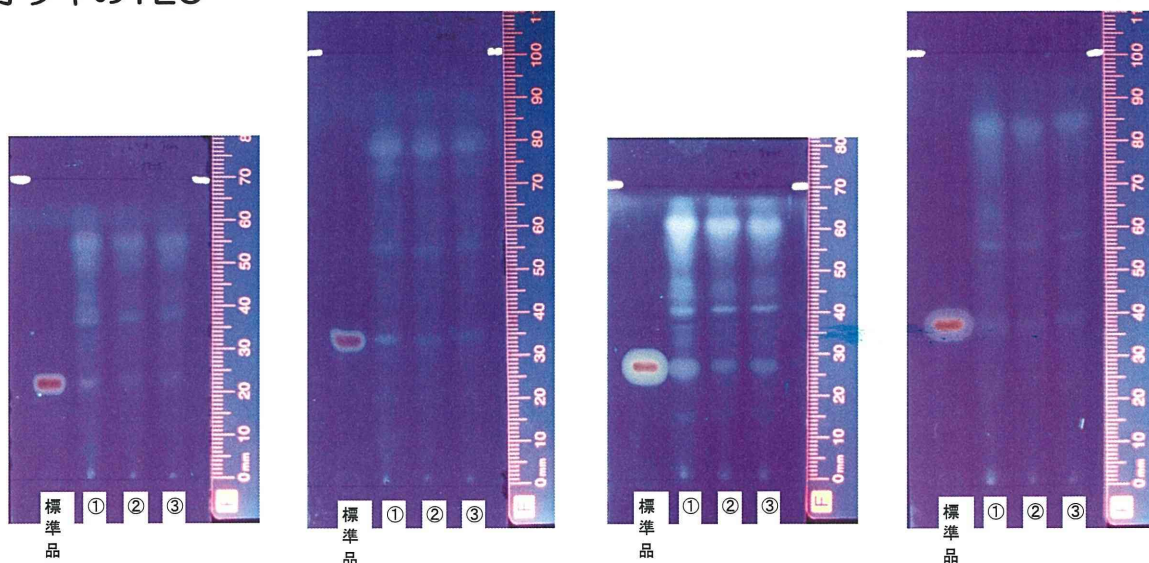


写真④ Wako製 (10cm展開)
Rf値: 0.60 (褐色)

標準品: デヒドロコリダリン硝酸化物, ①中国・浙江 (2011年 8月入手), ②中国・浙江 (2011年 6月入手), ③中国・浙江 (2009年 6月入手)

Fig. 3

オウギのTLC



写真① Merck 製 (7cm展開)

R f 値：0.35

展開時間：16分

写真② Merck 製 (10cm展開)

R f 値：0.34

展開時間：25分

写真③ Wako 製 (7cm展開)

R f 値：0.38

展開時間：10分

写真④ Wako 製 (10cm展開)

R f 値：0.37

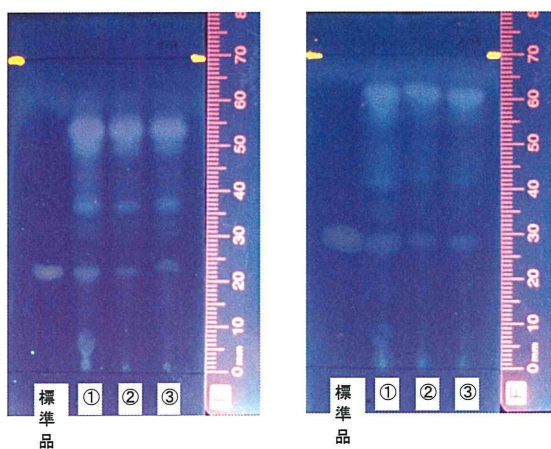
展開時間：17分

① 中国 (2010年 11月入手)

② 中国 (2010年 5月入手)

③ 中国 (2010年 7月入手)

オウギのTLC(改正案)



写真① Merck 製 (7cm展開)

R f 値：0.34 (黄褐色)

展開時間：14分

写真② Wako 製 (7cm展開)

R f 値：0.38 (黄褐色)

