

表2 タイソウのマススペクトルデータ(10)

				32.04	455.3544 (1.82E5)	C30H47O3 Oleanolic acid or Betulinic acid	407.3319(2.49E3; 100, C29H43O)
--	--	--	--	-------	----------------------	---	--------------------------------

コウボク

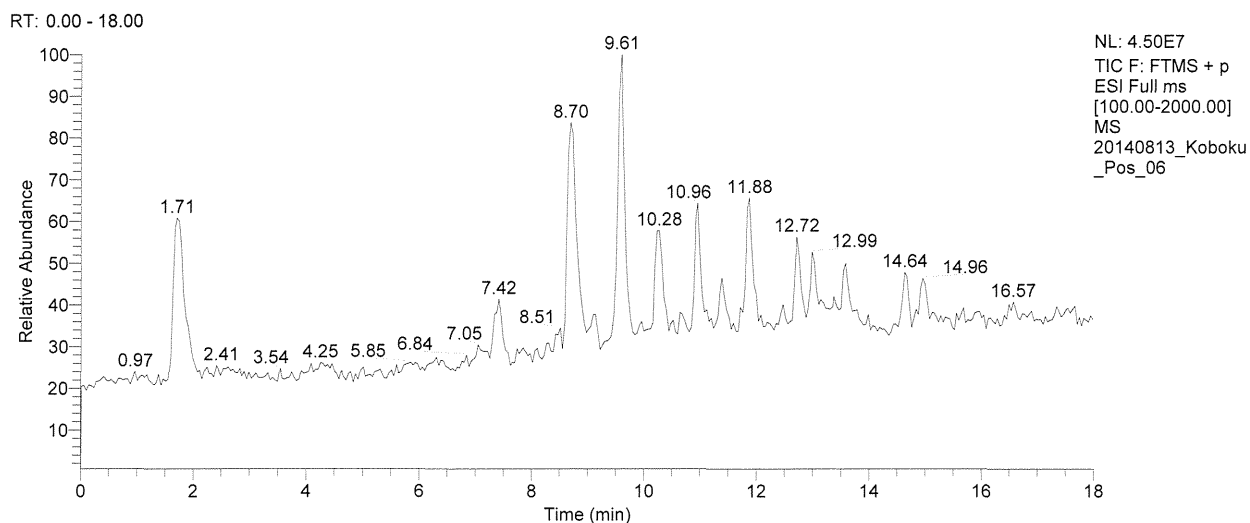


図 17 コウボクのポジティブモードにおける全イオンクロマトグラム(TIC)

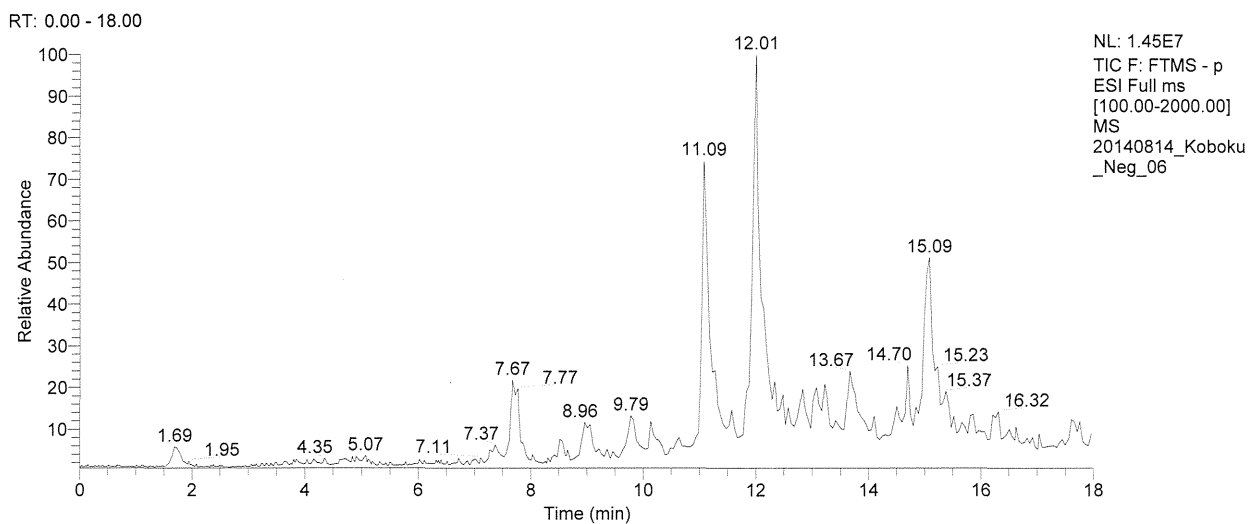


図 18 コウボクのネガティブモードにおける全イオンクロマトグラム(TIC)

20140813_Koboku_Pos_06 #420 RT: 8.70 AV: 1 NL: 2.05E7
T: FTMS + p ESI Full ms [100.00-2000.00]

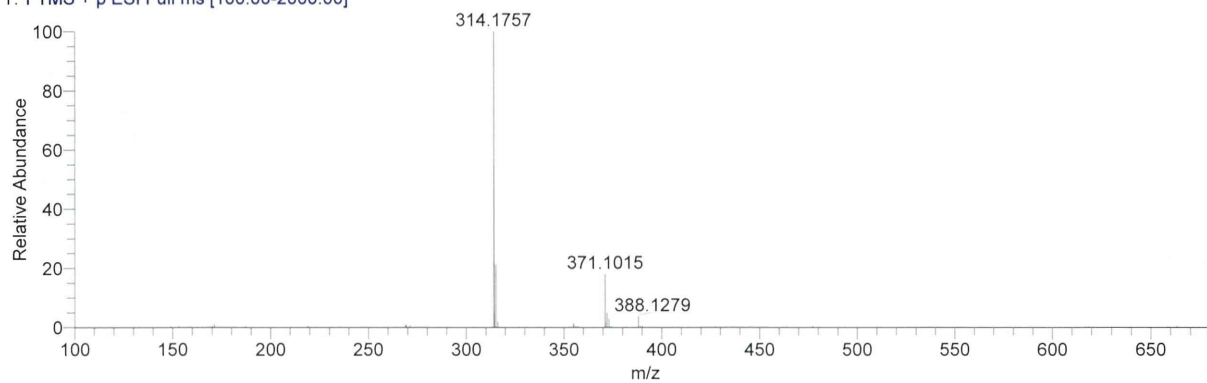


図 19 保持時間 8.70 分のピークのマススペクトル

20140813_Koboku_Pos_06 #415 RT: 8.61 AV: 1 NL: 2.19E6
T: FTMS + p ESI d Full ms2 314.18@cid40.00 [75.00-325.00]

