

volunteer since this would be a good opportunity to popularize FHH itself by sharing its experience in the conference.

Prof. LIN commented that proposal was excellent. However, knowing that 249 conference of ISO would be about standardization and it was for non-governmental organisations only, he suggested that FHH should not officially consider itself to be an observer in this upcoming conference.

45. Dr. GODA said that he did not want to make a wrong decision and proposed to discuss this problem through email after the meeting and decide later. He believed that this problem was of concern to all members' future and wished to end all discussions in that current meeting. He asked all members for comments.

46. Dr. KANG stated that members' opinions was important and proposed to discuss further about this problem in the following meeting which would be hold in Korea next year.

47. Mr. PANG commented that consideration was important, knowing that the ISO conference was for "industrial encouragement purposes" and FHH concerns more of government issues.

48. Mr. LAW and Dr. VU agreed to make further discussion through emails.

IX. Standing Committee Meeting (Session 6)

Report of Sub-committee II - Quality Assurance and Information

49. The Chairman of Sub-committee II, Prof. Sang Kook LEE invited Dr. TRAN Viet Hung to present "Research on extraction, isolation and purification of natural compound to establish reference standards for quality control of materials and herbal medicines in Vietnam".

50. Prof. Sang Kook LEE introduced himself and presented "Standardization of Herbal Medicines Polygonum multiflorum (何首烏)"

51. Dr. Goda asked Prof. LEE if results from that report of were to go public by Internet. Prof. LEE replied that all results would be sent to FDA for confirmation before going public by the Internet.

52. Dr. LE Viet Dung noticed that Prof. Lee had used chemical reference standards for the identification of plant materials and wanted to know if he usually used other reference plant materials in the identification since Mr. LE usually face problem in interpreting results when using herbal matetial standard. He thought simple methods to identify quickly and exactly should be kept the beside the modern methods. He also added that a more effective solution of identification plant materials should be used, and in this case, the ADN technique. He asked Prof. LEE if this technique could be introduced in KP.

53. Prof. LEE agreed that this new ADN technique was new, modern and he had used this to perform chemical analysis. Up until that point, he had only used only 1 chemical marker and hoped that more than of one could be used to identify a certain herbal medicine. He had had high hope in this technique to be able to identify various kinds of herbal medicines so KP would be added with more entries, providing information to exchange with other organizations. However, he also had encountered some problems using reference drugs and CRS. He hoped that an information exchanging system could be established to answer frequently asked question about the new CRS's usage. Prof. LEE stated that this new technique was relevant to his project and surely, it would be added to KP in the future.

54. Dr. NGUYEN Bich Thu (Vietnam) asked Prof. LEE to tell about experiences to use herbal reference standards combined with CRS in the TLC test for identification and propose other reference material plants beside currently known CRS. Prof. LEE replied that was an interesting matter but it needed further discussion later.

X. Standing Committee Meeting (Session 7)

Report of Sub-committee III - Adverse Drug Reactions

55. The Chairman of Sub-committee III, Prof. LIN Ruichao invited Mr. Robert LAW and Ms CHOO Peck Lin to present "Alert system for Adulterated Herbal medicine of 2009 – 2010".

56. An attendee from the University of Iowa in US mentioned about the act of mixing western medicine into eastern medicine. He suggested reevaluating the standards of evaluation since the act could be done deliberately or undeliberately (western medicine was mixed into eastern medicine by sharing a same line of production...) and wanted to know if the authorities had recognized that problem and taken in into consideration.

57. Ms. CHOO Peck Lin shared that she was interested of reasons that why there had been western medicine into eastern medicine and confirmed there was 2 acts that eastern medicine mixing into western medicine.

58. Mr. Robert LAW shown he saw the paracetamol or clabendamide in eastern medicine that increase the treatment effects as the diabete disease or contamination in the production line, he explained that an undeliberatery act has result of test was much lower than that of deliberately. He also informed the high level of crom in hard content capsules due to it didn't produce from pure material (material only using in industry), the problems was warned to the traders or and users in Hong Kong.

59. Dr. Duc VU added the information about mixing gonatrophic substances into herbal medicines in homologous drug (ex. not sinaderfine but it was homologus sinaderfine), so that we must find the homologus substances and update the new methods to detect them.

60. Dr. TRAN Viet Hung also informed that Vietnam had found paracetamol and phytoheptadine in hard capsule shell 10 years ago, the product was imported from Malaysia and its name is Tangpugang.

61. Prof. LIN Ruichao highlighted the information exchange was necessary in FHH members. Such kind of adulterated medicines were always produced by bogus companies in various countries and collaboration between FHH members help each other to determine and solve the problem. He added that he could check the information involving to the companies in China if necessary.
62. Prof. LIN invited Prof. NGUYEN Van Hung to present “Traditional Herbs and Allergy”.
63. After his presentation Prof. NGUYEN Van Hung invited the delegates to attend the meeting of Vietnam clinical-pharmacy in Haiphong province in November 2013.
64. Dr. Duc VU said that Steven-Johnson symptom may be explored not only when treatment with many drugs as epilepsy, including eastern medicine but also in patients who have been allergic and asthma, because it was difficult to confirmed that the Steven-Johnson symptom had been caused by eastern medicine itself and/or by eastern medicine which had been mixed with eastern medicine or patients himself. He considered the matter was complicated.
65. Prof. LIN Ruichao shared that there was some herb medicine caused the allergic actions and the information exchanging between FHH members about this herbs is important.
66. Prof. LIN Ruichao invited Mr. YANG Lee to present “ADR Monitoring and administration in China (2011-2012) ”
67. Dr. Duc VU wanted to know if quality evaluation protocols which any TCM would have to pass to be approved in China resemble protocols for western medicine, since he had noticed that Mr. Yang Lee had an enormous amount of reports of ADR (800000 reports in slice 11) and half of that were about drinking medicine, and if all of reports were sent from hospitals, traders, manufacturers and the patients. Mr. YANG replied that they came to take reports if get ADR information.
68. Dr. NGUYEN Hoang Anh asked Mr. YANG if the ADR reports were to be sent to WHO. Mr. YANG replied that there are some reports are sent to WHO monitoring center in Uppsala.
69. Prof. LIN Ruichao invited Dr. NGUYEN Hoang Anh (Vietnam) to present “Pharmacovigilance practice of traditional medicine drugs: Challenges and perspectives of Vietnam”.
70. Dr. GODA wanted to know about the market share of herbal medicine over all pharmaceutical products in Vietnam. Ms. TU Viet Lan from Drug Administration of Vietnam replied that Vietnam imported 40 000 to 64 000 tons of herbal material per year from China. However, only 20000 tons of those would be used for making medicine, the rest would be used to make supplementary food. In conclusion, herbal medicine had a market share of 10% over all pharmaceutical products in Vietnam.
71. GODA commented that only 1,8% of ADR reports were from herbal medicine, which was quite small comparing to Japan. He suggested Vietnam completing its ADR system. Dr. NGUYEN Hoang Anh replied that Vietnam had recognized this as a big challenge. He thought that the reason of its administration receiving a low quantity of

ADR report was the lack of awareness among healthcare providers and patient. And also, he said when an ADR happened, doctors would not suspect the cause being traditional medicine since in Vietnam, generally, traditional medicine was considered safe to use. Because of that, he thought Vietnam's work of increasing awareness of the community was very important.

