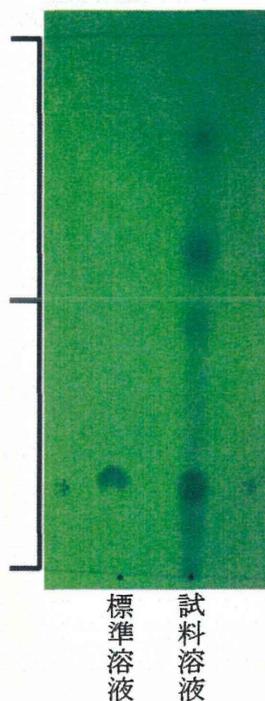


		<p>試験法：薄層クロマトグラフィー</p> <p>展開溶媒：アンモニア／水／エタノール(96%)／酢酸エチル (1 : 9 : 25 : 65 V/V/V/V).</p> <p>検出法 A：紫外線(主波長 254 nm)を照射</p> <p>検出法 B：アニスアルデヒド溶液処理後，100-105℃で 5-10 分加熱.</p>
	定量	<p>定量成分と含量規格：18β-glycyrrhizic acid (C<sub>42</sub>H<sub>62</sub>O<sub>16</sub> ; Mr 823)4.0%以上(最小 4.0%)(乾燥物)</p> <p>試験法：液体クロマトグラフィー</p> <p>検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)</p> <p>カラム：内径 4 mm，長さ 10 cm の管に，5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てん.</p> <p>移動相：氷酢酸／アセトニトリル／水(6 : 30 : 64 V/V/V)</p>
USP	定性	未収載
	定量	未収載
HKCMMS	定性	<p>確認成分：glycyrrhizic acid, liquiritin</p> <p>試験法：薄層クロマトグラフィー</p> <p>展開溶媒：1-ブタノール／氷酢酸／水 (7 : 1 : 12, v/v)</p> <p>検出法：紫外線(主波長 254 nm)を照射，顕色剤(呈色剤；エタノール／硫酸(1 : 4))を噴霧し，110℃で約 5 分加熱.</p>
	定量	<p>定量成分と含量規格：glycyrrhizic acid (C<sub>42</sub>H<sub>62</sub>O<sub>16</sub>) 2.0%以上 (乾燥物)，liquiritin (C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>O<sub>9</sub>) 1.0%以上 (乾燥物)</p> <p>試験法：液体クロマトグラフィー</p> <p>検出器：紫外吸光光度計(測定波長：liquiritin : 230 nm, glycyrrhizic acid : 254 nm)</p> <p>カラム：内径 4.6 mm，長さ 250 mm の管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てん</p> <p>移動相：グラジエント分析</p> <p>移動相 A：アセトニトリル，移動相 B：0.03%リン酸溶液.</p>