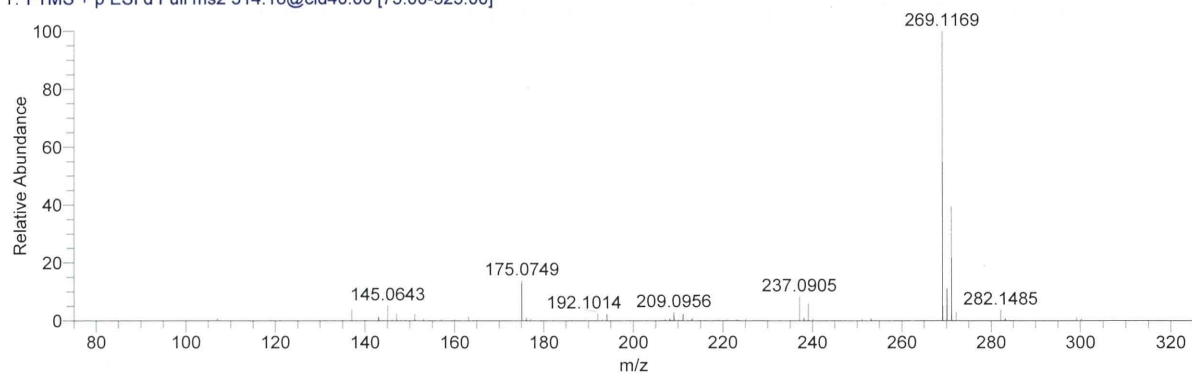


図 20 m/z 314 をプリカーサーとした MS/MS

20140813_Koboku_Pos_06 #464 RT: 9.57 AV: 1 NL: 6.72E6
T: FTMS + p ESI Full ms [100.00-2000.00]

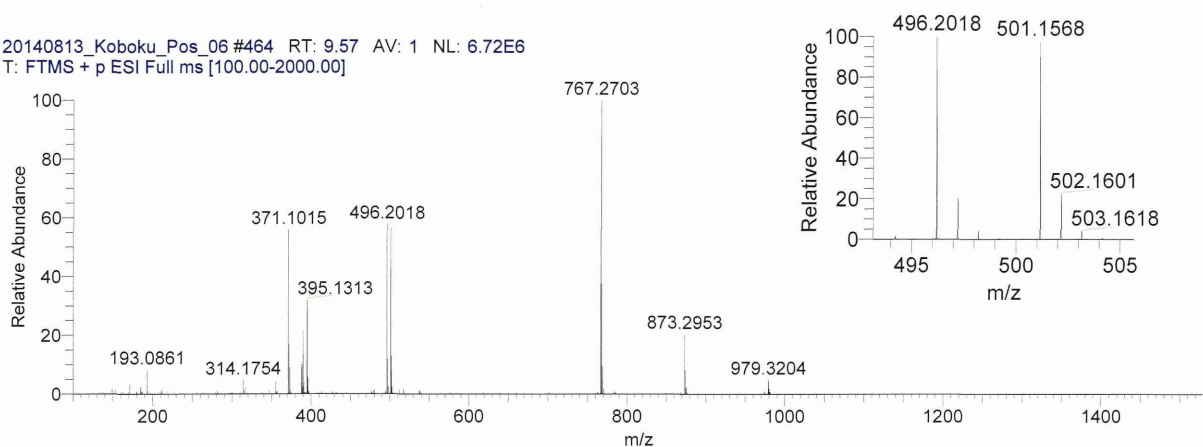


図 21 保持時間 9.61 分のピークのマススペクトル

20140813_Koboku_Pos_06 #465 RT: 9.59 AV: 1 NL: 4.71E5
T: FTMS + p ESI d Full ms2 496.20@cid40.00 [125.00-510.00]

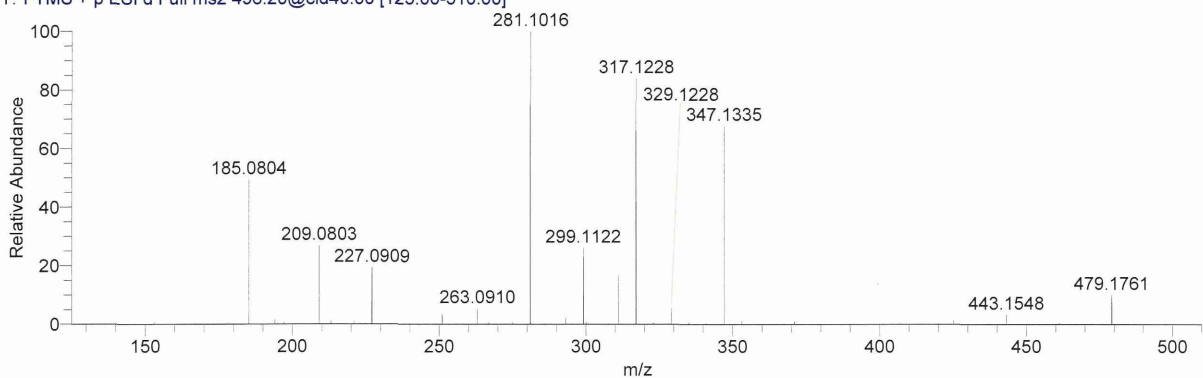


図 22 m/z 496 をプリカーサーイオンとした MS/MS

表3 コウボクのマススペクトルデータ(1)