72. Dr. VU had a question about a diagram on slide 12 which has shown that the number of ADR reports which had been received was only 2% of how it should have been. In America and China, the number of ADR report was very high. He wanted to know with that situation, what was Vietnam ADR monitoring center's requirements to pharmaceutical companies regarding their ADR reports sending. Dr. Hoang Anh replied that requirements had been decided by the Ministry of Health in 2009. Also, his colleagues in Drug Administration of Vietnam (DAV) had their own standard protocol for reporting and sending drug safety issues to regulatory agencies. In his slide, he had forgot to mention that in his report that he had only received 150 ADR reports but none of them were related to traditional medicine. This problem in his opinion can only be solved by law.

73. Prof. Sang Kook LEE asked Dr. Hoang Anh about slide 19 in which he mentioned the stop of registering products containing *Acorus* species. He wondered if the information had been sent to WHO and other countries. He said that those plants had been using in Korea now. Dr. Hoang Anh transferred the question to DAV representative.

74. Dr. GODA commented that everyone know these species contained beta asarone but he did not think it was so important. An attendee from Drug Administration of Vietnam (DAV) replied that this decision was base on the information from EMA. Dr. Duc VU commented that in his understanding the reason that make EMA to cancel all the registrations of asarone containing products was those plants also contained aristolochic acide.

75. Dr. KANG wanted Dr. Hoang Anh to explain more about the term "rational use". Dr. Hoang Anh replied that this is the 2nd goal of Vietnam's policy on drug, Rational use is the definition from WHO and it means 2 points: effectiveness and drug safty.

76. Prof. LIN Ruichao asked about the number of staffs in Vietnam ADR centre, Dr. Hoang Anh replied there were 14 staffs but 3 of them work part-time.

XI. Any other business

Appointment of the next member party for coordinating FHH and FHH Secretariat

77. Dr. NGUYEN Van Thanh, representative of Vietnam stated that a rotating coordinating member system was being used for holding the Standing Committee Meeting and its operations for a term of two years. And since Vietnam had finished its term, he introduced Dr. Robert LAW to operate the selective coordinate action for next 2 years. Dr. LAW as representative of the FHH members thanked Vietnam for the role of coordinating and well held the FHH standing committee meeting of 2011 – 2012, Dr. LAW invited Singapore to be the coordinating member party of 2013-2014 and

take up the role of FHH Secretariat, FHH members all agreed with Dr. Law's suggest above.

78. Mr. PANG Tit Keong was greatly attended in FHH meeting and learned so much about traditional medicine, he said Singapore is proud to take up the role of FHH coordinating member and secretariat of 2013 -2014 and hope to receive support from FHH members.

79. Dr. GODA thanked Vietnam and Singapore and suggested Singapore should hold the international meeting to attract more countries coming to meeting.

XII. Closing Remarks

80. Mr. NGUYEN Van Thanh delivered a closing remark to thank the members for their commitment and contribution to make the meeting a success.

81. The meeting was adjourned at 1300 hours on 28 November 2012.

生薬の薄層クロマトグラフィー試験法に関する研究

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、代表的なクロマトグラムを集積しその情報を活用するために、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、データ収集を行うとともに、そのデータに基づいて現行法の問題点とその解決策の検討を行った。今年度検討した26品目の生薬のTLCによる試験のうち、アラビアゴム、コウイ、ゴマ、ゴミシ、サンシシ、ゼンコ、センブリ、ソヨウ、ダイオウ、ニクズク、ニンドウ、ブシ、ボタンピについては、展開距離を7 cm とするとともに、何らかの問題点が明らかになったものに関してはそれを解決するための試験条件の変更を検討して試験法の改正案を作成した。また、ソウジュツ並びにビャクジュツの新たなTLCによる確認試験法案を作成するとともに、サンシュユについても試験法の改正案を作成した。更に、これらの試験法案を日本薬局方原案審議委員会生薬等委員会に提案した。これらの改正案は、日本薬局方の信頼性の向上と日本で用いられる生薬の品質の確保に貢献することが期待される。

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 株式会社ツムラ生産本部
菊地祐一 株式会社ツムラ生産本部
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 救心製薬株式会社山梨工場技術研究部
高谷和宏 和光純薬株式会社試薬事業部
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

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

山田裕子 和光純薬株式会社試薬開発本部
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)を検出する方法を主として採用しており、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る。

本研究では、日本薬局方生薬各条に規定されたTLCによる確認試験を実際に行った際のTLC画像データを収集し、そのデータに基づいて各試験法の問題点を検討し、問題がある場合は、確認試験条件の改良を検討する。また、確認試験の迅速な実施を図るため、TLCの展開距離を10 cmから7 cmに変更可能かの検討も行なう。

今年度は、生薬各条に規定されたTLCによる確認試験の実施結果に基づいて、その問題点を検討し、必要に応じて改良案を作成した。

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、日本薬局方の生薬各条に規定されたTLCによる確認試験を実施して、その問題点等を検討した。薄層板としては、メルク社製並びに和光純薬工業社製の市販プレートを用い、10 cmと7 cmの展開結果を比較した。今年度検討した生薬は、アラビアゴム、オウヒ、ガイヨウ、ケイガイ、コウイ、ゴマ、ゴミシ、サンザシ、サンシシ、サンシュユ、ジオウ、ゼンコ、センソ、センブリ、ソヨウ、ソウジュツ、ダイオウ、トウガラシ、トウヒ、ニクズク、ニンドウ、バクガ、ビャクジュツ、ブシ、ボタンピ、ユウタンである。

C. 研究結果

1. TLCプレートが指標成分のRf値に与える影響

今年度検討した生薬の確認試験における指標

成分のRf値の実測値の平均をTable 1に示す。標品を同時に展開しない確認試験では、指標成分のRf値が日局に記載されているが、今回検討した品目の中では、バクガの指標成分のRf値が日局記載の値と度異なっており、日局記載のRf値を0.4から0.45に変更する必要があるものと思われた。

メルク社製のプレートと和光純薬社製プレートとの差に関しては、これまでの研究¹⁾で明らかになっている通り和光純薬社製のプレートでRf値が大きくなる傾向にあり、特に酸性であるクロロゲン酸を検出するニンドウの確認試験で、指標成分のRf値に大きな差が見られた。