【試験実施結果】

1) 確認試験



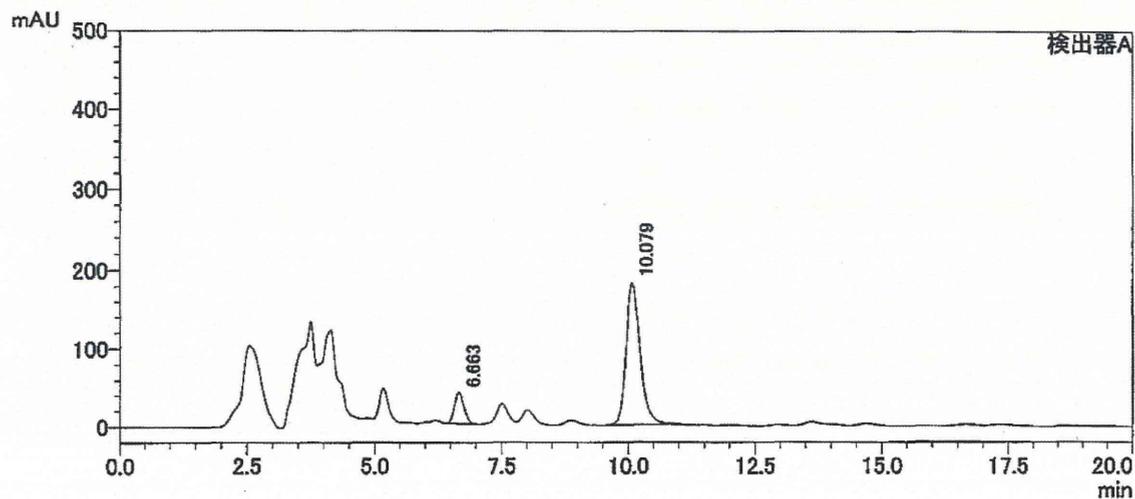
2) グリチルリチン酸定量

①試験検体

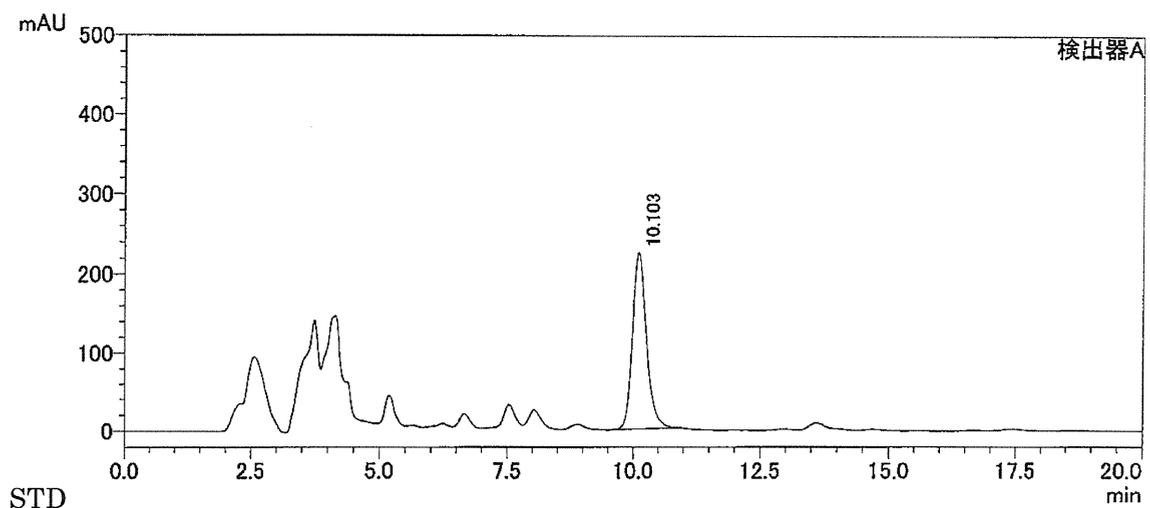
- ・標準煎剤 (カンゾウ 1 日量 5 g に常水 600 mL を加え、約 65 分 (沸騰までの時間約 20 分、その後の加熱時間 45 分) かけて約 400 mL まで煎じ、温時布ごしし、冷後、常水を加えて正確に 400 mL とし、標準煎剤とする。)
- ・カンゾウエキス (「日局」カンゾウ粗エキス)

②定量クロマト例

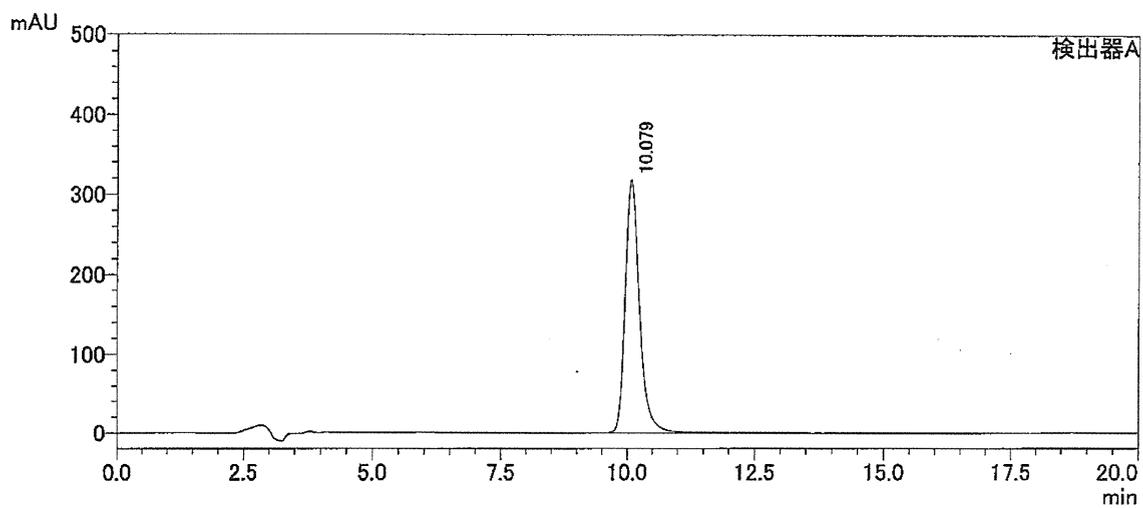
- ・標準煎剤



・カンゾウ粗エキス



STD



## キササゲエキスの指標成分とその確認試験・定量方法について

### 1. 指標成分となりえる化合物：パラオキシ安息香酸(*p*-hydroxybenzoic acid), カタルポシド(catalposide)

日本薬局方(JP)「キササゲ」を参考に、確認成分にはパラオキシ安息香酸及び暗紫色のスポット(カタルポシド)、下記の根拠論文を参考に、定量成分にはパラオキシ安息香酸及びカタルポシドを選定した。

#### 根拠論文

E-13 キササゲ中のカタルポシドおよびパラオキシ安息香酸の分析, 岡坂衛, 有本恵子ら, 生薬学雑誌 64(2) 83-9 (2010).