Positive				Negative			
r.t.	m/z	Fomula	Product Ions	r.t.	m/z	Fomula	Product Ions
1.68	219.0268 (2.21E6)		219.0170(2), 203.1425(10), 177.0066(60), 158.9961(3.11E5; 100), 136.9398(7)				
1.71	203.0529 (1.35E6)		203.0396(5), 187.9766(2), 179.0396(20), 161.0291(1.11E5;100), 143.0186(50)				
				1.74	737.2339 (5.78E4)		714.4310(10), 705.2070(2.99E3), 676.1996(30), 661.2175(50), 621.5040(13), 580.8256(13), 529.1761(20), 481.1530(15), 449.1273(30), 415.1432(20), 369.9854(13), 314.4260(20), 300.0583(50), 275.9360(10), 229.0991(15), 213.0227(97)
1.75	360.1505 (8.21E5)	C12H26O11N	343.1234(20, C12H23O11) 325.1129(6.06E4;100, C12H21O10) 307.1021(7, C12H19O9), 289.0034(20), 259.0809(10, C11H15O7), 163.0598(15, C6H11O5)		503.1607 (5.32E4)	C18H31O16	341.1071(85, C12H21O11), 323.0964(65, C12H19O10), 300..0387(65), 213.0207(2.95E3;100)
	198.0976 (2.11E6)	C6H16O6N	180.0866(6.36E5;100, C6H14O5N), 163.0600(7, C6H11O5), 145.0495(3, C6H9O4)				
1.79	212.1132 (1.95E6)	C7H18O6N	195.0858(1.99E5;100, C7H15O6), 177.0752(10, C7H13O5), 141.0542(2, C7H9O3)				
	180.0870 (1.11E6)	C6H14O5N	163.0595(25, C6H11O5), 145.0490(1.75E5; 100, C6H9O4), 127.0386(15, C6H7O3)				
				3.85	477.1603 (6.86E4)	C20H29O13	459.1492(4.78E4;100, C20H27O12)
				4.35	461.1297 (1.16E5)	C19H25O13	
4.38	353.1212 (3.32E6)						
				5.07	345.1184 (1.04E5)	C15H21O9	183.0650(8.95E3;100, C9H11O4)

表3 コウボクのマスペクトルデータ(2)

				6.72	477.1609 (5.75E4)	C20H29O13	345.1175(4.49E3;100, C15H21O9)
7.09	476.2274 (9.66E5)	C25H34O8N	314.1749 (2.46E5;100, C19H24O3N), 269.1169(20, C17H17O3)				
				7.37	623.2188 (1.83E5)	C26H39O17	477.1593(3.04E4;100, C20H29O13), 461.1642(7, C20H29O12: -Glc)
				7.42	447.1505 (1.49E5)	C19H27O12	315.1070(3.22E4;100, C14H19O8: -Pen)
7.42	607.1982 (8.96E4)						
	947.3313 (1.29E5)	C47H56O19Na					
	480.2073 (1.39E6)	C20H34O12N [M+NH4]+	463.1809(17, C20H31O12) 427.1596(3, C20H27O10) 317.1227(3, C14H21O8) 309.1176(2.24E5;100, C21H21O9), 301.1278(13, C14H21O7), 291.1070(10, C12H19O8), 265.1065(8, C14H17O5), 255.0858(10, C12H15O6), 247.0959(8, C14H15O4)				
	485.1624 (1.33E6)	C20H30O12Na [M+Na]+	339.1049(2.38E5;100, C14H20O8Na)	7.67	461.1656 (1.29E6)	C20H29O12	315.1067(1.70E5;100, C14H19O8)
					315.1079 (2.71E5)	C14H19O8	135.0441(9.52E3;100, C8H7O2)
				7.82	623.2187 (2.74E5)	C26H39O17	477.1592(5, C20H29O13), 461.1650(2.47E4;100, C20H29O12: -Glc), 443.1544(10, C20H27O11), 367.1231(7, C14H23O11), 315.1069(30, C14H19O8)
7.85	655.2190 (1.50E5)	C28H40O16Na					
7.94	491.2622 (1.53E5)		330.1698(2), 257.1256(491.26;100), 213.1064(2)				

表3 コウボクのマススペクトルデータ(3)

8.10	328.1548 (3.91E6)	C19H22O4N	311.1342(35), 283.0962(90, C17H15O4), 257.1169(4.76E4;100, C16H17O3), 225.0906(15, C15H13O2), 221.1042(35,), 189.0542(60, C11H9O3),				
8.43	328.1548 (1.24E6)	C19H22O4N	311.1343(2), 283.0964(6.13E5;100, C17H15O4), 251.0700(15, C16H11O3)				
8.47	342.1704 (1.77E6)	C20H24O4N	297.1118(65, C18H17O4), 282.0883(15, C17H14O4), 271.0961(20, C16H15O4)), 265.0855(7.51E4;100, C17H13O3), 243.1011(20, C15H15O3), 237.0905(12, C16H13O2), 233.0592(10, C16H9O2)				
				8.52	359.1341 (2.00E5)	C16H23O9	197.0806(2.44E4;100, C10H13O4)
				8.57	491.1764 (1.90E5)	C21H31O13	359.1329(5.92E4;100, C16H23O9)
				8.86	801.2448 (7.60E4)	C35H45O21	783.2350(7.31E4;100, C35H43O20), 691.2082(5, C29H39O19), 621.2025(3, C26H37O17)
8.70	314.1757 (2.09E7)	C19H24O3N Magnocurarine	282.1485(3, C18H20O2N), 269.1169(2.19E6;100, C17H17O3), 237.0905(10, C16H13O2), 209.0956(2, C15H13O), 175.0749(15, C11H11O2), 145.0643(5, C10H9O)	8.96	312.1601 (2.96E5)	C19H22O3N Magnocurarine	297.1356(1.30E5;100, C18H19O3N), 206.1173(2, C12H16O2N), 147.0442(2, C9H7O2)
8.89	519.1827	C24H32O11Na ([M+Na]⁺)	429.1520(2, C21H26O8Na), 357.1307(1.36E5;100, C18H22O6Na)				
				9.06	333.1338 (9.13E4)	C18H21O6	273.1115(5.96E4;100, C16H17O4), 213.0903(23, C14H13O2)
					639.1925 (1.98E5)	C29H35O16	621.1815(8.27E4;100, C29H33O15), 529.1551(7, C23H29O14), 487.1441(2, C21H27O13), 459.1496(2, C20H27O12)
9.56	395.1313 (3.61E6)	C17H24O9Na ([M+Na]⁺)	364.1130(60), 233.0780(2.05E5;100), 213.1000(3), 185.0417(20)				

表3 コウボクのマスペクトルデータ(4)