展開時間：10分

標準品：アストラガロシドIV

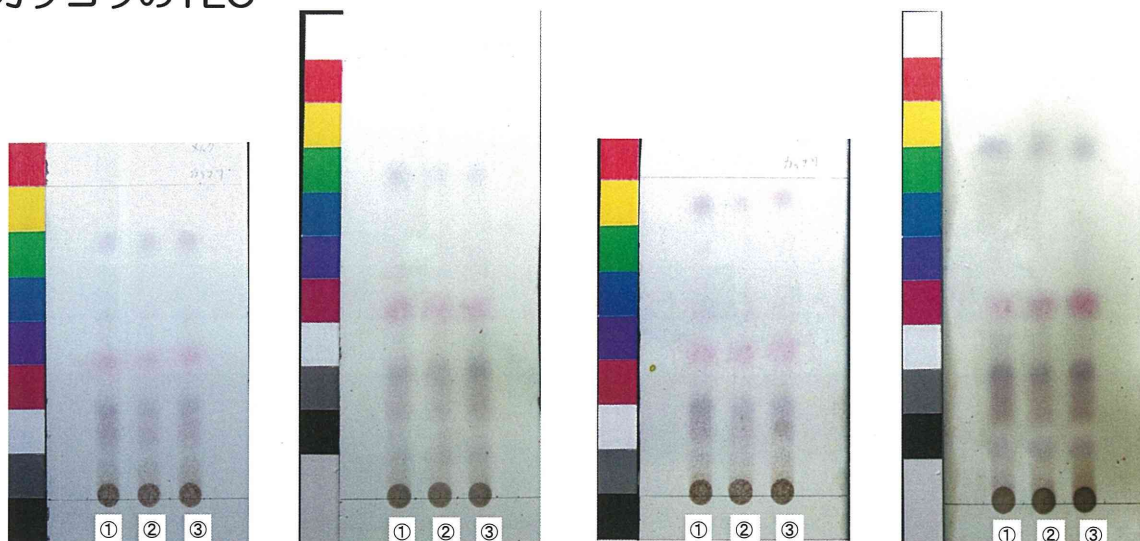
① 中国・陝西 (2010年 11月入手)

② 中国・陝西 (2010年 5月入手)

③ 中国・陝西 (2010年 7月入手)

Fig. 4

カッコウのTLC



写真① Merck 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.43 (赤色)
展開時間 : 10分

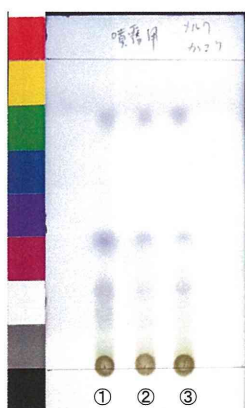
写真② Merck 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.42 (赤色)
展開時間 : 13分

写真③ Wako 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.45 (赤色)
展開時間 : 7分

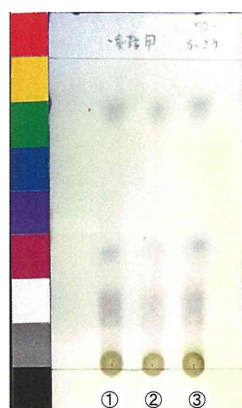
写真④ Wako 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.44 (赤色)
展開時間 : 9分

噴霧試薬変更(噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液)

局方バニリン・硫酸試液は硫酸濃度が濃く、安全性が問題があることから、16局から収載される噴霧用バニリン・硫酸試液を用いた検出法で検討
結果: スポットの色が青紫色となったが、スポットは確認できた。



写真① Merck 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.41 (青紫色)
展開時間 : 10分



写真③ Wako 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.40 (青紫色)
展開時間 : 7分