2. 生薬の確認試験条件の再検討

今回検討した品目のTLCによる試験のうち、何らかの変更が必要と考えられた品目については改善策を検討し、適切な改善策が見出せた品目については変更案を作成して日本薬局方原案審議委員会生薬等委員会に提案した。

(1) 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かったことから、溶媒を再検討した結果、アセトン/水混液(9:1)から酢酸エチル/メタノール/酢酸(100)/水混液(12:3:3:2)に変更することで、良好な分離が得られた。また、発色時の加熱時間が3分を超えると色が焦げてくることから、加熱は2分間とするのが適当であった。展開距離を7 cmとして、改正案を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案:本品の粉末1gに水25mL及び硫酸1mLを加え、還流冷却器を付け、沸騰水浴中で60分間加熱する。冷後、無水炭酸ナトリウム2.0gを穏やかに加え、その液1mLにメタノール9mLを加えてよく混和し、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にD-ガラクトース10mgを水1mLに溶かし、メタノールを加えて10mLとし、標準溶液(1)とする。L-アラビノース及びL-ラムノース一水和物についてそれぞれ同様に操作し、標準溶液(2)及び標準溶液(3)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、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3) 2 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/酢酸(100)/水混液(12:3:3:2)を展開溶媒として約7cm展開した後、薄層板を風乾する。これに1-ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し、105℃で2分間加熱するとき、試料溶液から得た3個のスポットは、標準溶液のD-ガラクトース、L-アラビノース及びL-ラムノースの各スポットと色調及び R_f 値が等しい。(Fig. 1)

(2) コウイ

発色試薬の噴霧量と加熱時間について検討した。その結果、展開溶媒に含まれる酢酸が残存していると発色が悪く、検出が困難になる場合があることが判明した。そこで、検出試薬を噴霧する前に105℃、5分間乾燥し、噴霧用2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム・メタノール試液を均等に噴霧した後、105℃、10分間加熱する方法に変更することとし、改正案を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：本品0.50gを正確に量り、水/メタノール混液(1:1)に溶かして正確に50mLとし、試料溶液とする。別にマルトース水和物20.0mgを正確に量り、水/メタノール混液(1:1)に溶かして正確に5mLとし、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 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互いに等しい直径の円形状にスポットする。次に2-ブタノン/水/酢酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約7cm展開した後、薄層板を105℃で5分間乾燥する。これに噴霧用塩化2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム・メタノール試液を均等に噴霧し、105℃で10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、標準溶液から得たただい色(だい)のスポットと色調及び R_f 値が等しく、そのスポットは、標準溶液から得たスポットより大きく、かつ、濃い。(Fig. 2)

(3) ゴマ

試験法として特には問題ない。展開距離を7cmとした改正案を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：本品をすりつぶし、その1.0gをとり、メタノール10mLを加え、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セサミン1mgをメタノール5mL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。次にヘキサン/酢酸エチル/酢酸(100)混液(10:5:1)を展開溶媒として約7cm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、標準溶液から得た褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。(Fig. 3)

(4) ゴミシ

現行の「水浴上、3分間振り混ぜながら加温」ではなく室温での振盪抽出でも変わりなく指標成分が検出可能であることが報告されたが、現行の方法で問題なく実施できることから、抽出方法についての変更はせず、展開距離を7cmに変更した改正案を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：本品の粉末1.0gにメタノール10mLを加え、水浴上で3分間振り混ぜながら加温し、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ィー用シザンドリン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(蛍光剤入り)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/酢酸(100)混液(10:10:1)を展開溶媒として約7cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)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紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。(Fig. 4)

(5) サンシシ

展開溶媒として酢酸エチル/エタノール/水(20:3:2)を用いた方が現行よりもスポットのまとまりが良いことが報告されたが、現行の条件でも問題なく指標成分であるゲニポンドを検出できることから変更せず、展開距離を7cmとした改正案を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：本品の粉末（本品）1.0g にメタノール 20mL 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ィー用ゲニポシド 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/メタノール混液(3:1)を展開溶媒として約 7cm 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 $^{\circ}$ C で 10 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、標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。(Fig. 5)

(6) サンシュユ

展開距離 7 cm では指標成分であるロガニンとその下のスポット（モロニシド）が分離しないため、10 cm 展開が必要である。また、試料調製について粗切ではなく粉末のほうが良いのではないかとの意見が出たが、粘性が高く粉末にするのは困難であることから現行のままとした。色調については加熱時間によって発色が異なるため、色調は記載せず、「このスポットの直下にやや異なる色調のスポットを認める」を加える改正案を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：本品の粗切 1g にメタノール 10mL を加え、5 分間振り混ぜた後、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ロガニン 1mg をメタノール 2mL 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 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/水/ギ酸混液(6:1:1)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 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 $^{\circ}$ 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、標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい。さらに、その直下に、やや色調の異なるスポットを認める。(Fig.

6)

(7) ゼンコ

基原植物によって(1) 白花前胡(*Peucedanum praeruptorum*)と(2) 紫花前胡(ノダケ *Angelica decursiva*)があり、各々試験法が異なる。市場品の主流は白花前胡である。(1)、(2) 両方の試験で指標スポットが出るものもあるが、試験法自体には問題がない。(1)、(2)ともに「標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい」とし、展開距離を 7 cm とした改正案を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：(1) (*Peucedanum praeruptorum* Dunn) 本品の粉末 1g にメタノール 10mL を加え、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(±)ープラエルプトリン A 1mg をメタノール 1mL に溶かして標準溶液とする。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 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。次にジエチルエーテル/ヘキサン混液(3:1)を展開溶媒として約 7cm 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、標準溶液から得た蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい。(Fig. 7a)

(2) (*Angelica decursiva* Franchet et Savatier) 本品の粉末 1g にメタノール 10mL を加え、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ノダケニン 1mg をメタノール 1mL に溶かして標準溶液とする。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 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(12:2:1)を展開溶媒として約 7cm 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、標準溶液から得た蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい。(Fig. 7b)

(8) センソ

Wako 製プレートだとスポットがにじむ。現行法は試料 1 g をアセトン 10 mL で抽出する方法であるが、高価な生薬であることや粉末にすることの危険性があることから、試料量を減らす方向で検討を行なった。試料採取量 0.3 g、溶媒量 3 mL とし、標品のレジブフォゲニン 1 mg をアセトン 1 mL に溶解とすることが提案された。ここで、日局の条文では「標準溶液から得られた青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい」となっているが、試料のスポットの色調が若干異なることが指摘され、色調の記載を残すことを前提として、標準品の濃度と試料溶液の濃度が等しくなるようスポット量や試料採取量を再度検討し、改定案を作成した。なお、分離を確保するため、展開距離は 10 cm が必要である。

