

## 生藥의 品質管理의 現況

元 道 喜  
 國立保健研究院

### Current Status in Quality Control of Oriental Drugs

Do Hi Won

Korean National Institute of Health, Seoul, Korea

#### 한방 제제의 품질관리 현황

한방약은 옛날부터 동양의 약품으로서 가장 긴 역사를 가졌으나 그 제조방법이나 복용방법 혹은 사후 품질 관리면에 가장 많은 문제점을 제시하고 있기 때문에 근대 의약품으로 발전상이 만족할 만한 것이 없다.

그 이유로 한방제제는 다려서 먹는 것이 그 대표적인 복용방법이고 함량을 분석할 수 없기 때문인 것이다. 그러나 양약의 안전성 문제가 제기됨으로 인하여 안전성이 높은 한약제제의 개발이 더욱 필요하게 되는 요즈음에는 그 복용방법도 환제 정제 산제 정제 주사제 등의 제형으로 변화하였다. 이에 비례하여 학계나 제조업체에서도 품질관리면에 많은 관심과 개선책을 도모하고 있는 실정이다. 근래 2년동안 국립보건연구원의 의약품 기준 검토사항은 1973년에 총 90건에서 1974년도 4월까지 총 80건수에 달하고 있는 것으로 보아도 생약의 개발이 장래에는 더욱 증가 될 것으로 보아짐으로 우수한 한방제제를 개발하기 위해서는 과학적인 분석방법과 제조공정이 요구되나 아직도 그 뚜렷한 방법이 구체적으로 정립된 것이 별로 없다. 1969~1973년까지 약진품외에 205종에 달하는 원료생약의 규격화가 제시되었고 1972년 54종 생약에 대하여 12개 성분군으로 T.L.C. 방법에 의한 확인 검정법이 제시되었을 뿐이다. 이러한 방법을 기초로 하여 생약제제의 기준 및 시험방법이 작성되고 있으나 연자는 여러 문제점으로 되어 있었던 생약제제 중 부자의 aconitine, 황벽, 황련의 berberine 과 curcumin, 스코폴리아의 scopolamine, aescin, coumarin 의 함량시험법과 정유제통의 T.L.C 방법에 의한 검정법을 처방을 비교하면서 제시하고자 한다.

#### 예규 72호 : 의약품등 시험기준 및 시험방법 검토 의뢰서 심사지침

1972. 11. 1

##### 생약제

##### 기준

1. 외관 또는 성상
2. 확인 : 처방중 효능 및 효과와 관련하여 주성분이 라고 인정되는 생약과 독성 성분 함유생약
3. 함량 : 처방중 효능 및 효과에 관련하여 주성분이 라고 인정되는 1성분 이상의 생약 및 독성 성분 함유생약 단 보사부 고시 제233호 (1969.6.7) 기성 한약서에 대한 잠정규정에 의한 기성 한약서에 수재된 의약품과 수출품에 한하여 시험이 불가능할 경우에 이를 생략할 수 있다.
4. 봉해도 : 대한약전
5. 중량편차 : 대한약전
6. 내용량 : 상법
7. 엑기스 : 다만 효능 및 효과와 관련되는 주성분의 품질관리가 가능한 경우에는 이를 생략할 수 있다. 이 시험은 수성 엑기스, 묽은 에탄올 엑기스, 에텔 엑기스, 기타의 엑기스 시험 중 필요한 기준을 설정하되 그 최대 허용 한도는 다음과 같다.

기준 평균치	허용 한도
25%이상	±10%
15~25%	±15%
10~15%	±20%
6~10%	±25%
3~6 %	±30%
1~3 %	±40%
0.5~1%	± 5%

8. 회분, 비중, pH 및 증발 잔류물: 효능 효과와 관련되는 주성분의 품질관리가 가능한 경우에는 회분 및 증발 잔류물은 생략할수 있으며 원료생약이 엑기스 추출물질일 경우 회분을 생략할수 있다.
9. 산 불용성 회분: 상한치를 설정
10. 정유: 하한치를 설정
11. 알코올수: 대한약전
12. 메탄올 및 아세톤: 대한약전
13. 안정도: 수출품에 한함
14. 건조감량: 대한약전