9.61	496.2018 (5.33E6)	C20H34O13N ([M+NH4] ⁺)	479.1761(7, C20H31O13), 443.1548(3, C20H27O11), 347.1335(65, C15H23O9), 317.1228(80, C14H21O8: -Glc), 299.1122(25, C14H19O7), 281.1016(4.71E5;100, C14H17O6), 263.0910(5, C14H15O5), 227.0909(20, C11H15O5), 209.0803(25, C11H13O4), 185.0804(47, C9H13O4)	9.79	477.1607 (2.04E5)	C20H29O13	293.0862(7.51E4; 100, C11H17O9), 233.0651(10, C9H13O7)
	501.1571 (5.01E6)	C20H30O13Na ([M+Na] ⁺)	486.1346(25, C19H27O13Na), 471.1113(1.26E5;100, C18H24O13Na), 411.1263(90, C17H24O10Na), 369.1157(25, C15H22O9Na), 317.0842(95, C11H18O9Na), 275.0734(20, C9H16O8Na), 245.0628(15, C8H14O7Na)		293.0873	C11H17O9	233.0652(7.86E3; 100, C9H13O7)
					233.0662	C9H13O7	
10	286.1441 (1.14E6)	C17H20O3N	269.1170(1.02E6; 100, C17H17O3), 237.0906(3, C16H13O2), 175.0750(5, C11H11O2)				
10.04	439.1572 (4.75E5)	C19H28O10Na ([M+Na] ⁺)	424.1342(42, C18H25O10Na), 408.1390(38, C18H25O9Na), 277.1042(92, C13H18O5Na), 259.0784(7.72E3;100, C9H16O7Na)				
10.28	342.1706 (7.63E6)	C20H24O4N Magnoflorine	311.1276(20, C19H19O4), 297.1121(1.48E6;100, C18H17O4), 279.1013(10, C18H15O3), 265.0856(30, C17H13O3), 253.0855(2, C16H13O3)	9.99	340.1546 (1.28E5)	C20H22O4N Magnoflorine	325.1302(9.21E4; 100, C19H19O4N)
	446.1550 (3.10E5)	C21H24O8N3	404.1447(2, C19H22O7N3), 386.1341(25, C19H20O6N3), 364.1522(3.00E5;100, C19H24O7)		325.1311	C19H19O4N	310.1069(5.80E4; 100, C18H16O4N), 267.0646(10, C16H11O4)
				10.14	477.1606 (2.70E5)	C20H29O13	345.1171(5.85E3; 100), 293.0860(55), 267.0857(90), 183.0649(65)
10.68	393.1154 (1.55E6)	C17H22O9Na ([M+Na] ⁺)	362.0971(20, C16H19O8Na), 231.0623(8.77E4; 100, C11H12O4Na), 185.0417(45, C6H10O5Na)				

表3 コウボクのマスペクトルデータ(5)

	539.1877 (2.64E5)						
10.76	491.1516 (2.14E5)	C22H28O11Na ([M+Na]⁺)					
				10.69	479.1554 (1.43E5)	C23H27O11	311.0756(4.37E4;100, C14H15O8), 167.0337(3, C8H7O4)
10.93	561.1929 (9.94E5)	C26H34O12Na ([M+Na]⁺)	543.1842(7, C26H32O11Na), 399.1413(2.56;100, C20H24O7Na), 365.1206(5, C16H22O8Na), 351.1048(13, C15H20O8Na), 309.0941(2, C13H18O7Na)				
				10.89	947.3013 (5.62E4)	C41H55O25 ([M+H]⁺)	811.2500(2440)(20, C33H47O23(C35H45O21)), 785.2711(2488)(4.87E4; 100, C32H49O22(C35H45O20: - Glc)), 767.2604(5), 623.2178(8)
10.96	804.2888 (2.80E6)	C35H50O20N ([M+NH4]⁺)	769.2548(3, C35H45O19), 633.2025(3.31E5,100, C27H37O17), 487.1443(10, C21H27O13), 471.1495(20, C21H27O12), 453.1389(3, C21H25O11: -Glc(+OH)), 325.0918(20, C15H17O8), 309.0969(7, C15H17O7)	11.09	785.2526 (5.45E6)	C35O45O20	649.1978(13, C27H37O18), 623.2186(1.92E4; 100, C26H39O17)
	665.2031 (9.23E5)	C29H38O16Na	503.1530(3.59E5;100, C23H28O11Na: -Glc)				
	605.2189 (3.89E6)	C28H38O13Na	590.1979(2, C27H35O13Na), 443.1679(1.26E6;100, C22H28O8Na: -Glc)				
	707.2497 (2.40E5)	C32H44O16Na	545.2000(1.20E5;100, C26H34O11Na: -Glc), 529.2050(20, C25H34O10Na), 383.1467(3, C20H24O6Na), 365.1361(20, C20H22O5Na), 347.0949(10, C12H20O10Na)				
				11.18	639.1925 (7.37E4)	C29H35O16	621.1792(15,), 503.1386(25, C21H27O14), 477.1594(2.543E4;100, C20H29O13)
				11.28	771.2349 (3.89E5)	C34H43O20	635.1814(30, C26H35O18), 609.2022(1.48E5;100, C25H37O17), 477.1598(7, C20H29O13)

表3 コウボクのマスペクトルデータ(6)

11.39	314.1755 (2.09E7)	C19H24O3N	299.1150(20), 282.1486(15, C18H20O2N), 271.1324(50, C17H19O3), 269.1169(5.59E5;100, C17H17O3), 251.1063(5, C17H15O2), 237.0905(20, C16H13O2), 211.1112(5, C15H15O), 194.1171(15,), 175.0749(15, C11H11O2), 143..0487(17, C10H7O), 107.0489(2, C7H7O)				
				11.58	299.1285 (1.10E5)	C18H19O4	258.0877(10, C15H14O4), 239.1060(4.07E4;100, C16H15O2)
					465.1397 (9.24E4)	C22H25O11	
11.72	804.2919 (2.80E6)	C35H50O20N ([M+NH4]⁺)	787.2653(25, C35H47O20), 641.2205(40), 633.2021(60, C27H37O17), 625.2122(90, C29H37O15), 479.1543(50, C23H27O11), 471.1495(C21H27O12), 453.1388(C21H25O11), 325.0917(70, C15H17O8), 309.0968(20, C15H17O7)	11.88	785.2525 (9.99E5)	C35O45O20	649.1985(25, C27H37O18), 623.2192(2.09E5; 100, C26H39O17), 605.2086(3, C26H37O16), 477.1611(10, C20H29O13), 459.1504(5, C20H27O12)
11.76	519.1832 (3.20E5)	C24H32O11Na ([M+Na]⁺)					
11.88	471.1491 (1.26E6)	C21H27O12	453.1394(20, C21H25O11), 435.1288(5, C21H23O10), 325.0916(2.36E5;100, C15H17O8), 309.0967(60, C15H17O7), 291.0861(15, C15H15O6), 273.0754(5, C15H13O5), 163.0387(20, C9H7O3)				
	647.1924 (1.87E6)	C29H36O15Na	501.1371(3.64E5; 100, C23H26O11Na: -Glc(-O)), 467.1528(7, C20H28O11Na)	12.01	623.1992 (5.84E6)	C29H35O15	477.1591(25, C20H29O13), 461.1644(1.59E4;100, C20H29O12)
	767.2698 (1.08E6)	C34H48O18Na	605.2219(8.47E5; 100, C28H38O13Na: -Glc), 575.2111(3, C27H36O12Na), 443.1680(8, C22H28O8Na)				
12.00	441.2457 (3.10E5)	C21H38O8Na	423.2370(23, C21H36O7Na), 321.2034(20, C17H30O4Na), 213.0912(3.23E3;100, C14H13O2), 197.0421(25, C7H10O5Na)				
	543.2402 (1.77E5)						