(9) センブリ

以下に示す確認試験改定案について検討を行った。指標成分であるスウェルチアマリンの色調についてはランプにより見え方が異なることが報告された。本試験では標品を用いていることから、スポットの色の記載は「色調および R_f 値が等しい」とすることとして、改定案を生薬等 (B) 委員会へ提案した。

確認試験案：本品の粉末 (本品) 1g にエタノール (95) 10mL を加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にスウェルチアマリン標準品 2mg をエタノール (95) 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ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (混合蛍光剤入り) 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/水混液 (6:4:3) を展開溶媒として約 7cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (広域波長) 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 スポット と色調及び R_f 値が等しい。 (Fig. 8)

(10) ソヨウ

標準品であるペリラルデヒドが出にくいのが、これは揮発性が高くまた分解しやすいことが原因であると考えられる。試験法自体には問題ない

ことから、展開距離を 7 cm に変更する改正案を生薬等 (B) 委員会へ提案した。

確認試験案：本品の粉末 0.6g にジエチルエーテル 10mL を加え、15 分間振り混ぜた後、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ペリラルデヒド 1mg をメタノール 10mL 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 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。次にヘキサン/酢酸エチル混液 (3:1) を展開溶媒として約 7cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液を均等に噴霧し、105°C で 2 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、標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。 (Fig. 9)

(11) ダイオウ

従来の確認試験は、指標成分としてセンノシドを用いていたが、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するとともに、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。

この検討を基に作成された確認試験改良案について追試を行ない、問題なく実施できることを確認した。改定案を生薬等 (A) 委員会に提案した。

確認試験案：本品の粉末 1.0 g をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 10 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レイン 1 mg をアセトン 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スポットと色調及び R_f 値が等しい。また、薄層板に炭酸ナ

トリウム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、標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。 (Fig. 10)

(12) トウガラシ

現行の試験法は 12 cm 展開でやや R_f 値が大き
い上、試料濃度が濃くカプサイシンの上にある物
質に押されたようなスポット形状になっている
(Fig. 11)。カプサイシン含量を定量しているの
で、指標成分を変更する(例えばカプサンチンの
脂肪酸エステル)ことも含めて検討を継続中であ
る。

(13) ニクズ

現行の希硫酸による検出では感度が若干悪い
ため、4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液に
変更してはとの提案があったが、現行でも問題
なく検出できているため、そのままとした。なお、
本試験法は標準品を同時に展開しているため、色
調の記載を外し、「標準溶液から得たスポットと
色調及び R_f 値が等しい」として、展開距離を 7 cm
とする改正案を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：本品の粉末 1g にメタノール 5mL を
加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、
ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマ
トグラフィー用ミリスチシン 2mg をエタノール
(95)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。次にヘキサン/
アセトン混液(9:1)を展開溶媒として約 7cm 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。(Fig. 12)

(14) ニンドウ

クロロゲン酸およびロガニンを指標成分とし
て検出しているが、2 つとも標品を同時に展開し
ているので、色調の記述を除き「標準溶液から得
たスポットと色調及び R_f 値が等しい」として、
展開距離を 7 cm とする改正案を生薬等(B)委員会
へ提案した。

確認試験案：本品の粉末 1g にメタノール 5mL
を加え、5 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
ー用クロロゲン酸 1mg をメタノール 2mL に溶かし、
標準溶液(1)とする。また、薄層クロマトグラフィ
ー用ロガニン 1mg をメタノール 2mL に溶かし、
標準溶液(2)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、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10 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/水/ギ酸混液(6:1:1)を展開溶媒として約
7cm 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(1)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。また、薄層板に 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(2)から得たスポットと色調及び R_f
値が等しい。(Fig. 13)

(15) バクガ

Wako 社製 TLC プレートでは上にあるスポット
によって、指標となるプロリンのスポットが押し
下げられてしまう。上にあるスポットはアミノ酸
(ニンヒドリンを噴霧して発色させるとアミノ
酸が多く検出される)であり、検出試薬を工夫す
ることにより、プロリンを特異的に発色させてい
る。試験法自体には問題はないが、今回の検討で
は R_f 値 0.45 付近にプロリンのスポットが認めら
れることから、日局記載の R_f 値 0.4 付近を 0.45
付近に変更する改正案を生薬等(B)委員会へ提案
することとした。

(16) ビャクジュツ (純度試験)

現行の純度試験の条件では、ビャクジュツの試
料溶液でアトラクチロジンと同じ R_f 値に、色調
は異なるもののスポットが認められ、標準品を同
時展開していないため、紛らわしい。そこで、分
離条件・検出方法について検討を行った結果、ヘ
キサン/酢酸エチル混液(100:1)においてアト
ラクチロジンと同じ R_f 値にスポットがないこと
が確認された。この条件でビャクジュツの確認試

験の対象成分となっているアトラクチロンが検出できることから、確認試験と純度試験を同時に行う試験法が可能である。

この試験法案の濃度ではソウジュツの混入は1%以上で検出可能である。

確認試験案：本品の粉末(本品) 2.0g をとり、ヘキサン 5mL を正確に加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、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 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(100)混液(10:1)を展開溶媒として約 7cm 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 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、 R_f 値 0.6 付近に赤紫色のスポットを認める。

純度試験案：確認試験を準用して試験を行うとき、 R_f 値 0.6 付近の赤紫色のスポットの直下 R_f 値 0.5 付近に灰緑色のスポットを認めない。(Fig. 14)

(17) ソウジュツ

ビャクジュツの純度試験の検討において提案された TLC 条件で、ソウジュツの指標成分であるアトラクチロジンが良好に検出されることから、現在確認試験が規定されていないソウジュツの確認試験として、この TLC 法を利用することとし、この試験法を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：確認試験 本品の粉末(本品) 2.0 g をとり、ヘキサン 5mL を正確に加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、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 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(100)混液(10:1)を展開溶媒として約 7cm 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 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、 R_f 値 0.5 付近に灰緑色のスポットを認める。(Fig. 15)

(18) プシ

標品としてスポットするベンゾイルメサコニン塩酸塩の濃度が薄いと指摘があったことか

ら、現行の2倍の濃度である、「ベンゾイルメサコニン塩酸塩 1 mg をエタノール(99.5) 5 mL に溶かす」こととしたところ、問題なく標品が検出できた。なお、亜硝酸ナトリウム試液は用時調製試薬であるが、亜硝酸ナトリウム自体が古いと発色が悪くなる。標準溶液濃度を2倍とし、展開距離を7 cmとした改正案を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：本品の粉末 3g を共栓遠心沈殿管に入れ、ジエチルエーテル 20mL 及びアンモニア試液 2mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。この上澄液を減圧で蒸発乾固し、残留物をジエチルエーテル 1mL に溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ベンゾイルメサコニン塩酸塩 1mg をエタノール(99.5) 5mL 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 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/エタノール(99.5)/アンモニア水(28)混液(40:3:2)を展開溶媒として約 7cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウム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。(Fig. 16)