### 부자 중 의 Aconitine의 확인

분리방법: 상승법

흡착제: alumina G 0.25mm층

전개용매: cyclohexane:diethylamine:CHCl<sub>3</sub>=6:1:3

표준액조제: 표준품 aconitine(E. Merck)10mg을 CHCl<sub>3</sub> 30ml에 녹인 액

검액조제: i) 정제, 산제, 환제 및 칼셀제고운 가루로 하여 부자로써 200mg에 해당량을 정밀히 취하여 200ml 공진 후라스크에 넣고 10% 암모니아수 8ml CHCl<sub>3</sub> 40ml를 가하여 격렬하게 진탕하고 20°에서 24시간 방치 한 후 트라칸다말 1.5g을 가하여 다시 격렬하게 진탕하여 투명하게 분리된 CHCl<sub>3</sub> 층을 취하고 이를 검액으로 한다.

발색제: DRAGENDORFF 시액

조작: T.L.C 상법에 준한다.

### 염부자 중 의 Aconitine 함량

표준액 조제: 표준품 aconitine (E. Merck) 12.5mg을 취하여 CHCl<sub>3</sub> 5mg에 녹여서 100ml 용량 후라스크에 넣고 CHCl<sub>3</sub> 을 가하여 정확히 100ml가 되도록 한다. 이 액 1ml를 취하여 100ml용량 후라스크에 넣고 CHCl<sub>3</sub> 을 가하여 100ml가 되게 한다. 이 액 10ml (12.5 $\gamma$ /ml)을 정확히 취하여 증발 농축하여 잔사를 CHCl<sub>3</sub> 5ml에 녹인액

검액조제: i) 정제, 산제, 환제 및 칼셀제. 이액 20칼셀 이상을 취하여 그 무게를 달고 염부자로써 250mg에 해당하는 양을 정밀히 취하여 200ml의 공진 후라스크에 넣고 10% ammonia 수 8ml, CHCl<sub>3</sub> 80ml를 가하여 격렬하게 진탕한 후 20°(상온)에서 24시간

방치한다. 여기에 트리칸다말 1.5g을 가하여 강하게 진탕한 후 투명하게 분리된 CHCl<sub>3</sub>층을 분액 여두에 넣는다.

잔사는 CHCl<sub>3</sub> 30ml씩으로 3~4회 진탕 세척한다. (MEYER 시액에 두반응)전 CHCl<sub>3</sub> 층을 분액 여두에 옮기고 들 50ml를 가하여 세척한후 분리된 CHCl<sub>3</sub>층을 취한다. 이 CHCl<sub>3</sub> 액을 60°이하의 수욕중에서 공기를 통하면서 증발 농축 건고한다. 이 잔사를 CHCl<sub>3</sub> 5ml에 녹인액

조작: 상법의 Preparative T.L.C.에 준한다. 표준액 및 검액 0.2ml를 정확히 랩다파이킷으로 취하여 박층판에 표준액 2곳, 검액 1곳에 걸적한후 20도에서 풍건한후 전개용매중에서 전개한다.

밑으로부터 10cm 위치까지 전개된 후 표준액 판 1개에 발색제 (DRAGENDORFF 시액)을 분부하여 aconitine의 위치를 확인한후 표준액 및 검액의 동일 위치의 alumina G 층을 편도칼로 모아서 95% 메탄올 8ml에 정확히 용해하여 원심분리 한 후 상등액을 가지고 메탄올을 건조액으로 하여 파장 231m $\mu$ 에서 흡광도 검액(T) 표준액(S)을 측정한다.

$$\text{aconitine의 양(mg)} = \text{표준품 aconitine 양(mg)} \times \frac{E_T}{E_S}$$

박층: alumina G 0.25mm층

전개용매: cyclohexane:CHCl<sub>3</sub>:diethylamine=6:3:1

### 1. Berberine확인(황벽, 황련)

분리법: 상승법

흡착제: silica gel G

전개용매: n-부탄올:빙초산:물=10:1:3

혹은 CHCl<sub>3</sub>:diethylamine=9:1

발색제: 드라겐돌프시액 혹은 요오드증기, UV Scanning  
표준액조제: 염화베르베린(표준품) 약 10ml을 메탄올 100ml에 용해한 액

검액조제: 정제 산제 칼셀제 환제 고운 가루로 하고 황벽 300mg에 해당하는 검체를 취하여 쪽시렌 추출기에 넣어 잔사를 N-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 시액 20ml를 가하여 녹이고 여과 한다. 여액을 6N 수산화암모늄 시액으로 알칼리성이 되게 한 후 CHCl<sub>3</sub> 50ml로 진탕 추출한 후 이액을 수욕상에서 농축한 잔사를 메탄올에 용해한 액을 검액으로 한다.

ii) 액체제: 본품을 수욕상에서 농축한후 i)항에 준하여 한다.