想定される含量：0.065～0.220%(パラオキシ安息香酸)

市場品のキササゲ中のカタルポシド及びパラオキシ安息香酸の含量は、HPLCにより、それぞれ ND～0.079%, 0.065～0.220%(1992-2008年, 国内又は中国産, 25検体)であった(E-13 キササゲ中のカタルポシドおよびパラオキシ安息香酸の分析, 岡坂衛, 有本恵子ら, 生薬学雑誌 64(2) 83-9 (2010)).

(参考) 市場品のキササゲ中のカタルポシド, カタルポール及びパラオキシ安息香酸の含量は、HPLCにより、それぞれ 0.06～1.20%, 0～2.3%, ND～0.30%(1989年, 国内又は中国産, 10検体)であった(E-7 キササゲの調製によるカタルポシド, カタルポール, *p*-ヒドロキシ安息香酸の成分変動, 鈴木英世, 村上守一ら, 医薬品研究 22(3) 359-67 (1991)).

(参考) 市場品及び国内栽培のキササゲ中のカタルポシド及びカタルポールの含量は、HPLCにより、それぞれ ND～0.72%, ND～2.25%(1986-1990年, 国内又は中国産, 26検体)であった(E-6 キササゲの生薬学的研究(1) 果実の生長とイリドイド配糖体含量, 野呂征男, 久田陽一ら, 生薬学雑誌 46(1) 14—8 (1992)).

### 2. 確認試験

日本薬局方(JP)「キササゲ」を参考にする。

乾燥エキス 0.15 g<sup>1)</sup>にメタノール 1 mL を加え、超音波により分散させた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にパラオキシ安息香酸 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5  $\mu$ 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/エタノール(99.5)/水混液(20 : 2 : 1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個の

スポットは、標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び  $R_f$  値が等しい。また、試料溶液から得たパラオキシ安息香酸に相当するスポットの移動距離を 1 とするとき、その相対距離 0.3 付近に暗紫色のスポットを認める。

1) キササゲ乾燥エキスの原生葉比 7:1 から算出。

### 3. 定量法

岡坂らの報告(キササゲ中のカタルポシドおよびパラオキシ安息香酸の分析, 岡坂衛, 有本恵子ら, 生薬学雑誌 64(2) 83-9 (2010))を参考にする。

乾燥エキス約 70 mg を精密に量り, 薄めたメタノール(1→2)を加えて超音波により分散させた後, 薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に 50 mL とし, 孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターを用いてろ過する。初めのろ液 2 mL を除き, 次のろ液を試料溶液とする。別に定量用カタルポシド約 10 mg を精密に量り, 薄めたメタノール(3→10)に溶かし, 正確に 100 mL とし, 標準原液(1)とする。定量用パラオキシ安息香酸約 10 mg を精密に量り, 薄めたメタノール(3→10)に溶かし, 正確に 100 mL とし, 標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)をそれぞれ 1 mL ずつ正確に量り, 薄めたメタノール(3→10)を加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い, それぞれの液のカタルポシドのピーク面積並びにパラオキシ安息香酸のピーク面積を測定し, それぞれの含量を求める。

#### (標準煎剤)

標準煎剤 25 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 50 mL とし, 孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターを用いてろ過する。初めのろ液 2 mL を除き, 次のろ液を試料溶液とする。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(87：13：1)

流量：カタルポシドの保持時間が約 15 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 20  $\mu\text{L}$  につき, 上記の条件で操作するとき, パラオキシ安息香酸, カタルポシドの順に溶出し, その分離度は 20 以上である。

(資料 3)

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、カタルポンドのピーク面積の相対標準偏差及びパラオキシ安息香酸のピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 3.0% 以下である。

## 【参考資料】

## ・パラオキシ安息香酸

CAS Number: 99-96-7

JP に試薬として収載

## ・カタルポシド

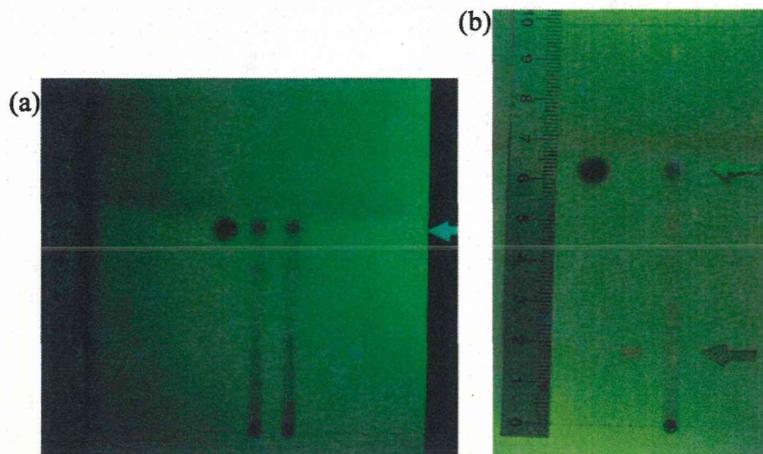
CAS Number: 6736-85-2

## ・各国公定書での記載

JP	定性	確認成分：パラオキシ安息香酸及び相対距離 0.3 付近のス ポット 試験法：薄層クロマトグラフィー 展開溶媒：酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(20： 2：1) 検出法：UV(254 nm)
	定量	規定なし
CP	定性	未収載
	定量	未収載
EP/BP	定性	未収載
	定量	未収載
USP	定性	未収載
	定量	未収載
HKCMMS	定性	未収載
	定量	未収載