(19) ボタンピ

現行の標準溶液の濃度(1 mg/10 mL を 10 mL スポット)が薄すぎるため、濃度を5倍(1 mg/mL を 5 mL スポット)とし、溶解する溶媒もメタノールから試料調製と同じヘキサンに変更することが提案され、指標成分を良好に検出できたことから、この改正案(展開距離は 7 cm)を生薬等(B)委員会へ提案した。

確認試験案：本品の粉末(本品) 2.0g にヘキサン 10mL を加え、3 分間振り混ぜた後、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ペオノール 1mg をヘキサン 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ィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラ

フィー用シリカゲル(蛍光剤入り)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7cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)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、標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい。(Fig. 17)

(20) ユウタン

現行法ではスポットのまとまりが悪く、Wako社製プレートではスポットが流れる場合があることが指摘された(Fig. 18)。これは現行の条件がオーバーチャージ気味であるとともに、酢酸が多い展開溶媒〔酢酸(100)/トルエン/水混液(10:10:1)〕に起因するものと考えられた。そこで検討の結果、試料および標準溶液のスポット量を減らし(5 mLから2 mL)、展開溶媒は酢酸エチル/メタノール/ギ酸混液(12:2:1)が最適であった。さらに検出感度を上げるため噴霧試薬についても検討し、噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液が最適であった。また、本試験法は同一条件下でグリココール酸ナトリウム及びブタ胆汁末を標準溶液とすることによって、純度試験も兼ねることが可能であり、ユウタンからは検出されないグリココール酸およびブタ胆汁末に検出される R_f 0.6付近の2つあるスポットの内、下のスポット(グリコヒオデオキシコール酸)を認めないことによって他の動物胆の混入を試験できる(Fig. 19)。

しかし、この方法はMerck社製プレートでは実施できるのに対し、Wako社製プレートではタウロウルソデオキシコール酸の R_f 値が小さく、テーリングするので判定が困難であった。

ユウタンについては、確認試験と純度試験を同じ条件を実施することは無理があると考えられることから、17局に向けてトルエンを使わない方向で確認試験と純度試験を分けることも含めて再検討することとした。

3. FHHの場での情報収集

Western Pacific Regional Forum for the Harmonization of Herbal Medicines (FHH)の第10回 Standing Committee Meeting が、2012年

11月27-28日に、ベトナムのハノイ市で開催された。この会議には、中国、香港、日本、韓国、シンガポール、カナダ、ベトナム並びにWHOの代表が参加し、西太平洋地域内での生薬に関する国際調和をテーマに討議が行われた。セッションの概略をTable 2に示す。会議では、各国/地域での生薬に関連する規制等の最新情報が発表され、質疑討論が行われた。日本からは、本研究班での検討をもとに提案され、日本薬局方に取り入れられたTLCによる生薬の確認試験法の変更を含む、この1年での日本薬局方に関する変更点等が発表された。この会議は、日本と共通した多くの生薬を使用している中国、韓国、香港などの状況を把握し、これらの国々と協調して生薬を有効に利用して行く上で、非常に重要なものである。

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。本研究では、昨年度に引き続き生薬の確認試験を日常的に行っている生薬関連会社で行われたTLCによる生薬の確認試験のクロマトグラムを基にして、現行の確認試験法の問題点を整理し、これを解決するための試験法の検討を行った。

今年度は26品目の生薬のTLCによる確認試験並びに純度試験を検討し、17品目の確認試験について、改正案を作成して日本薬局方原案審議委員会に提案した。今年度検討した品目の中には、問題点が指摘されたものの試験法の改正案の作成に至らなかった品目もある。これらの品目については、今後も引き続き検討を行う必要がある。

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、試験法の問題点を検討するために、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、データ収集を行ない、得られたクロマトグラムに基づいて、試験法の問題点並びにその解決法の検討を行った。今年度検討した26品目の生薬のうち、何らかの問題点が

明らかになった生薬については、問題点を解決するための試験条件の変更を検討し、適切な改善策を見出せたものに関しては改正案を作成して、日本薬局方原案審議委員会生薬等委員会に提案した。これらの改正案は、日本薬局方の信頼性の向上と日本で用いられる生薬の品質の確保に貢献することが期待される。

(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. 研究発表等

1. 第十六改正日本薬局方医薬品各条生薬等の確認試験及び純度試験に規定されている薄層クロマトグラフィーの試験条件及びRf値, (財)日本公定書協会編集, 第十六改正日本薬局方, 資料2, pp. 11-16, じほう (2012).