함량 시험법

1. Berberine(황벽, 황련)

1) 시약 및 시액

2% 요오드화칼륨시액(KP II)

N-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(KP II)

표준액 조제 : 염화베르베린(표준품)을 105°건조기중에서 4시간 동안 건조한 후 메시케타 중에서 방냉 후 약 30mg을 정밀히 달아 검액과 동일하게 조작하여 정확히 100ml로 한다.

2) 정량법

i) 정제 산제 칼셀제 환제

본품 20환 이상을 취하여 정평한후 분말로 하고 황벽 3g에 해당하는 검체를 정확히 취하여 썬시렌 추출기에 넣어 메탄올 약 150ml로 추출한다. 추출의 종말점은 여지내의 검체가 메탄올로 추출됐을때 MEYER 시액에 의해 침전이 인정되지 않을때로 한다.

메탄올 추출액을 수욕상에서 증발 농축한다. 농축물에 N-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 시액 20ml를 가하여 녹이고 여과한다. 잔류물에 N-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>시액 10ml로 잘 씻는다. 여액과 씻은 액을 합하여 분액여두에 옮기고 6N 수산화암모늄 시액으로 알카리성이 되게 한 후 CHCl<sub>3</sub> 50ml 씩으로 3회 진탕 추출한다. 수층을 다시 CHCl<sub>3</sub> 10ml씩으로 2회 씻고 CHCl<sub>3</sub>추출액 전부 합하여 수욕상에서 증발 농축한다. 잔사에 물 : 메탄올(8 : 1) 혼합액을 가하여 녹이고 전량을 정확히 100ml로 한다. 이액을 검액으로 한다.

조작 : 상기 검액과 표준액을 각각 따로 따로 50ml씩을 정확히 취하여 2% 요오드화칼륨시액 10ml를 가하고 흔들어서 석출한 요오드화수소산 베르베린을 원심분리하여 그 잔류물을 2% 요오드화칼륨액으로 3회 씻은다음 용량 후라스크에 옮겨 물 50ml 10% HCl 10ml를 가하여 가열하고 후라스크의 침전을 완전히 용해하고 물을 가하여 전량을 정확히 500ml로 한다(필요시여과)

측정 : 상기 조작액을 파장 420mμ, 층장 10mm 셀로 흡광도 E<sub>s</sub> 및 E<sub>T</sub>를 측정함.

황벽중의 Berberine량(mg)=염화 Berberine(mg)

$$\times \frac{E_T}{E_s} \times \frac{353.36}{389.86}$$

ii) 액체제 : 본품중 황벽 300mg에 대응량을 취하여 농축한 후 i) 항에 준한다.

Scopolamine확인(다투라, 스코폴리아엑기스)

분리법 : 상승법

흡착제 : silicagel G

전개용매 : cyclohexane:dimethylamine=9:1

혹은 chloroform : 아세톤 : 메탄올 : 강압모니아수 =73 : 10 : 15 : 2

발색제 : 염화백금시액 드라겐돌프시액

i) 염화백금시액 조제 : H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub> 10%의 수용액 3ml를 H<sub>2</sub>O 97ml에 가하고 다시 6% KI액 100ml를 혼합함(갈색병에 보존)

ii) 드라겐돌프시액 : 차질산창연 2g을 소량의 염산에 용해시켜 암모니아수를 가하여 생성된 수산화창연을 여과하고 수세후 다시 소량의 염산을 가하여 여기에 사용할때 KI 2g을 함유한 60% 초산을 가하여 전량 50ml로 한다.