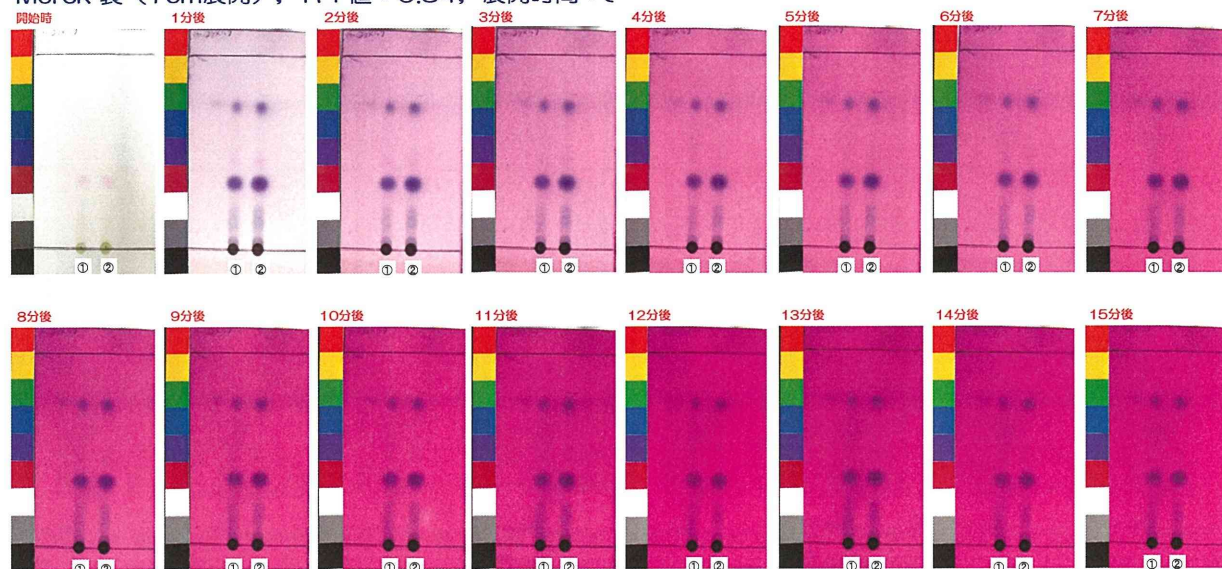
① 中国 (2011年 4月入手)
② 中国 (2010年 11月入手)
③ 中国 (2007年 9月入手)

Fig. 5

カツコウのTLC 4-メキシベンズアルデヒド・硫酸試液噴霧後の加熱時間による色の変化

① 中国 (2010年入手) ② 中国 (2007年入手)