表3 コウボクのマスペクトルデータ(7)

12.08	788.2943 (3.35E5)	C35H50O19N ([M+NH4] ⁺)	753.2601(5, C35H45O18), 633.2021(3, C27H37O17), 617.2073(1.39E5;100, C27H37O16), 471.1497(10, C21H27O12), 455.1547(25, C21H27O11), 437.1440(4, C21H25O10), 309.0970(25, C15H17O7), 293.1021(7, C15H17O6)				
				12.14	609.1833 (2.74E5)	C28H35O15	473.1281(10, C20H25O13), 447.1492(1.33E5; 100, C19H27O12), 315.1066(5, C14H19O8)
				12.19	769.2573 (3.41E5)	C35H45O19	649.1962(20, C27H37O18), 623.2170(2.00E5;100, C26H39O17), 605.2067(10, C26H37O16), 477.1595(3, C20H29O13), 459.1490(3, C20H27O12)
				12.43	799.2674 (2.11E5)	C36H47O20	649.1982(10, C27H37O18), 623.2197(7.89E4;100, C26H39O17), 605.2087(10, C26H37O16)
12.47	591.2034 (1.46E6)	C27H36O13Na	573.1949(2, C27H34O12Na), 561.1946(50, C26H34O12Na), 543.1843(7, C26H32O11Na), 429.1522(2.01E5;100, C21H26O8Na: -Glc), 399.1414(10, C20H24O7Na), 381.1156(15, C16H22O9Na), 365.1206(20, C16H22O8Na), 363.1049(15, C16H20O8Na), 351.1049(40, C15H20O8Na), 337.0893(20, C14H18O8Na), 232.0701(8, C11H13O4Na)				
				12.83	359.1495 (5.36E5)	C20H23O6	341.1376(2.77E5;100, C20H21O5), 329.1381(40, C19H21O5)
12.72	545.1979 (3.99E6)	C26H34O11Na	515.1882(3, C25H32O10Na), 383.1465(2.92E4;100, C20H24O6Na), 365.1359(5, C20H22O5Na)				
	737.2597 (1.29E5)						

表3 コウボクのマスペクトルデータ(8)

12.76	439.1570 (4.75E5)	C19H28O10Na ([M+Na] ⁺)	349.1254(3, C16H22O7Na), 317.0839(10, C11H18O9Na), 307.1149(2.38E4;100, C14H20O6Na)				
				13.07	417.1554 (4.70E5)	C22H25O8	402.1301(3.92E4;100, C21H22O8), 371.1477(20, C21H23O6), 181.0492(50, C9H9O4), 166.0259(13, C8H6O4)
					579.2092 (3.20E5)	C28H35O13	417.1537(2.13E5;100, C22H25O8: -Glc)
					741.2616 (7.00E4)		
12.96	547.2134 (5.27E5)	C26H36O11Na	532.1924(7, C25H33O11Na), 457.1837(5, C23H30O8Na), 427.1730(3, C22H28O7Na), 385.1621(9.24E4;100, C20H26O6Na), 322.1025(2, C14H19O7Na)				
12.99	765.2543 (3.58E6)	C34H46O18Na	603.2062(2.10E6;100, C28H36O13Na: -Glc), 441.1523(5, C22H26O8Na: 603-Glc)				
	760.2994 (3.81E5)	C34H50O18N	741.2753(5), 711.2657(13), 701.9796(5), 621.8200(4), 597.23219(20, C32H37O11), 419.1703(50, C22H27O8), 401.1597(80, C22H25O7), 379.1362(25), 265.1067(8.57E3;100, C14H17O5), 235.0961(15)				
				13.22	607.2038 (4.93E5)	C29H35O14	461.1651(6.08E4;100, C20H29O12)
13.03	781.2276 (9.96E4)						
13.11	631.1979 (1.86E5)	C29H36O14Na					
13.15	591.2035 (3.62E5)	C27H36O13Na					
	626.2429 (1.63E5)	C29H40O14N					
13.15	605.2190 (3.89E6)	C28H38O13Na	590.1973(2), 575.2104(20), C27H36O12Na, 443.1678(1.40E5;100, C22H28O8Na)				

表3 コウボクのマススペクトルデータ(9)

	721.2296 (9.36E4)						
				13.42	637.2145 (4.14E4)	C30H37O15	461.1653(2.93E4;100, C20H29O12)
					863.2987 (9.68E4)	C41H51O20	701.2449(4.64E4; 100, C35H41O15), 505.1714(40, C25H29O11)
13.35	887.2900 (2.36E5)						
				13.52	521.2596 (1.37E)	C24H41O12	389.2160(1.90E4;100, C19H33O8)
13.38	356.1860 (3.15E6)	C21H26O4N	311.1276(90, C19H19O4), 296.1039(20, C18H16O4), 285.0094(1.67E6,100,), 266.9988(25)				
13.50	503.1517 (3.77E5)	C23H28O11Na	335.0735(4.73E4;100, C14H16O8Na)				
13.54	545.1980 (1.66E6)	C26H34O11Na	515.1893(3, C25H32O10Na), 471.2203(7, C21H36O10Na), 383.1465(1.12E5;100, C20H24O6Na), 365.1360(5, C20H22O5Na)				
13.58	642.2374 (1.09E6)	C29H40O15N	625.2137(45, C29H37O15), 607.2030(7, C29H35O14), 589.1921(5, C29H33O13), 571.1816(2, C29H31O12), 479.1547(35, C23H27O11: 625-Glc(-O)), 471.1499(9.19E4;100, C21H27O12), 453.1392(20, C21H25O12), 435.1285(5, C21H23O10), 325.0916(45, C15H17O8), 309.0966(25, C15H17O7), 301.1279(3, C14H21O7)	13.67	623.1992 (1.04E6)	C29H35O15	487.1439(15, C21H27O13), 461.1650(1.17E5;100, C20H29O12), 443.1541(7, C20H27O11), 315.1067(10, C14H19O8), 297.0962(5, C14H17O7), 261.0751(10, C14H13O5)
					461.1669 (1.77E5)	C20H29O12	315.1069(5.10E4; 100, C14H19O8),
					161.0240 (1.43E5)	C9H5O3	133.0286(3.41E4;100, C8H5O2)
					357.1341 (1.02E5)		
	619.1979 (4.04E5)	C28H36O14Na					