G. 知的財産権の出願・登録状況

なし

Table 1 Rf値の比較

生薬名	溶媒系	A社				B社				C社				D社				E社				F社				G社				H社				平均				日局記載 標品/Rf値
		M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	
アラビアゴム	酢酸エチル/メタノール/酢酸 (100)/水混液(12:3:3:2)												0.27	0.27																						ガラクトース		
														0.35	0.36																					アラビノース		
															0.49	0.53																					ラムノース	
オウヒ	酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100)混液(20:20:1)	0.44		0.40						0.48	0.46		0.46	0.43							0.43	0.40	0.48	-	0.44	-	0.49	0.41	0.46	0.42					0.5(サクラネチン)			
ガイヨウ (確認試験)	酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100)混液(20:10:1)	0.51		0.52						0.50	0.49										0.47	0.44						0.47	0.48	0.49	0.48					ウンベリフェロン		
		0.36		0.31						0.34	0.33											0.33	0.31						0.31	0.32	0.34	0.32					スコボレチン	
ガイヨウ (純度試験)	酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100)混液(20:10:1)	0.49		0.44																	0.45	0.43	0.42	-	0.42	-	0.45	0.49	0.45	0.45					アルテミシア・アルギイ(0.5付 近の緑色蛍光)			
ケイガイ	ヘキサン/酢酸エチル混液 (3:1)	0.51		0.51						0.57	0.52		0.51	0.53							0.53	0.53	0.54	-	0.54	-			0.53	0.53					0.5(青色蛍光:プレゴン)			
		0.14		0.11						0.14	0.10		0.13	0.14								0.11	0.13	0.13	-	0.11	-			0.13	0.12					0.1(黄色蛍光:ウルソール酸)		
コウイ (5分間加熱)	2-ブタノン/水/酢酸(100) 混液(3:1:1)	0.31		0.25																																マルトース水和物		
ゴマ	ヘキサン/酢酸エチル/酢酸 (100)混液(10:5:1)	0.39	0.38	0.38	0.37					0.40	0.44	0.38	0.41								0.38	0.46	0.37	0.44	0.40	0.38	0.36	0.41			0.39	0.42	0.37	0.41	セサミン			
ゴミシ	酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100)混液(10:10:1)	0.33	0.32	0.29	0.27					0.30	0.31	0.30	0.30	0.30	0.32	0.30	0.30	0.31	0.32	0.27	0.28	0.33	0.31	0.36	0.38	0.29	0.28	0.27	0.26	0.36	0.30	0.27	0.27	0.32	0.31	0.29	0.29	シザンドリ
サンザシ	酢酸エチル/2-ブタノン/水/ギ 酸混液(5:3:1:1)	0.47	0.47	0.49	0.50																0.53	0.59	0.57	0.60	0.49	0.50	0.50	0.52	0.44	0.47	0.50	0.49	0.49	0.51	0.52	0.53	ヒペロシド	
サンシシ	酢酸エチル/メタノール混液 (3:1)	0.40	0.36	0.43	0.38					0.38	0.36	0.40	0.38	0.44	0.44	0.44	0.44				0.48	0.42	0.45	0.42	0.40	0.38	0.38	0.39	0.36	0.35	0.36	0.35	0.41	0.38	0.41	0.39	ゲニポシド	
サンシュユ	酢酸エチル/水/ギ酸混液 (6:1:1)	0.30	0.32	0.28	0.31					0.36	0.38	0.33	0.38	0.34	0.37	0.33	0.37	0.33	0.36	0.30	0.30	0.32	0.34	0.35	0.36	0.34	0.31	0.31	0.30	0.33	0.35	0.29	0.31	0.33	0.35	0.31	0.33	ログニン
乾ジオウ	2-プロパノール/水/メタノ ール混液(3:2:2)	0.50		0.51						0.50	0.52		0.52	0.56							0.54	0.54	0.51	-	0.52	-	0.48	0.50	0.51	0.53					スタキオース			
熟ジオウ	2-プロパノール/水/メタノ ール混液(3:2:2)	0.65		0.63						0.68	0.65		0.53	0.57							0.64	0.65	0.60	-	0.59	-	0.63	0.64	0.62	0.62					果糖			
		0.45		0.50						0.49	0.51		0.67	0.69								0.49	0.52	0.42	-	0.46	-	0.44	0.49	0.49	0.53					マンニトリオース		
ゼンコ(1)	ジエチルエーテル/ヘキサン 混液(3:1)	0.30	0.27	0.26	0.26					0.29	0.28	0.28	0.26								0.31	0.32	0.31	0.30	0.30	0.28	0.29	0.27			0.30	0.29	0.29	0.27	(±)-プラエルブリンA			
ゼンコ(2)	酢酸エチル/メタノール/水混 液(12:2:1)	0.33	0.30	0.32	0.29					0.31	0.33	0.31	0.30								0.33	0.33	0.33	0.36	0.33	0.33	0.33	0.32			0.33	0.32	0.32	0.32			ノダケニン	
センソ	シクロヘキサン/アセトン (3:2)					0.34	0.34	0.40	0.39																												レジブフォゲニン	
センブリ	酢酸エチル/1-プロパノール /水(6:4:3)			0.49																							0.51	0.53		0.49			0.50				スウェルチアマリン	
ソヨウ	ヘキサン/酢酸エチル混液 (3:1)	0.48	0.46	0.46	0.43					0.50	0.49	0.48	0.50	0.47	0.48	0.46	0.47				0.49	0.49	0.49	0.50	0.50	0.48	0.46	0.46	0.47	0.52	0.43	0.47	0.49	0.49	0.46	0.47	ベリルアルデヒド	
ソウジュツ (確認試験)	ヘキサン/酢酸(100)混液(10: 1)	0.61		0.58																																	アトラクチロン	
		0.50		0.44						0.50	0.41		0.47	0.41								0.52	0.43	0.47	-	0.48	-	0.50	0.47	0.49	0.44					0.5(灰緑色:アトラクテロジン)		
ダイオウ (確認試験)	酢酸エチル/メタノール/水 (20:3:2)	0.29		0.37									0.27	0.44	0.30	0.43										0.26	0.35	0.29	0.38	0.28	0.39					レイン		
ダイオウ (純度試験)	ギ酸エチル/2-ブタノン/ギ酸/ 水(10:7:1:1)												0.30	0.31	0.30	0.32	0.33	0.33												0.30	0.32	0.32	0.33					ラボチンシ
トウガラシ (12cm展開)	酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100)混液(10:10:1)																																				(E)-カプサイシン	
トウヒ	酢酸エチル/エタノール(99.5) /水混液(8:2:1)	0.43	0.36	0.39	0.40																0.47	0.41	0.46	0.47	0.39	0.38	0.40	0.38	0.40	0.40	0.40	0.40	0.42	0.39	0.41	0.41	ナリンギン	

Table 1 (continued)

生薬名	溶媒系	A社				B社				C社				D社				E社				F社				G社				H社				平均				日局記載 標品/Rf値
		M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	M7	M10	W7	W10	
ニクズク	ヘキサン/アセトン混液(9:1)	0.41	0.39	0.41	0.41																	0.43	0.35	0.40	0.39	0.44	0.39	0.46	0.43	0.44	0.4	0.43	0.43	0.43	0.48	0.43	0.42	ミリスチシン
ニンドウ	酢酸エチル/水/ギ酸混液(6:1:1)	0.46	0.47	0.54	0.54																	0.43	0.46	0.54	0.56	0.44	0.46	0.54	0.57	0.46	0.50	0.53	0.58	0.45	0.47	0.54	0.56	クロゲン酸
		0.36	0.37	0.33	0.33																	0.30	0.34	0.31	0.34	0.33	0.35	0.33	0.35	0.36	0.40	0.33	0.40	0.34	0.37	0.33	0.36	ロガニン
バクガ	メタノール/水/酢酸(100)混液(8:1:1)	0.42		0.42						0.45	0.52			0.47	0.51							0.46	0.46			0.46	-	0.44	-	0.42	0.43			0.45	0.46			0.4(プロリン)
ビャクジュツ(純度試験)	ヘキサン/アセトン混液(7:1)			0.53	0.54																	0.49	0.46	0.54	0.52													0.3~0.6に緑色~灰緑色のスポットなし(アトラクチロジン)
ビャクジュツ(確認試験案)	ヘキサン/酢酸(100)混液(10:1)	0.61		0.60										0.61	0.57							0.65	0.60			0.59	-	0.60	-					0.62	0.59			0.6(赤紫色:アトラクチロン) 0.5に灰緑色スポットなし(アトラクチロジン)
		-		-						-	-			-	-							0.52	0.44							0.49	0.46							
ブシ	酢酸エチル/エタノール(99.5)/アンモニア水(28)混液(40:3:2)	0.47	0.43	0.39	0.36					0.42	0.43	0.33	0.39	0.36	0.37	0.34	0.37					0.45	0.42	0.44	0.40	0.43	0.43	0.51	0.41	0.43	0.42	0.36	0.36	0.43	0.42	0.40	0.38	ベンゾイルメサコニン塩酸塩
ポタンビ	酢酸エチル/ヘキサン混液(1:1)	0.58	0.52	0.55	0.51					0.55	0.54	0.55	0.54	0.47	0.48	0.46	0.47					0.61	0.61	0.66	0.63					0.53	0.53	0.56	0.55	0.55	0.54	0.56	0.54	ペオノール
ユウタン	酢酸(100)/トルエン/水混液(10:10:1)	0.18	0.19	-	-																	0.19	0.17	-	-	0.20	0.20	0.19	0.17					0.19	0.19			タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム
		0.26	0.28	0.29	0.30	0.24	0.28	0.27	0.30													0.28	0.23	-	-									0.26	0.26			グリコロール酸ナトリウム
		0.33	0.34	0.37	0.37	0.31	0.34	0.34	0.36													0.32	0.26	-	-									0.32	0.31			ブタ胆汁末
ユウタン(確認試験案)	酢酸エチル/メタノール/ギ酸混液(12:2:1)	0.11		0.04		0.14		0.09														0.17	0.08			0.16	-	0.07	-					0.15	0.07			タウロウルソデオキシコール酸
ユウタン(純度試験案)	酢酸エチル/メタノール/ギ酸混液(12:2:1)	0.36		0.37		0.37		0.36														0.44	0.46			0.39	0.40							0.39	0.40			グリコロール酸
		0.51		0.51		0.51		0.51														0.57	0.58			0.55	0.56							0.54	0.54			ブタ胆汁末下 ブタ胆汁末上
		0.56		0.56																						0.61	0.60											