Merck 製 (7cm展開), R_f 値: 0.34, 展開時間: 8分



Wako 製 (7cm展開), R_f 値: 0.33, 展開時間: 7分

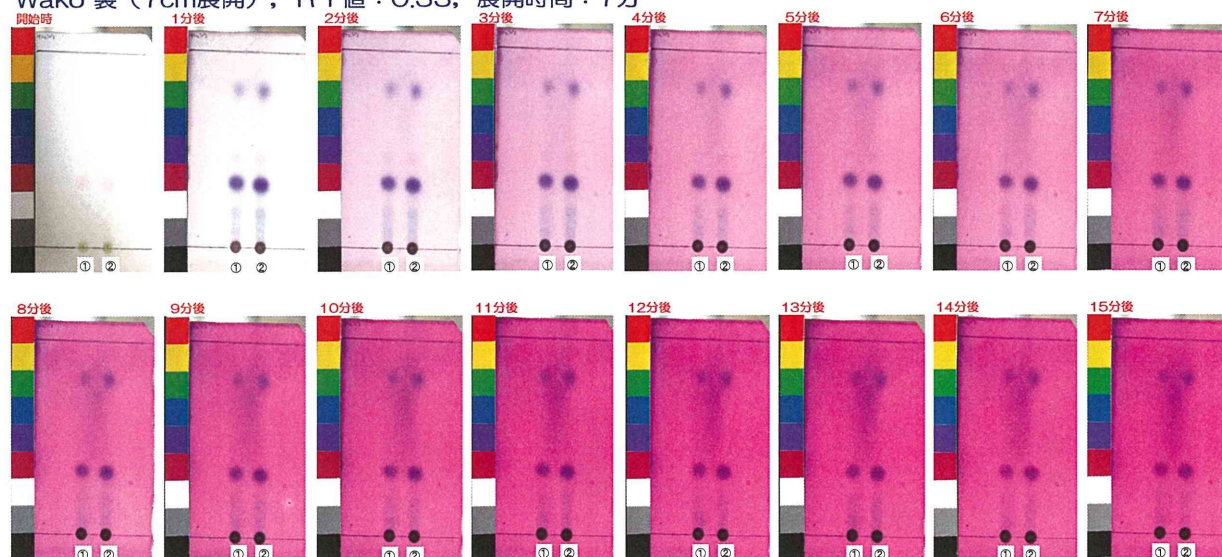
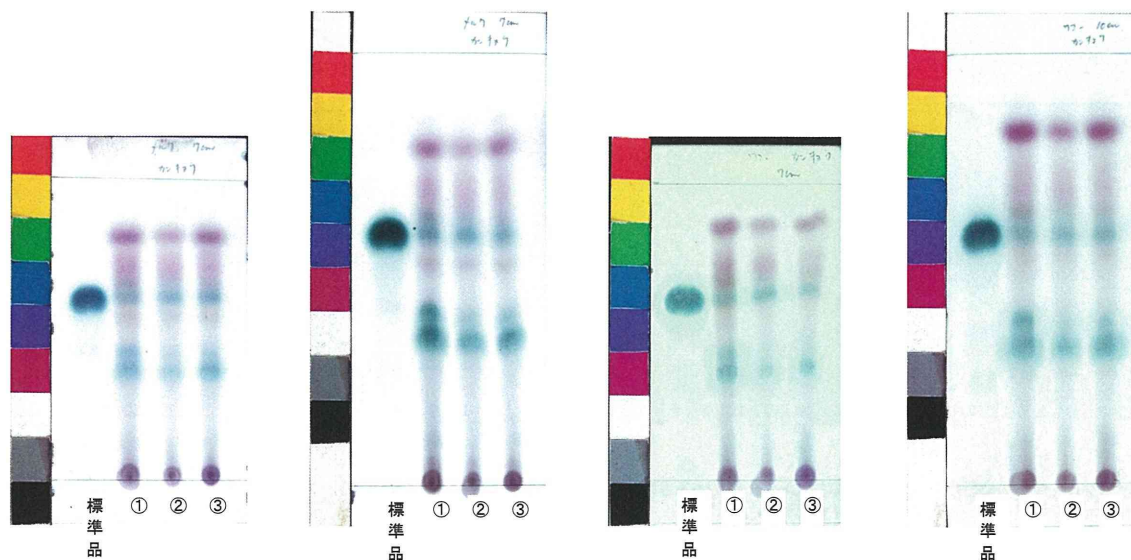


Fig. 6

カンキョウのTLC



写真① Merck 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.61 (緑色)
展開時間 : 11分

写真② Merck 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.59 (緑色)
展開時間 : 15分

写真③ Wako 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.61 (緑色)
展開時間 : 7分

写真④ Wako 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.58 (緑色)
展開時間 : 11分

- ① 中国 (2009年 9月入手)
- ② 中国 (2009年 3月入手)
- ③ 中国 (2006年 6月入手)