【試験実施結果】

1) 確認試験



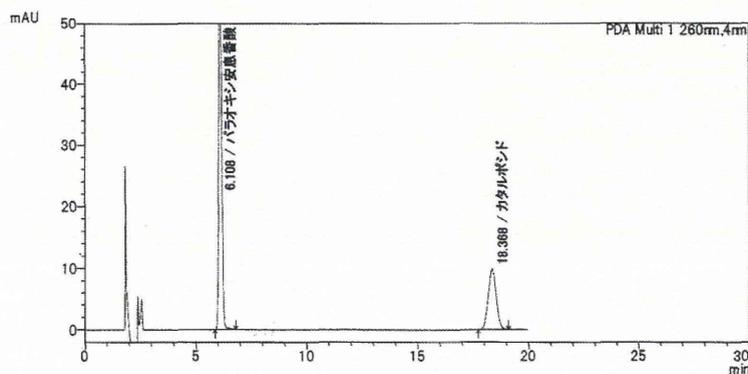
(a) 左から、パラオキシ安息香酸、キササゲ、キササゲ乾燥エキス  
(b) 左から、パラオキシ安息香酸、カタルボシド、キササゲ乾燥エキス

2) 定量

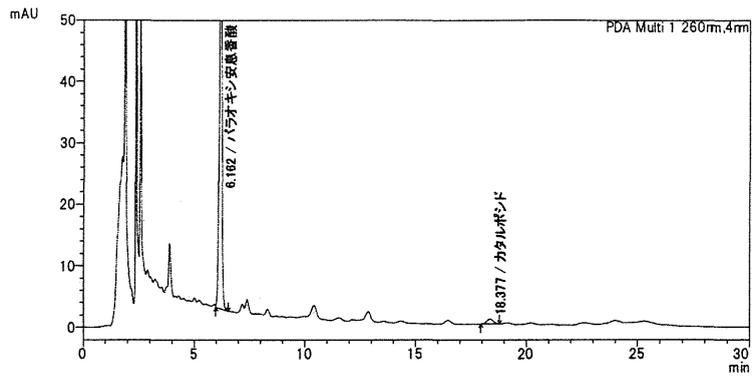
標準煎剤は、以下のように調製した：原生薬を粉末とし、試料とする。試料約 1 g を精密に量り、水約 60 mL を加えて加熱し、約 30 分かけて約 40 mL に煮つめた後、滓をこして取り去る。冷後、水を加えて正確に 50 mL したものを標準煎剤とした。