표준액 조제 : hyoscyamine · HBr(표준품), scopolamine. HBr(표준품) 각 약 10mg을 물 100ml에 녹인액

검액조제 : i) 산제 정제 환제

가루로 한후 스코폴리아 엑기스 30mg에 해당량을 취하여 암모니아수 5ml 및 CHCl<sub>3</sub> 20ml를 가하여 3회 진탕 추출 분리한 CHCl<sub>3</sub>층을 저온에서 농축하여 잔사를 d-HCl 10ml에 녹인액

ii) 액체제

본품중 스코폴리아엑기스 30mg에 해당량을 취해 수욕상에서 농축한후 1항에 준한다.

3. Scopolamine(스코폴리아 엑기스, 다투라)

1) 시약 및 시액

N-황산 : 대한약전

Brome thymol blue시액 : brome thymol blue 0.15g 및 무수 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.15g을 물에 녹여 100ml로 한다.

완충용액(pH 7.5) : 대한약전

표준액조제 : 표준품 hyoscyamine · HBr, scopolamine. HBr 50mg을 취하여 100ml 용량 후라스크에 넣어 물로 채워 정확히 100ml로 만든다.

이액 1ml를 취하여 물 20ml와 함께 분액여두에 넣고 암모니아 알카리성으로한후 CHCl<sub>3</sub>로 추출한후 이하 검액조제와 동일하게 한액을 표준액 50ml로 한다.

2) 정량법

i) 산제, 정제, 칼셀제, 환제

본품 20정 이상을 취하여 평량한후 가루로 하고 스크폴리아엑기스 50mg에 해당량을 정밀히 삼각 후라스크에 취하고 강 ammonia수 10ml 및 CHCl<sub>3</sub> 50ml 를 넣어 환류 냉각하면서 저온에서 2 시간 동안 추출한다. 이 액을 밤냉한후 여과한다. 잔사는 2회 반복 조작한후 여과하고 전 CHCl<sub>3</sub>액을 합하여 분액 여두에 옮긴후 N-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 용액 20ml 를 넣어 진탕추출 분리한후 산성층을 취하여 암모니아 알칼리성으로 한후 다시 CHCl<sub>3</sub> 3 ml 로 3 회 추출한 전 CHCl<sub>3</sub> 층액을 취하여 부수망초 3g 으로 탈수시킨후 이액을 저온에서 휘산시킨후 잔사를 메탄올 30ml에 녹인 후, 메탄올을 채워 정확히 50ml 가 되도록한다.

조작 : 검액 표준액 각 5ml씩을 정확히 취하여 brome thymol blue 1ml 및 원층액 (pH 7.5) 20ml를 넣은 100ml 분액여두에 넣고 CHCl<sub>3</sub> 20ml 와 함께 12분 간 흔들어 준다. 이를 방치하여 두상을 분리한 후 CHCl<sub>3</sub> 층을 100ml 용량 후라스크에 넣는다. 위 조작을 2회 반복 추출하여 용량 후라스크에 넣고 alcohol 성 분산용액 20 ml를 가하고 다시 alcohol 을 가하여 정확히 100ml 가 되도록 한다. 검액 표준액의 상기액을 층장 10mm 셀로 파장 436m $\mu$  에서 CHCl<sub>3</sub> 을 대조하여 흡광도 E<sub>T</sub> 및 E<sub>s</sub> 를 측정한다.

hyoscyamine의 양(mg) = hyoscyamine · HBr

$$\text{표준품량(mg)} \times \frac{E_T}{E_S} \times \frac{1}{100} \times \frac{289.38}{370.28}$$

- ii) 액체제 : 본품중 scopolia 엑기스 50mg해당량을 분액여두에 취하여 강 암모니아 수 50ml 및 CHCl<sub>3</sub> 50ml를 넣어 진탕 추출한 후 잔사를 가지고 2회 반복 추출한다.  
전 CHCl<sub>3</sub> 층을 가지고 i)항에 준하여 행한다.

**Melilotus Ext.(coumarin) *Melilotus officinalis* L.  
or *Melilotus altissimins***

확인

분리방법 : 상승법

흡착제 : silicagel GF 254

전개용매 : benzene : ethanol = 98 : 2

혹은 n-butanol : HAc : H<sub>2</sub>O = 4 : 1 : 5

표준액조제 : 표품 coumarin 10mg을 물 20ml에 가운 녹인액

검액조제 : i) 정제 산제 및 값셀제

고운 가루로 하여 melilotus Ext. 10mg 해당량을

물 20ml에 가운 추출한 액

ii) 주사액

본품을 그대로 사용한다.