スポットの色の変化

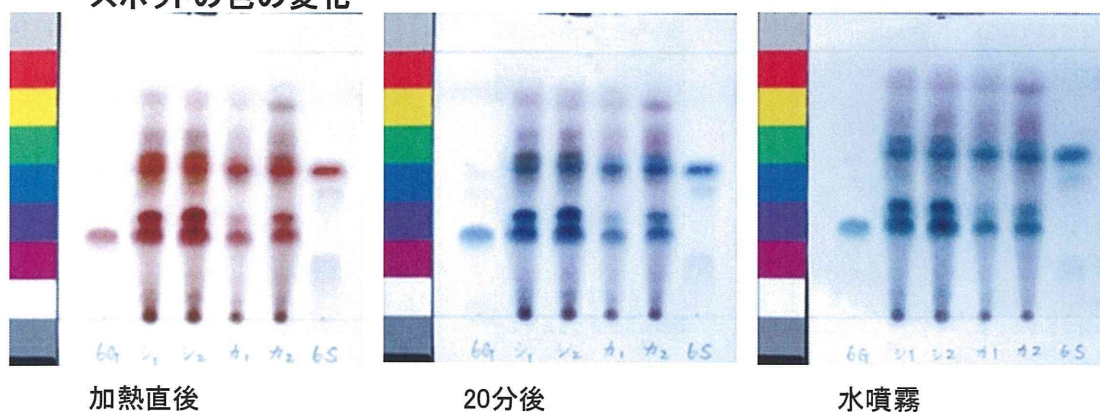
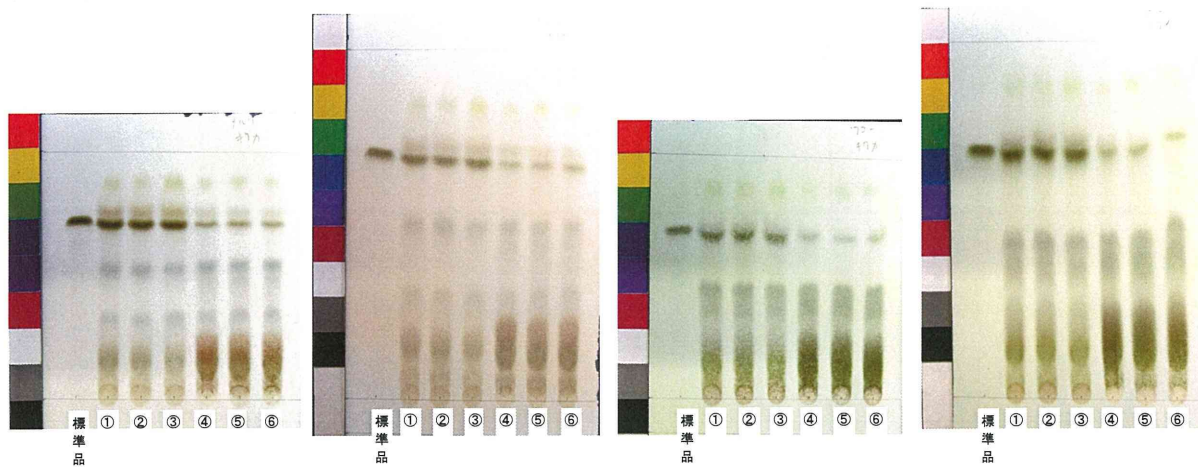


Fig. 7

キクカの花のTLC



写真① Merck 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.69
展開時間 : 12分

写真② Merck 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.69
展開時間 : 20分

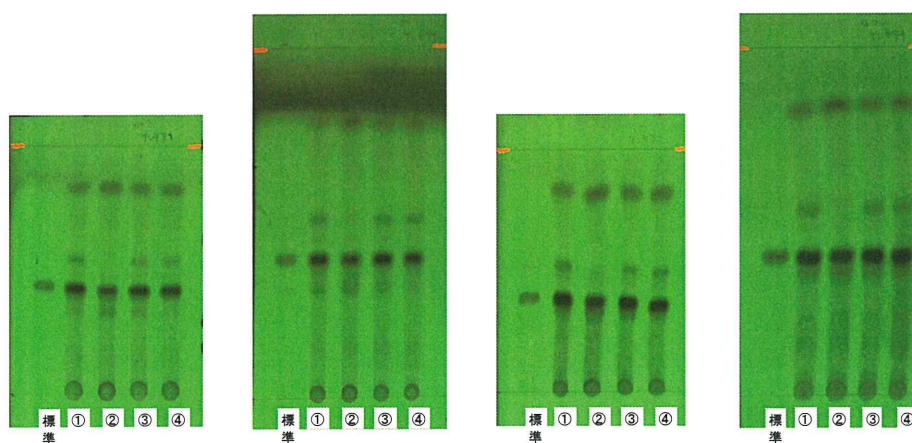
写真③ Wako 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.70
展開時間 : 9分

写真④ Wako 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.70
展開時間 : 15分

標準品 : ルテオリン

- ① 中国 (規格 : 甘菊花, 2010年入手)
- ② 中国 (規格 : 甘菊花, 2009年入手)
- ③ 中国 (規格 : 甘菊花, 2008年入手)
- ④ 中国 (規格 : 杭菊花, 2010年入手)
- ⑤ 中国 (規格 : 杭菊花, 2010年入手)
- ⑥ 中国 (規格 : 杭菊花, 2008年入手)