カラム：GL Sciences, Inertsil ODS-SP 5 $\mu$ m 4.6x150mm

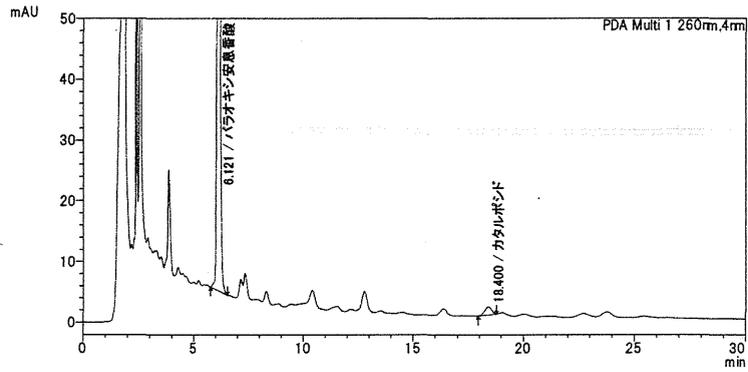
流量：1.0 mL/min



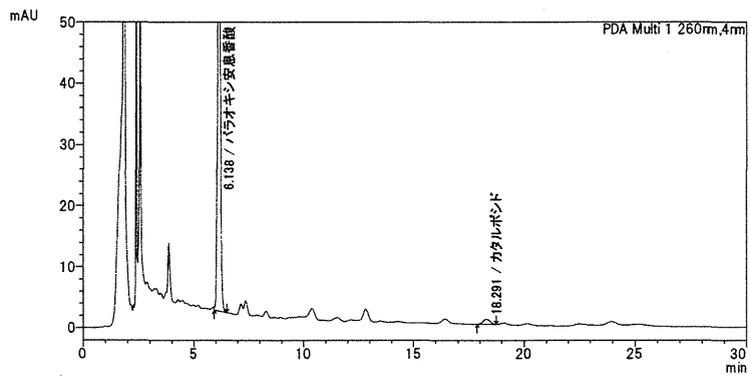
標準溶液



キササゲ



キササゲ乾燥エキス



キササゲ標準煎剤

## ケイヒエキスの指標成分とその確認試験・定量法について

### 1. 指標となりえる化合物：(E)-ケイ皮酸 ((E)-cinnamic acid)

日本薬局方(JP)「桂枝茯苓丸エキス」を参考に、確認成分、定量成分ともに(E)-ケイ皮酸を選定した。

### 2. 確認試験

日本薬局方(JP)「桂枝茯苓丸エキス」を参考にする。

乾燥エキス 60 mg(原生薬対応量 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 25 mL を加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用(E)-ケイ皮酸 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5  $\mu$ 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。次にヘキサン/酢酸エチル/ギ酸/水混液(60 : 40 : 4 : 1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及び  $R_f$  値が等しい。

※使用したエキスの収率による。

### 3. 定量法

日本薬局方(JP)「桂枝茯苓丸エキス」を参考にする。

本操作は、遮光した容器を用いて行う。乾燥エキス約 60 mg(原生薬対応量 1.0 g ※)を精密に量り、薄めたメタノール(1 $\rightarrow$ 2)50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用(E)-ケイ皮酸をデシケーター(シリカゲル)で 24 時間以上乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール(1 $\rightarrow$ 2)に溶かして正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、薄めたメタノール(1 $\rightarrow$ 2)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、それぞれの液の(E)-ケイ皮酸のピーク面積を測定し、含量を求める。

※使用したエキスの収率による。

#### (標準煎剤)

標準煎剤 5 mL を正確に量り、メタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後、薄めたメタノール(1 $\rightarrow$ 2)を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：273 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する.

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(750 : 250 : 1)

流量：毎分 1.0 mL [(E)-ケイ皮酸の保持時間 12 分]

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，(E)-ケイ皮酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である.

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，(E)-ケイ皮酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である.

## 【参考資料】

## ・ (E)-ケイ皮酸

CAS Number: 140-10-3

JP に試薬(薄層クロマトグラフィー用, 定量用)として収載

## ・ 各国公定書での記載

JP	基原植物	ケイヒ CINNAMOMI CORTEX 本品は <i>Cinnamomum cassia</i> Blume( <i>Lauraceae</i> )の樹皮又は周皮の一部を除いたものである
	定性	<b>確認成分</b> : (E)-シンナムアルデヒド ※参考情報(漢方処方エキスの指標成分) ・葛根湯エキス : (E)-シンナムアルデヒド ・桂枝茯苓丸エキス, 柴苓湯エキス, 苓桂朮甘草湯エキス : (E)-ケイ皮酸 ・牛車腎気丸エキス, 柴胡桂枝湯エキス, 十全大補湯エキス, 小青龍湯エキス, 八味地黄丸エキス : (E)-シンナムアルデヒド 又は(E)-2-メトキシシンナムアルデヒド
	定量	設定なし ※参考情報(精油規格, 漢方処方エキスの指標成分及び規格) ・精油含量 : 0.5 mL 以上 (「ケイヒ」の粉末 50.0 g 中) ・「ケイヒ末」の精油含量 : 0.35 mL 以上 (50.0 g 中) ・「ケイヒ油」の総アルデヒド含量 : 60 vol%以上 ・葛根湯エキス, 牛車腎気丸エキス, 柴胡桂枝湯エキス, 柴苓湯エキス, 十全大補湯エキス, 小青龍湯エキス, 八味地黄丸エキス : 設定なし ・桂枝茯苓丸エキス : (E)-ケイ皮酸 0.6~2.4 mg(ケイヒ 3 g 処方) (E)-ケイ皮酸 0.8~3.2 mg(ケイヒ 4 g 処方) ・苓桂朮甘草湯エキス : (E)-ケイ皮酸 1~4 mg
CP 肉桂油	基原植物	<i>Cinnamomum cassia</i> Plesl
	定性	<b>確認成分</b> : シンナムアルデヒド <b>試験方法</b> : 薄層クロマトグラフィー <b>展開溶媒</b> : 石油エーテル/酢酸エチル(17:3) <b>検出法</b> : 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン溶液