表3 コウボクのマススペクトルデータ(10)

13.62	401.1570 (7.70E5)	C20H26O7Na	386.1336(25, C19H23O7Na), 353.1359(1.80E4;100, C19H22O5Na), 204.0753(45, C10H13O3Na)				
13.74	485.1776 (5.30E5)	C24H30O9Na	467.1685(3, C24H28O8Na), 353.1571(7, C16H26O7Na), 323.1252(2.19E4;100, C18H20O4), 185.0416(10, C510O5Na)				
13.78	575.2086 (6.48E5)	C27H36O12Na	545.1996(10, C26H34O11Na), 413.1572(1.17E5;100, C21H26O7Na: -Glc), 335.0948(20, C11H20O10Na), 309.0943(20, C13H18O7Na)				
13.90	401.1571 (7.70E5)	C20H26O7Na	386.1339(55,), 353.1359(7.54E3;100, C19H22O5Na), 204.0753(90, C10H13O3Na), 197.0445(10)				
				14.11	403.1397 (1.03E5)	C21H23O8	241.0854(2.61E4;100, C15H13O3: -Glc)
14.19	743.2866 (1.18E5)	C36H48O15Na	581.2367(1.14E5;100, C30H38O10Na: -Glc)				
14.27	501.1723 (1.33E5)	C24H30O10Na	483.1631(7, C24H28O9Na), 399.1050(10, C19H20O8Na), 339.1203(3.46E4;100, C18H20O5Na: -Glc)				
14.39	625.2242 (1.70E5)	C31H38O12Na	595.2159(80, C30H36O11Na), 577.2051(95, C30H34O10Na), 428.1443(1.29E4; 100, C21H25O8Na), 415.1363(60, C20H24O8Na), 205.0467(65, C9H10O4Na)				
				14.56	609.1831 (3.80E5)	C28H35O15	477.1382(13, C23H25O11), 447.1492(1.15E5; 100, C19H27O12), 315.1067(15, C14H19O8)
14.56	429.1518 (8.80E5)	C21H26O8Na	399.1428(17, C20H24O7Na), 381.1310(20, C20H22O6Na), 245.0781(7, C12H14O4Na), 232.0702(1.39E5;100, C11H13O4Na), 217.0467(3, C10H10O4Na)				

表3 コウボクのマススペクトルデータ(11)

				14.70	417.1553 (6.88E5)	C22H25O8	402.1304(85, C21H22O8), 371.1480(20, C21H23O6), 181.0493(9.17E4;100, C9H9O4), 166.0260(30, C8H5O4), 151.0026(15, C7H3O4)
14.64	603.2033 (3.51E6)	C28H36O13Na	572.1871(7, C27H33O12Na), 441.1521(1.31E5;100, C22H26O8Na), 339.1048(5, C12H20O8Na), 309.0942(15, C13H18O7Na)				
	619.1786 (1.71E5)						
14.72	991.3409 (1.39E5)	C52H56O18Na					
				14.90	791.2406 (1.22E5)	C37H43O19	629.2242(7, C32H37I3), 479.1562(4.82E4;100, C23H27O11), 311.0766(20, C14H15O8)
				14.95	575.1986 (1.13E5)	C25H35O15	
14.84	599.1939 (1.02E5)						
	594.2378 (1.09E5)						
14.88	815.2355 (1.88E5)	C37H44O19Na	653.2198(13, C32H38O13Na), 575.1730(2, C26H32O13Na), 503.1520(1.28E5;100, C23H28O11Na)				
14.96	725.2395 (7.31E5)	C35H42O15Na	707.2331(2, C35H40O14Na), 677.2221(15, C34H38O13Na), 557.1636(8.64E4;100, C26H30O12Na), 529.1685(25, C25H30O11Na), 497.1422(13, C24H26O10Na), 455.1314(3, C22H24O9Na), 413.1208(10, C20H22O8Na), 361.0895(10, C15H18O8Na)				

表3 コウボクのマスペクトルデータ(12)

	642.2380 (1.36E6)	C29H40O15N ([M+NH4])	625.2136(1.64E5;100, C29H37O15), 607.2031(10, C29H35O14), 571.1818(5, C29H31O12), 479.1548(60, C23H27O11: 625-Glc(-O)), 471,1500(70, C21H27O12), 463.1602(5, C23H27O10: -Glc), 435.1287(20, C21H23O10), 417.1180(3, C21H21O9), 325.0916(40, C15H17O8), 309.0966(7, C15H17O7)	15.04	623.1987 (3.26E6)	C29H35O15	477.1382(7, C23H25O11: -Glc(-O)), 461.1645(2.24E5; 100,), 315.1069(15, C14H19O8)
	647.1931 (1.87E6)	C29H36O15Na ([M+Na])	501.1372(4.06E5;100)		461.1664 (4.94E5)		315.1067(1.62E5; 100, C14H19O8),
15.32	769.2646 (6.53E5)	C37H46O16Na	739.2596(15, C36H44O15Na), 607.2162(1.60E5;100, C31H36O11Na), 589.2053(2, C31H34O10Na), 483.1630(2, C24H28O9Na), 410.1337(5, C21H23O7Na), 213.0876(2)				
15.40	755.2492 (1.15E5)						
				15.52	267.1022 (1.21E5)	C17H15O3	249.0906(1.59E4; 100, C17H13O2)), 239.1063(35, C16H15O2)
					249.0916	C17H13O2	
					315.1234 (1.32E5)	C18H19O5	297.1111(7, C18H17O4), 267.1010(4.29E4; 100, C17H15O3)
				15.64	241.0861 (1.06E4;100)	C15H13O3	223.0750(1.46E4;100, C15H11O2), 197.0958(15, C14H13O)
				15.72	403.1396 (1.92E5)	C21H23O8	241.0855(1.06E5;100, C15H13O3)
				15.94	267.1022 (1.21E5)	C17H15O3	249.0906(1.59E4;100), 2391063(27, C16H15O2)
				16.02	315.1234 (1.75E5)	C18H19O5	267.1010(4.29E4;100, C17H15O3)
					249.0914 (6.51E4)	C17H13O2	231.0798(65, C17H11O), 221.0955(5.48E3; 100, C16H13O),
				16.22	607.2042 (1.83E5)	C29H35O14	461.1652(3.00E4; 100, C20H29O12),