ゲンチアナの花のTLC



写真① Merck 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.44
展開時間 : 13分

写真② Merck 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.41
展開時間 : 22分

写真③ Wako 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.39
展開時間 : 9分

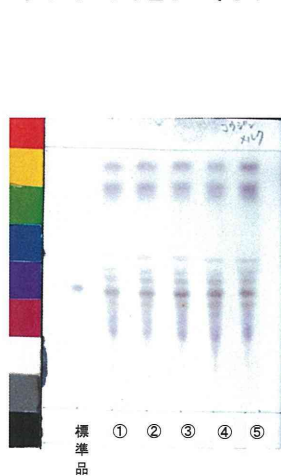
写真④ Wako 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.41
展開時間 : 17分

標準品 : ゲンチオピクロシド

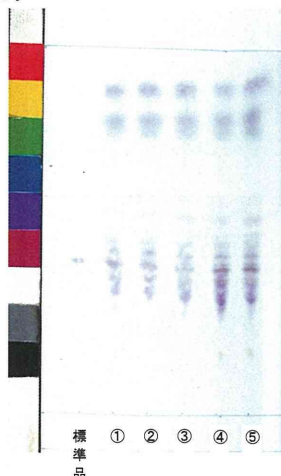
- ① フランス (2010年入手)
- ② フランス (2009年入手)
- ③ フランス (2007年入手)
- ④ フランス (2006年入手)

Fig. 8

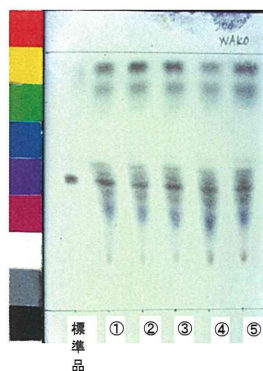
コウジンのTLC (JP16)



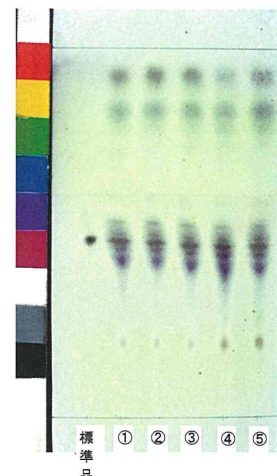
写真① Merck 製 (7cm展開)
R f 値：0.46
展開時間：15分



写真② Merck 製 (10cm展開)
R f 値：0.44
展開時間：28分



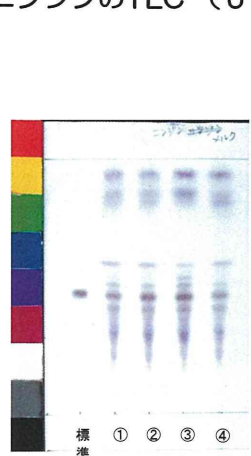
写真③ Wako 製 (7cm展開)
R f 値：0.50
展開時間：11分



写真④ Wako 製 (10cm展開)
R f 値：0.48
展開時間：18分

- ① 中国 (2010年 7月入手)
- ② 中国 (2008年 3月入手)
- ③ 中国 (2006年 12月入手)
- ④ 日本 (2008年 2月入手)
- ⑤ 日本 (2007年 3月入手)

ニンジンのTLC (JP16)