	定量	<p>定量成分と含量規格：シナナムアルデヒド 75.%以上</p> <p>試験方法：ガスクロマトグラフィー</p> <p>カラム：5%フェニルメチルポリシロキサン (内径 0.32 <math>\mu\text{m}</math>×長さ 30 m, 膜厚 0.25 <math>\mu\text{m}</math> )</p>
EP/BP	基原植物	<i>Cinnamomum verum</i> J.Presl.
	定性	<p>確認成分：シナナムアルデヒド, オイゲノール</p> <p>試験方法：薄層クロマトグラフィー</p> <p>展開溶媒：塩化メチレン</p> <p>検出法：①UV(254 nm), ②UV(365 nm) ③フロログルシノール溶液</p>
	定量	<p>定量成分と含量規格：精油 12 mL/kg 以上</p> <p>試験方法：精油の定量(2.8.12)</p>
USP	定性	未収載
	定量	未収載
HKCMMS	基原植物	<i>Cinnamomum cassia</i> Plesl
	定性	<p>定性 1</p> <p>確認成分：シナナムアルデヒド, ケイ皮酸</p> <p>試験方法：薄層クロマトグラフィー</p> <p>検出法：UV(254 nm)</p> <p>定性 2</p> <p>確認成分：シナナムアルデヒド, ケイ皮酸</p> <p>試験方法：液体クロマトグラフィー</p> <p>カラム：ODS(内径 4.6 mm×長さ 25 cm, 粒子径 5 <math>\mu\text{m}</math>)</p> <p>移動相：アセトニトリル溶液と 0.5%酢酸溶液のグラジェント</p> <p>検出器：UV(250 nm)</p>
	定量	<p>定量成分と含量規格：シナナムアルデヒド及びケイ皮酸の 総量 0.63%以上</p> <p>試験方法：液体クロマトグラフィー</p> <p>カラム：ODS(内径 4.6 mm×長さ 25 cm, 粒子径 5 <math>\mu\text{m}</math>)</p> <p>移動相：0.5%酢酸溶液/アセトニトリル混液(34：66)</p> <p>検出器：UV(290 nm)</p>

### 【試験実施結果】

#### ■ 検体及び標準物質

##### (1) 検体

ケイヒ乾燥エキス Lot.T-1312 (松浦薬業) : 収率 (6.0%), 原生薬対比 (16.7 : 1)  
ケイヒ標準煎剤 日局ケイヒ : Lot.84C5 (松浦薬業) を下記記載の方法で調整した。  
標準煎剤の調整は昭和 60 年 5 月 31 日 薬審 2 第 120 号「標準湯剤との比較試験に関する資料について」別紙 1 の記載に準じて実施した。ケイヒ 2.0 g に水 40 mL を加え、約 60 分間かけて半量になるまで加熱抽出した後、ろ過し、ろ液に水を加え正確に 20 mL とし標準煎剤とした。

##### (2) 標準物質

定量用(E)-ケイ皮酸 第十六改正日本薬局方試薬

Lot.DCF1261 和光純薬工業 (株) (販売元コード : 037-22211, 容量 : 20 mg)

※確認試験にも同じものを使用した。

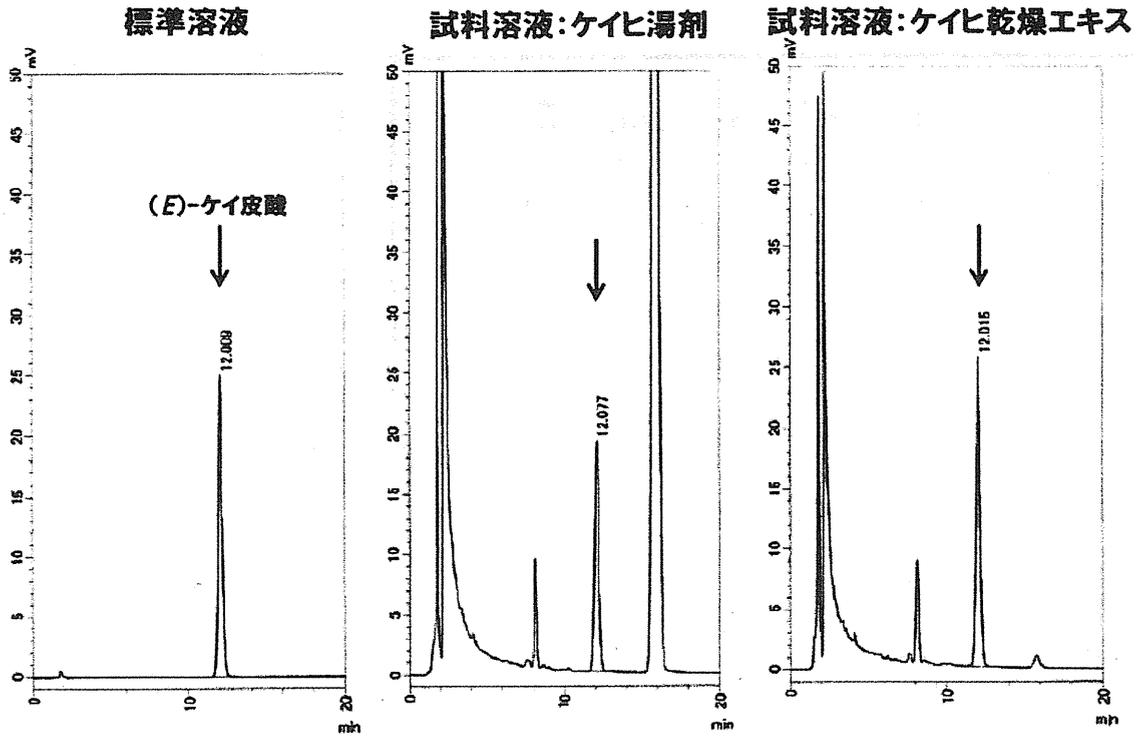
#### ■ 確認試験クロマトグラム (TLC)