表3 コウボクのマススペクトルデータ(13)

				16.32	549.2924 (2.36E5)	C26H45O12	417.2457(5.8E4; 100, C21H37O8: -Pen),
				16.51	549.2922 (1.99E5)	C26H45O12	417.2475(4.40E4; 100, C21H37O8: -Pen),
16.21	777.3059 (1.11E5)		759.3015(7.), 729.2908(35), 593.2366(7), 581.2361(63), 565.2055(15), 428.1808(70), 397.1623(2.51E4; 100), 384.1548(15), 300.1908(5), 213.0806(13)				
16.21	573.2870 (2.30E5)		555.2783(2), 335.0948(1.40E5;100), 317.0841(3), 275.0734(2), 213.0811(2)				
16.25	829.2856 ()						
16.78	995.3458 (1.93E5)	C48H60O21Na	965.3414(3, C47H58O20Na), 833.2991(7.28E4;100, C42H50O16Na: -Glc), 798.2701(33, C38H47O17Na), 769.2677(4, C37H46O16Na), 709.2463(3, C35H42O14Na), 637.2253(15, C32H38O12Na), 619.2151(3, C32H36O11Na), 439.1363(5, C22H24O8Na), 300.115(3, C14H29O5Na)				
	607.2136 (3.90E6)		586.2051(20), 577.2050(80), 559.1943(35), 524.9633(25), 511.1731(2), 442.9598(2), 423.1414(10), 410.1336(3.44E4;100), 392.1230(20), 381.1313(325.1043), 300.2025(4), 213.0846(10)				
				17.45	711.3447 (1.00E5)	C32H55O17	579.3005(1.90E4;100, C27H47O13), 549.2903(20, C26H45O12: -Glc), 417.2475(45, C21H37O8)
					299.1281 (6.95E4)	C18H19O4	239.1063(2.20E4;100, C16H15O2)
				17.67	529.2660 (5.55E5)	C26H41O11	397.2216(7.65E4;100, C21H33O7: -Pen)

平成26年度厚生労働科学研究費補助金（創薬基盤推進研究事業）
薬用植物栽培並びに関連産業振興を指向した薬用植物総合情報データベースの
拡充と情報整備に関する研究（H25-創薬-指定-006）
分担研究報告書

分担研究課題 成分分析データ、遺伝子鑑別情報及び国際標準化情報に関する研究
－ISO/TC249 における東アジア伝統医学の国際標準化－
～植物薬分野の動向～

研究分担者 袴塚 高志 国立医薬品食品衛生研究所生薬部 部長
研究協力者 新井 一郎 日本薬科大学薬学部 教授
研究協力者 伊藤美千穂 京都大学大学院薬学研究科 准教授

ISO 専門委員会 TC249 の第 5 回総会及びそれに伴う作業グループ会議は、平成 26 年 5 月 26～29 日に京都で開催された。総会に伴い、植物薬の原材料に関する作業グループ（WG1）及び工業製品に関する作業グループ（WG2）の WG 会議も開催された。WG2 ではこの他に、平成 26 年 11 月 26 日に web 会議、平成 27 年 2 月 12～13 日にベルリンにて第 8 回会議が開催されている。第 5 回総会では国際規格作成に向けて作業中の提案及び新規に国際規格作成の審議対象候補として挙げられた提案が審議された。また、ISO/TC249 設立当初からの懸案である専門委員会のタイトル（表題）及びスコープ（所掌範囲）について議論された。本報告では、平成 26 年度における植物薬分野での議論の推移について記述する。

A. 研究目的

ISO は 1947 年に発足した国際機関であり、2015 年 2 月の時点で 163 の国や地域が参加し、廃止・休止したものも含めて 293 の専門委員会（Technical Committee: TC）において議論が進められている。ISO の設立の目的は、世界における標準化及び関連活動の発展の促進であり、これにより物資及びサービスの国際的な取引を容易にすること、及び知的、科学的、技術的及び経済的活動の分野における協力を深めることを目指している。一方、TC249 は 2009 年設立の若い専門委員会であり、幹事国の中国により、世界中に広まる中国伝統医学の正しい実践と製品及びサービスの良好な流通のために

国際規格が必要、との趣旨の下に設立された。

古代中国医学に端を発する東洋伝統医学は、優れた医学体系であり、中国、日本、韓国のそれぞれの環境で長い年月をかけて発展、成熟し、それぞれの国民の健康維持及び増進に貢献してきた。中国伝統医学、漢方医学、韓医学は、それぞれ国の医療制度において管理され、また、そこで使用される生薬及び処方それぞれの薬局方等の公定書に収載されている。それぞれの国民の安全性に関わる以上、似ている部分を摺り合わせて統一化、標準化することは難しく、TC249 における国際規格の作成は、様々な問題を包含している。TC249 の設立の経

緯及び TC249 が抱える問題点については、本研究班の平成 25 年度分担研究報告書に詳述した。

本報告書では、平成 26 年 5 月の第 5 回 ISO TC249 全体会議、及びその会期中に開催された第 5 回 ISO TC249 植物薬の原材料に関する作業グループ (WG1) 会議及び第 7 回工業製品に関する作業グループ (WG2) 会議、さらに、平成 26 年 11 月に開催された WG2 web 会議、そして平成 27 年 2 月に開催された第 8 回 ISO TC249 WG2 会議の内容について報告する。