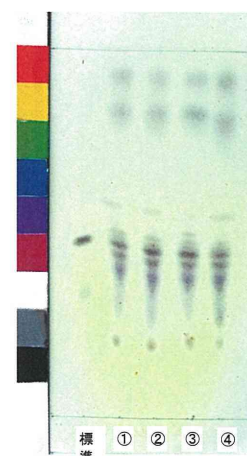
写真① Merck 製 (7cm展開)
R f 値：0.43
展開時間：14分



写真② Merck 製 (10cm展開)
R f 値：0.43
展開時間：28分



写真③ Wako 製 (7cm展開)
R f 値：0.49
展開時間：11分



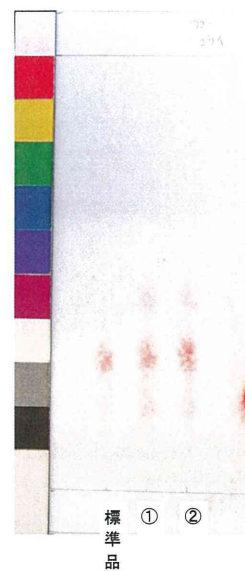
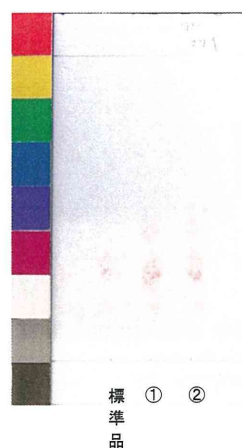
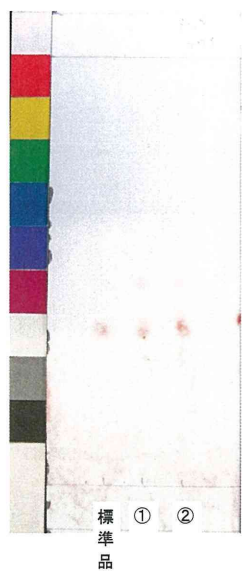
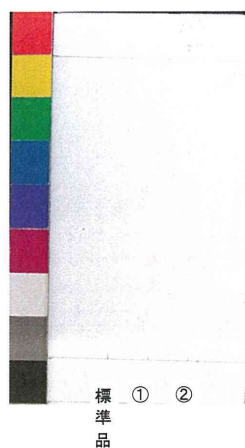
写真④ Wako 製 (10cm展開)
R f 値：0.47
展開時間：18分

- ① 中国 (2007年 7月入手)
- ② 中国 (2007年 7月入手)
- ③ 中国 (2006年12月入手)
- ④ 韓国 (2005年12月入手)

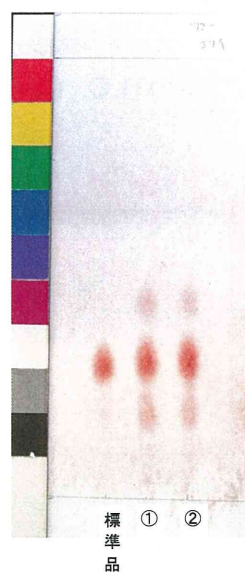
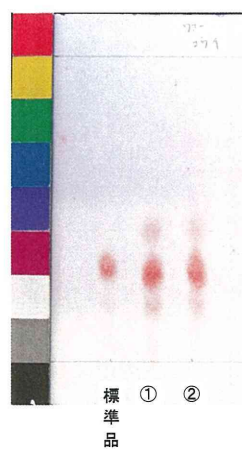
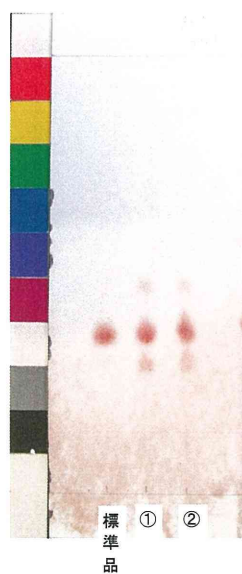
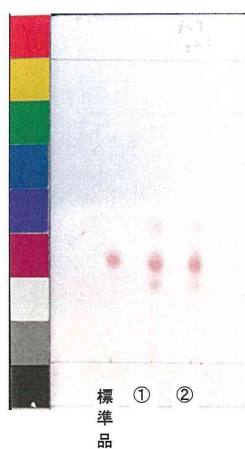
Fig. 9