← (E)-ケイ皮酸  
Rf 値 0.36

使用薄層板 : TLC Silica gel 60 F254 (層厚 : 0.25 mm), Merck

■ 定量クロマトグラム (HPLC)



使用カラム : CAPCELLPAK C18 UG120 (内径 4.6 mm, 長さ 15 cm), 資生堂  
流量 : 0.93 mL/min [(E)-ケイ皮酸の保持時間が 12 分になるように調整した.]

以上

## コウカエキスの指標成分とその確認試験・定量方法について

### 1. 指標成分となりえる化合物：サフロール黄，カーサミン，ヒドロキシサフライエローA(hydroxysafflor yellow A)

日本薬局方(JP)「コウカ」を参考に、確認成分にはサフロール黄(淡黄色)及びカーサミン(淡紅色)を、中国薬典(CP)「Carthami Flos」を参考に、定量成分にはヒドロキシサフライエローA (hydroxysafflor yellow A)を選定した。

想定される含量

・三栄源エフ・エフ・アイ㈱の試験結果から、hydroxysafflor yellow A の含量は 7～9% と推定される(森本隆司ら、日本食品化学学会誌、5(2) 236・238 (1998))。

### 2. 確認試験

日本薬局方(JP)「コウカ」を参考にする。

乾燥エキス 69 mg (原生薬 0.2g 相当) に希エタノール 10 mL を加え、還流冷却器を付け、15 分間煮沸し、冷後、ろ過する。ろ液 3 mL を内径、内高各約 3 mL を入れた同形のガラス容器に入れ、これに幅 20 mm、長さ 300 mm のろ紙の一端を器底に達するようにつり下げ、液を 1 時間吸い上げさせた後、引き上げ、直ちに水 3 mL を入れた同形のガラス容器中につり下げ、更に 1 時間後引き上げて検するとき、上部の大部分は淡黄色、下部は淡赤色を呈する。\*

※毛管分析によってサフロール黄(上部に現れる淡黄色の部分)とカーサミン(下部に現れる淡紅色の部分)を確認する

### 3. 定量法

中国薬典(CP)「Carthami Flos」を参考にする。

乾燥エキス 0.138 g (原生薬 0.4 g に相当) をとり、共栓フラスコに入れ、25%メタノール溶液 50 mL を正確に加え、総質量を量った。40 分間振り混ぜ〔超音波(300W; 50kHz)〕、冷後、総質量を量り、減量分を 25%メタノール溶液で正確に補った後、よく振り混ぜ、ろ過(ろ紙 No.5A)して試料溶液とする。別に hydroxysafflor yellow A を精密に量り、0.13 mg/mL となるように、25%メタノール溶液を正確に加え標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 µL ずつを正確に取り、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液の hydroxysafflor yellow A のピーク面積を測定し、含量を求める。

(標準煎剤)

標準煎剤を、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過し、試料溶液とする。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：403 nm)

カラム：理論段数 3000 以上となるカラムに液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度：40°C以下の一定の温度

移動相：メタノール／アセトニトリル／0.7%リン酸混液(26 : 2 : 72)

## 【参考資料】

・ ハイドロキシサフライエローA

CAS Number: 78281-02-4

## ・ 各国公定書での記載

JP	定性	試験法：ろ紙毛管分析(サフロール黄(淡黄色)、カーサミン(淡紅色))
	定量	規定なし
CP	定性	試験法：薄層クロマトグラフィー(紅花標準品との確認) 展開溶媒：酢酸エチル/ギ酸/水/メタノール(7：2：3：0.4)
	定量	定量成分と含量規格：hydroxysafflor yellow A(1.0%以上) 試験法：液体クロマトグラフィー 検出器：分光光度計(403 nm) 移動相：メタノール/アセトニトリル/0.7%リン酸(26：2：72)
		定量成分と含量規格：kampherol(0.05%以上) 試験法：液体クロマトグラフィー 検出器：分光光度計(367 nm) 移動相：メタノール/0.4%リン酸(52：48)
EP/BP	定性	確認成分：quercetin dehydrate, rutin 試験法：薄層クロマトグラフィー 移動相：酢酸/無水ギ酸/水/エチルアセテート(11：11：27：100)
	定量	定量成分と含量規格：total flavonoids, expressed as hyperoside (1.0%以上) 試験法：塩化アルミニウム試薬による比色定量(420 nm)
USP	定性	未収載
	定量	未収載
HKCMMS	定性	未収載
	定量	未収載