발색제 : UV light or 0.5N 에탄올성 수산화 칼륨시액

분무후 자외선 조사 청색~녹색

조작 : TLC상법에 준함

R<sub>f</sub> = 0.90 ~ 0.94 청자색

melilotus Ext. 중 Coumarin 정량

표준액조제 : 표품 coumarin 을 105° 건조기 중에서 4 시간 동안 건조한후 데시케타 중에서 방냉한후 50 mg을 정확히 취하여 물에 가운 용해하여 정확히 100ml 가 되게한다.

검액조제 : i) 정제 산제 값셀제

본품 20정 이상을 취하여 평량하고 건조하여 분말로 한후 coumarin으로서 50mg에 해당량을 삼각 후라스크에 취하여 CHCl<sub>3</sub> 50ml 를 가한 다음 10분간 환류 추출한다. 이 액을 추출한후 다시 CHCl<sub>3</sub> 10ml씩으로 2회 세척한후 전 CHCl<sub>3</sub> 층을 100ml 용량 후라스크에 넣어 정확히 100ml 가 되도록 한다.

ii) 주사제

본품중 coumarin 50mg 대응량을 취하여 i)와 같이 처리한 액 혹은 본품을 그대로 사용한다.

조작 : preparative T.L.C. 법에 준한다.

상기 검액과 표준액 각각 0.1mm를 랩다 파이렛으로 박층 판에 점적한후 전개조에서 전개한 후 자외선(단파)에 조사하여 동일한 위치의 반점을 표시하고 이부분을 면도칼로 도아서 CHCl<sub>3</sub> 10ml로 용출시킨후 30분간 원심분리하여 그 상등액을 취하여 CHCl<sub>3</sub> 층을 대조로 하여 파장 272m $\mu$ 에서 흡광도를 측정한다.

$$\text{coumarin 양(mg)} = (\text{mg}) \times \frac{E_T}{E_S}$$

시약 및 시액

전개용매 : benzene : MtOH = 98 : 2

박층 : silicagel GF 254 0.3mm층

## 2. Anthraquinone 유도체 확인(대황, 노회, 썬나)

분리법 : 상승법

흡착제 : silicagel GF

전개용매 : n-부탄올 : 초산 : 물 = 10 : 1 : 8

혹은 benzene : ethylacetate = 1 : 1

발색제 : U.V. lamp

표준액조제 : anthraquinone(Takeda 표준품) 10mg을 에탄올 50ml에 녹인액

검액조제 : i) 환제 산제 정제

가루로한 후 대황 300mg 해당량을 후라스크에 취하여 에탄올 50ml를 가하고 수욕상에서 냉각기를 부착하고 3시간동안 추출한후 여과한다. 이 여액을 수욕상에서 농축하고 냉후 메탄올 10ml에 녹인 액

#### 4. Anthraquinone(대황, 아로에, 쉰나, *Frangulae Cortex*)

1) 시약 및 시액

Carbon tetrachloride : 특급

N-HCl : 대한약전

수포화 ethylacetate : ethylacetate 150ml에 물 15ml을 가해서 30분간 방치한다.

60% ferric chloride : 대한약전

N-NaOH : 대한약전

2) 정량법

i) 정제 산제 칼셀제 환제

본품 20정 이상을 취하여 정평한 후 분말로하여 대황 0.5g 해당량을 취하여 삼각후라스크에 넣고 70% 에탄올 80ml를 가하여 24시간동안 방치한후 여과한다. 잔사는 70% 에탄올로 채워 정확히 100ml가 되도록 한다. 이액 10ml를 분액여두에 취하고 물 10ml 및 N-HCl 1ml, carbon tetrachloride 20ml을 함께넣어 진탕 분리한후 분리된 CCl<sub>4</sub> 층을 제거하고 수층만 분액여두에 취한다. 이여두에 수포화 ethylacetate 30ml를 가해서 분리된 ethylacetate층(aloin층)만을 취하고 잔액은 수포화 ethylacetate 10ml씩으로 2회 세척하고 세액을 합친 전 ethylacetate 층을 저온에서 농축하여 이 잔사를 1ml 메탄올에 용해하여 온수에 1시간 방치후 냉각하여 전량 50ml가 되도록 한다.