コウイのTLC

JP16:105°Cで5分加熱



噴霧量・多十
105°Cで10分加熱



写真① Merck 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.33
展開時間 : 32分

写真② Merck 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.36
展開時間 : 54分

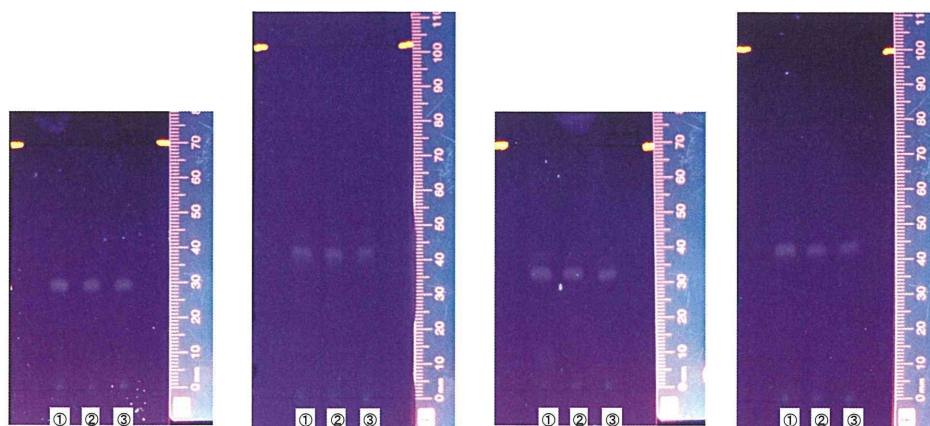
写真③ Wako 製 (7cm展開)
R f 値 : 0.31
展開時間 : 18分

写真④ Wako 製 (10cm展開)
R f 値 : 0.30
展開時間 : 32分

標準品 : マルトース水和物
① 産地不明 (入手年度不明)
② 産地不明 (入手年度不明)

Fig. 10

コウベイのTLC

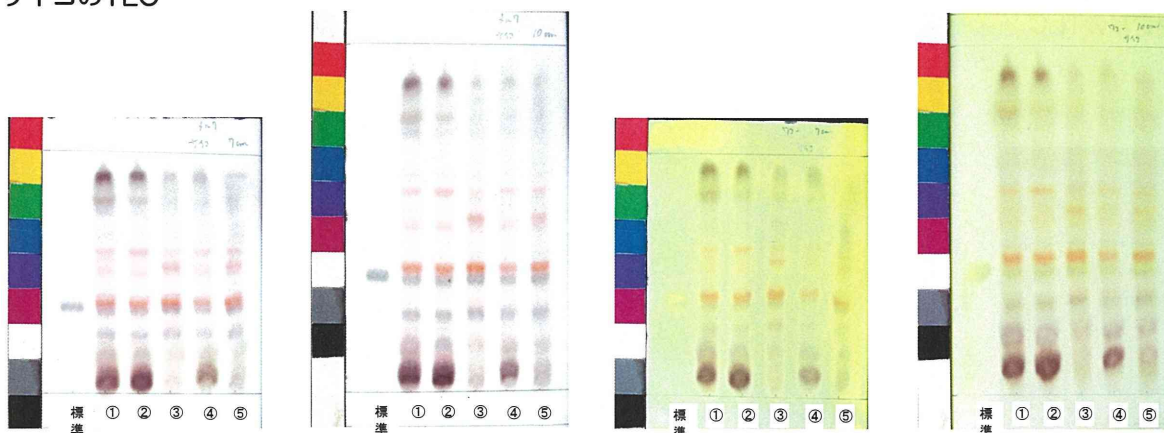


写真① Merck 製 (7cm展開) R f 値 : 0.40 展開時間 : 9分
 写真② Merck 製 (10cm展開) R f 値 : 0.42 展開時間 : 14分
 写真③ Wako 製 (7cm展開) R f 値 : 0.46 展開時間 : 6分
 写真④ Wako 製 (10cm展開) R f 値 : 0.44 展開時間 : 10分

- ① 岡山 (2010年産)
- ② 岩手 (2010年産)
- ③ 新潟 (2009年産)

JP16 : Rf値 0.3 付近 / 青紫色の蛍光を発するスポット

サイコのTLC



写真① Merck 製 (7cm展開) R f 値 : 0.36 · 0.40 (灰褐色 · 黄赤色) 展開時間 : 14分
 写真② Merck 製 (10cm展開) R f 値 : 0.33 · 0.37 (灰褐色 · 黄赤色) 展開時間 : 22分
 写真③ Wako 製 (7cm展開) R f 値 : 0.38 · 0.41 (灰褐色 · 黄赤色) 展開時間 : 9分
 写真④ Wako 製 (10cm展開) R f 値 : 0.36 · 0.42 (灰褐色 · 黄赤色) 展開時間 : 16分

- ① 日本 (2010年 5月入手)
- ② 中国 (2010年 3月入手)
- ③ 中国 (2010年 6月入手)
- ④ 中国 (2009年 5月入手)
- ⑤ 中国 (2006年 8月入手)

Fig. 11