Table 2 10th FHH Standing Committee Meeting

Presentation of country/region report related to the latest development on herbal medicines	
WHO	Regional strategy for traditional medicine in the Western Pacific
China	New Developmental Measure for TCM
Hong Kong	The latest regulatory control of herbal medicines
Japan	Pharmacopoeial topics on herbal medicines in Japan from 2011 to 2012
Korea	A proposal - Studies on Establishment of FHH Reference Standards
Singapore	Country report – Singapore
Vietnam	Yen Tu Medicinal Plant Garden Project
Canada	Update on Regulation Modernisation for Natural Health Products Licensing , Compliance, Enforcement and Safety Monitoring Activities in Canada
Report of Sub-committee I: Nomenclature and standardization	
Japan	Comparative Studies on Names of Crude Drugs in JP16 and CP2010
Vietnam	<i>Panax vietnamensis</i> Ha et Grushv. - Identification Concerns
Report of Sub-committee II: Quality assurance and information	
Vietnam	Research on extraction, isolation, and purification of natural compound to establish reference standards for quality control of materials and herbal medicines in VietNam
Korea	Standardization of Herbal Medicines <i>Polygonum multiflorum</i>
Report of Sub-committee III: Adverse drug reaction	
Hong Kong	Report the Alert System for Adulterated Herbal Medicines
Vietnam	Traditional Herbs and Allergy
China	ADR Monitoring and Administration in China
Vietnam	Pharmacovigilance Practice of Traditional Medicine Drugs: Challenges and Perspectives for VietNam