### 【試験実施結果】

#### ○試験検体

乾燥エキス：収率 34.5%，原生薬対比 2.9：1

標準煎剤：コウカ 3 g を，常水約 600 mL をもって煮て約 400 mL (345 mL) に煮つめ，75  $\mu\text{m}$  のステンレス篩を用いて滓(かす)をこして取り去った。

#### ○確認試験

試験操作は問題なく実施可能であった。

結果については，原生薬は想定された結果が得られた（ろ紙の上部大部分が黄色となり，下部が淡赤色となる）が，エキスでは下部の赤色がまったく検出されず，標準煎剤及び濃縮した標準煎剤でわずかに認められる程度であった。エキスは，製造過程でこの赤色を呈する成分が抽出されておらず，標準煎剤中にもごくわずかしき抽出されないものと考えられた。

以上のように，標準煎剤とエキスの結果はほぼ同質・同等であったが，いずれも原生薬の結果とは異なっていた。

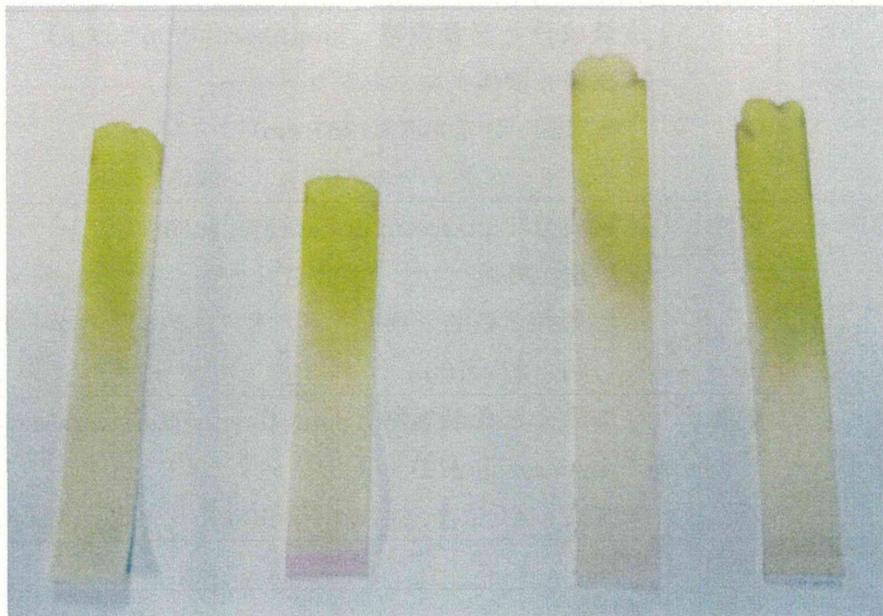


図 1. 水での展開終了時

(左から，エキス，原生薬，標準煎剤，煮詰めた標準煎剤)

## ○定量法

標準物質として設定された hydroxysafflor yellow A が入手できなかったため、紅花黄色素抽出液を標準物質に用いた。紅花黄色素抽出液は化学的純品でなく、指標成分の含量測定ができないため、主としてクロマトグラムの比較にて評価した。紅花黄色素抽出液中の hydroxysafflor yellow A 含量が不明であることから、標準溶液は紅花黄色素抽出液として 0.13mg/mL となるよう、約 65mg を溶媒に溶かして 50mL とし、調製した。

試験操作及び分析自体は問題なく実施可能であった。

標準溶液（紅花黄色素抽出液）からは 2 つの明確なピークが得られ、これらのピーク強度の比率がやや異なるものの、クロマトグラム上の溶出位置は文献<sup>1)</sup>と類似していた。また、保持時間 6.1 分付近のピーク 1 の PDA（多波長検出：PhotoDiode Array）スペクトルは、文献中で紅花黄色素抽出液中の主成分とされる Hydroxysafflor yellow A のスペクトルと一致したことから、保持時間 6.1 分のピーク 1 は Hydroxysafflor yellow A、7.7 分のピーク 2 は Safflor yellow B と推測された。

試料溶液については、エキス及び標準煎剤においてはピーク 1 のみが検出され、原生薬ではピーク 1 及びピーク 2 の両者が認められた。標準溶液と原生薬のピーク 1 とピーク 2 のピーク面積値の比率はほぼ同等であった。ピーク 1 の量については、原生薬と標準煎剤はほぼ同じピーク面積値であり、エキスでやや小さかったことから、エキスでは

確認試験においても、原生薬で認められた成分がエキスや標準煎剤で認められなかったが、定量法でピーク 2 が認められなかったことは、これと共通していた。

以上より、標準煎剤とエキスの結果は同質・同等であったが、いずれも原生薬の結果とは異なっていた。

表 1 各試料のピーク面積値

試料	ピーク面積値		
	ピーク1	ピーク2	ピーク2の比率(*)
標準溶液	60422	4799	7.4
エキス	4626485	0	0.0
原生薬	5534293	393908	6.6
標準煎剤	5844495	0	0.0

\* ピーク1とピーク2の合計に対するピーク2の比率%