B. 研究方法

1. 第 5 回 ISO TC249 全体会議

本会議は、平成 26 年 5 月 26 及び 29 日に、12 カ国、2 団体より 205 名が参加して京都 Hyatt Regency Kyoto で開催された。植物薬分野での日本側の参加者は、袴塚 (国立医薬品食品衛生研究所)、伊藤 (京都大学)、新井 (日本薬科大学)、川原、柴田 (医薬基盤研薬用植物資源研究センター)、池田 (健康食品規格協会)、浅間、塩本、富塚、吉村 (日本漢方生薬製剤協会)、佐々木 (日本東洋医学サミット会議)、山本 (日本規格協会)、柳川 (東京大学) の 13 名であった。本会議のスケジュールを別紙 1 に示した。

2. 第 5 回 ISO TC249 WG1 会議

本会議は、第 5 回 ISO TC249 全体会議の会期中の平成 26 年 5 月 27 日に同じホテルにて開催された。日本側からは総会と同様のメンバーが参加した。本会議のスケジュールを別紙 2 に示した。

3. 第 7 回 ISO TC249 WG2 会議

本会議は、第 5 回 ISO TC249 全体会議の会期中の平成 26 年 5 月 28 日に同じホテルにて開催された。日本側からは総会と同様のメンバーが参加した。本会議のスケジュールを別紙 3 に示した。

4. ISO TC249 WG2 web 会議

本会議は、平成 26 年 11 月 26 日に開催され、日本は FUKURACIA 東京ステーションにて対応した。日本側の参加者は、新井、池田、塩本、富塚、佐々木の 5 名であった。

5. 第 8 回 ISO TC249 WG2 会議

本会議は、平成 27 年 2 月 12 日～13 日にベルリン DIN にて開催された。日本側の参加者は、袴塚、伊藤、新井、池田、富塚、佐々木、田中 (日本東洋医学サミット会議) の 7 名であった。本会議のスケジュールを別紙 4 に示した。

C. 研究結果

1. 第 5 回 ISO TC249 全体会議

下記の 2 つの国際規格が成立発行されたことが報告された。

- ISO 17218:2014 (Sterile acupuncture needles for single use)
- ISO 17217-1:2014 (Traditional Chinese medicine -- Ginseng seeds and seedlings -- Part 1: Panax ginseng C.A. Meyer)

アールペーダ医学を TC249 のスコープに入れるかどうか議論され、後日、投票を行うこととされた。また、TC249 のスコープについては、次の全体会議で再び議論されることとなった。

新たに、各 WG の世話人 (Convenor) から構成される Work Coordination Group が設置され、WG 間の情報交換を計り、議長の TC249 運営を支えるものと位置づけられた。

TC249 のスコープをサービスに拡張するよう提案され、議論の結果、教育サービスへの拡張は見送られた。また、機器及び医薬品の安全性及び流通に関するサービスはスコープに入れることとしたが、機器及び医薬品の医療における実践や応用については入れないこととされた。

本会期中に、別紙 5 に示す国際規格案が各 WG で審議され、また、別紙 6 に示す規格案が NP 投票に進むこととされた。

2. 第5回 ISO TC249 WG1 会議

各提案に関して以下の議論があった。

「*Panax notoginseng* の種子種苗」(中国)に関する提案は、種子種苗の多国間の比較が足りないこと等を指摘されたが、修正の上で NP 投票を進むこととされた。ただし、種子種苗でこれ以上提案が限度なく増えることを危惧した国々から、優先順位を決めて制限を付けるべきとの意見が出された。

「Geo-herb 道地生薬」(中国)の提案は、特定の地域でのみ生産されるものは ISO の国際規格の対象にはならない、との ISO Technical Programme Manager の解説があり、先に進まないこととなった。

「Dao-di herbs - Cistanches Herba from Alxa league 道地生薬—ニクジュヨウ」(中国)の提案も同様の理由で先に進むことはないが、道地生薬としてではなく、ニクジュヨウ自体の提案であれば再考の余地ありとされた。

「Geo-authentic Traditional Chinese Medicine - *Artemisiae Argyi Folium* in Qizhou」(中国)の提案は、道地生薬としての性質を排除し、WG4 の灸関連機器の提案との連携を取ることを条件に、修正の上で NP 投票を進むこととされた。

「Quality of *Radix Notoginseng* の根の品質」(中国)の提案には、日本から、各国の法律で規制されている生薬の品質について国際標準で規定するべきではない、との反対意見が出され、タイトルから quality を削除すること、生産地と品質の関連のデータを収集し説明することを条件に、修正の上で NP 投票を進むこととされた。

「Seed and seedlings of *Salvia miltiorrhiza* Bunge 丹参の種子種苗」(中国)の提案は、修正の上で NP 投票を進むこととされた。

「Ginseng seeds and seedlings - Part 2: *Panax quinquefolius ginseng* アメリカ人参の種子種苗」(カナダ)の提案は、Form 4 として正式な提案の形に仕上げることを勧め

られた。

3. 第7回 ISO TC249 WG2 会議

NP 投票を通過した以下の3つの提案に関して以下の議論があった。

「Quality and safety of natural materials and manufacturing products」(ドイツ)の提案については、範囲が広いため、1) 確認試験、2) 重金属の評価、3) 残留農薬の評価、4) 微生物汚染の評価、5) アフラトキシン、6) 保存剤分析、7) 毒性物質の定量、の7つに分担して情報収集した上で提案を仕上げることとされた。

「General requirements for manufacturing process」(日本)の提案については、マネジメントシステムとの区別に留意しながら WD を仕上げることとされた。

「Requirements for industrial manufacturing process of red ginseng」(韓国)については、WD がほぼ仕上がっていることから、final WD に向けて精査することとされた。

また、今回新たに日本及び韓国から提出された生薬及び生薬製品のラベリングに関する提案は、内容について日韓で協議しながら進めることとされた。

さらに、「Analytical method of single herb products for herbal decoction/preparation」(韓国)の提案は、国際規格にする意義が見出せず、廃案とされた。

4. ISO TC249 WG2 web 会議

「Quality and safety of natural materials and manufacturing products」(ドイツ)の提案については、分担に関する報告が説明され、WD の作成を進めることとされた。

「Requirements for industrial manufacturing process of red ginseng」(韓国)については、ニンジンのサイズにより蒸す条件を変えたり、熱風乾燥の条件を設定したり、改善されたことが報告された。

日韓のラベリングの提案について、WG5 のコーディング提案との連携を取ることを