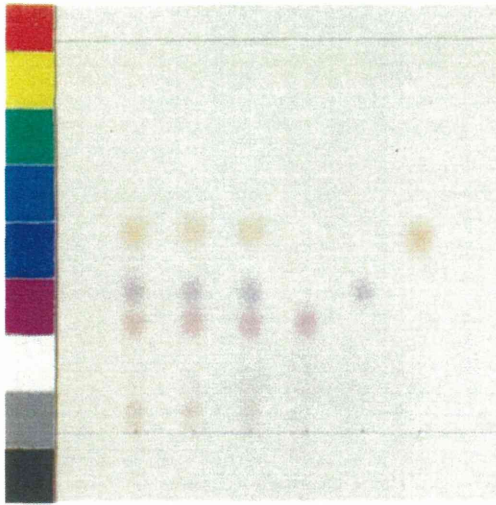


Fig. 1 アラビアゴム (7cm展開)
標準溶液:
右端からL-ラムノース, L-アラビノース,
D-ガラクトース

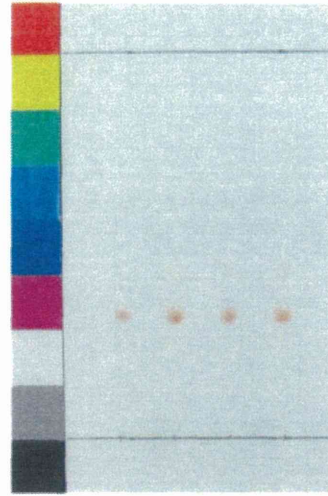


Fig. 2 コウイ(7cm展開)
標準溶液(左端):マルトース

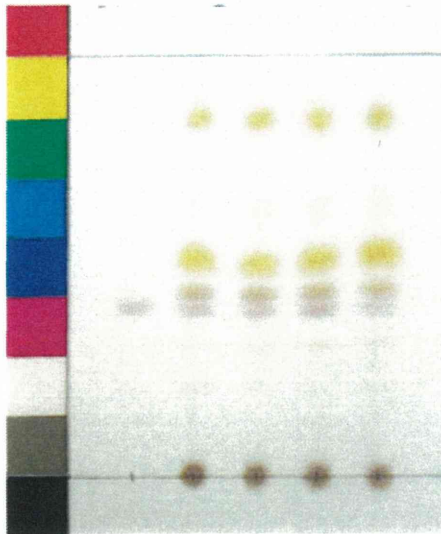


Fig. 3 ゴマ(7cm展開)
標準溶液(左端):セサミン

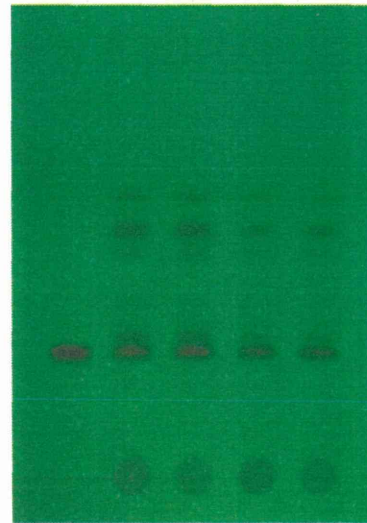


Fig. 4 ゴミシ(7cm展開)
標準溶液(左端):シザンドリン

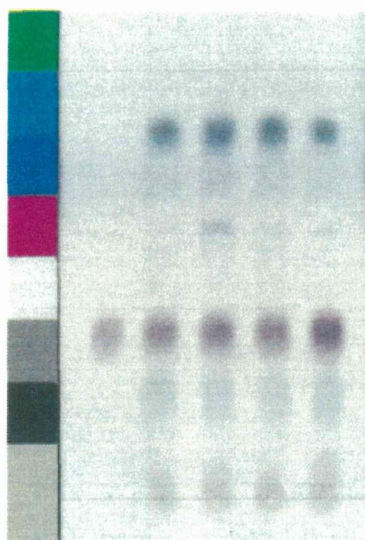


Fig. 5 サンシシ(7cm展開)
標準溶液(左端):ゲニポシド

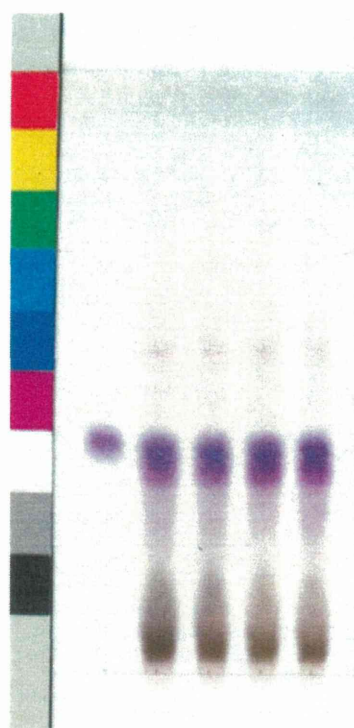


Fig. 6 サンシュユ(10cm展開)
標準溶液(左端):ロガニン

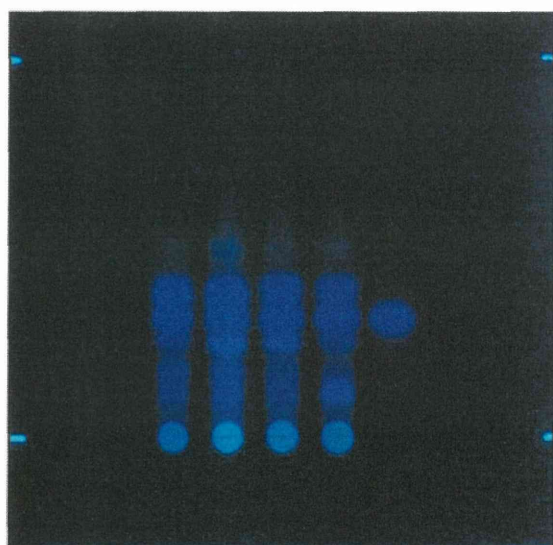


Fig. 7a ゼンコ(1)
標準溶液(右端):プエラロプトリン

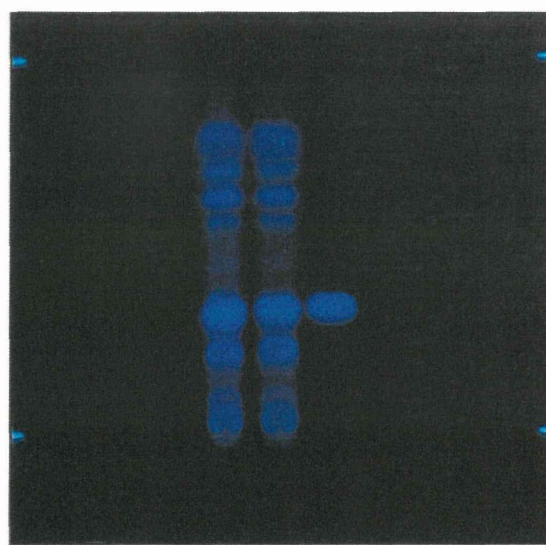


Fig. 7b ゼンコ(2)
標準溶液(右端):ノダケニン

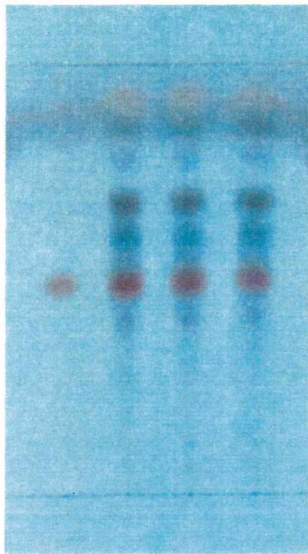


Fig. 8 センブリ(7cm展開)
標準溶液(左端):スウェルチアマリン
検出:広領域ランプ

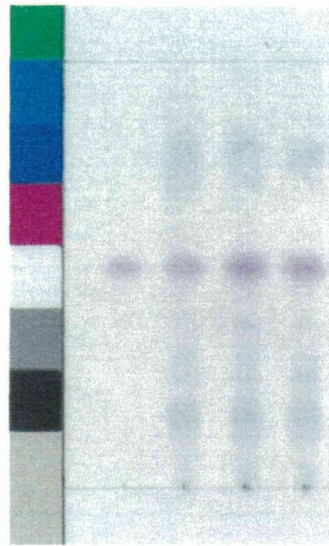


Fig. 9 ソヨウ(7cm展開)
標準溶液(左端):ペリルアルデヒド

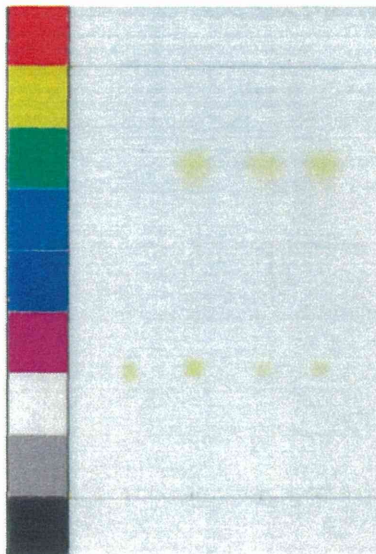


Fig. 10a ダイオウ
標準溶液(左端):レイン
炭酸ナトリウム試液噴霧前

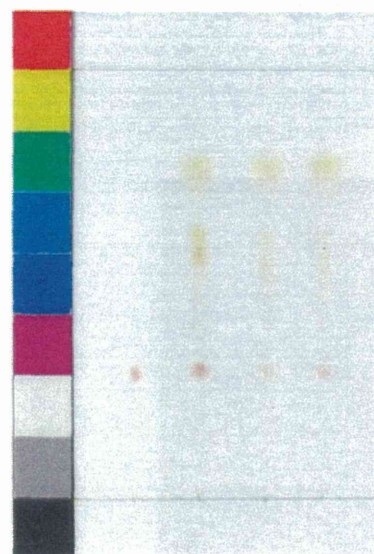


Fig. 10b ダイオウ
標準溶液(左端):レイン
炭酸ナトリウム試液噴霧後