이액 50ml를 취하여 60% FeCl<sub>3</sub>액 10ml, N-HCl 20ml을 넣고 수욕상에서 4시간동안 환류냉각시킨후 방냉한후 이액을 분액여두에 옮긴후 CCl<sub>4</sub> 30ml를 가해서 진탕 추출한후 분리된 CCl<sub>4</sub> 층을 100ml 용량후라스크에 취하고 잔액은 CCl<sub>4</sub> 20ml로 2회 반복조작한다. 용량 후라스크에 CCl<sub>4</sub>를 가해서 정확히 100ml가 되도록한다. 이액 50ml

를 취해서 수욕상에서 농축한후 N-NaOH 10ml를 가해서 용해한후 파장 500-440m $\mu$ , 10mm셀로 흡광도를 측정한다.

비흡광도  $E \frac{1\%}{1cm} = 125$

#### 4. Curcumin(울금, 양강)

분리법 : 상승법

흡착제 : silica gel G

전개용매 : acetic acid; ethylalcohol=9 : 1

발색제 : boric acid 0.8g, oxalic acid 6.0g을 acetic acid 100ml에 가해서 65~70°C에서 녹인액

표준액 : 표준품 curcumine 10mg을 acetic acid 100ml에 녹인액

검액조제 : i) 정제, 칼셀제, 환제

본품중 curcumine 10mg에 해당량을 가루로한후 후라스크에 취하여 acetic acid 30ml를 가해 진탕 추출한후 여과하여 여액을 검액으로 한다.

조작 : T.L.C 상법에 준한다.

#### 5. Curcumine(양강, 울금)

1) 시약 및 시액

Acetic acid : 특급

A시액의 조제 : boric acid 0.8g 및 oxalic acid 6.0g을 acetic acid 100ml에 녹인액을 65~70°C에서 교반하면서 분해시킨후 방냉하여 blue ribbon으로 여과한액

표준액 조제 : 표준품 curcumine을 105° 건조기중에서 4시간 이상 건조하여 방냉한후 10mg을 정확히 취하여 acetic acid 50ml에 녹인액.

2) 정량법

i) 산제 정제 칼셀제 환제

본품 20정 이상을 취하여 정평한후 curcumine 약 10ml에 해당하는 양을 정밀히 취하여 50ml 용량 후라스크에 넣고 acetic acid를 가해서 정확히 50ml가 되도록한다.

이액을 여과한후 여액을 검액으로 사용한다.

조작 : 상기 검액과 표준액을 각각 1ml씩을 시험관에 취하고 여기에 A시액 5ml를 가하고 마개를 하여 60°±1 수욕상에서 20분간 방치하여 둔다. 맹실험용으로 acetic acid 1ml을 취하여 A시액 대신 acetic acid 5ml를 가한후 90°±1의 수욕상에서 20분간 방치하여 방냉한후 이액을 대조액으로 한다.

상기 검액, 표준액 공시험액을 혼탁하였을 경우 blue ribbon 으로 여과한다. 여액을 공시험액을 대조하여 파장 534nm 측정 10mm 셀로 흡광도를 측정한다.

$$\text{Curcumine 양(mg)} = \text{표준품 Curcumine 양} \times \frac{E_T}{E_S}$$

### 5. Aescine (*Aesculus hippocastani* L.)

분리법 : 상승법

흡착제 : polyamide 및 silicagel G

전개용매 : 물 : 에탄올 : 에칠메칠케톤 : 아세틸—아세톤  
= 13 : 3 : 3 : 1

n-butanol : pyridine : H<sub>2</sub>O = 6 : 4 : 3

표준액조제 : aescine (표준품) 10mg을 CHCl<sub>3</sub> 10ml에 용해한 액

검액조제 : i) 산제 정제 환제

가루로한 후 aescine 10mg에 해당량을 취하여 n-propyl alcohol 10ml 및 0.1N-HCl 15ml를 가하여 녹인후 CHCl<sub>3</sub> 30ml로 2회 추출한 CHCl<sub>3</sub> 층을 농축하여 5ml가 되도록한 액을 검액으로한다.

ii) 액체 (주사제)

본품중 aescine 10mg에 해당량을 취하여 저온에서 농축한 잔사를 가지고 i)항에 준함

### 2. Aescine (*Aesculus hippocastami* Ext.)

1) 시약 및 시액

발색시액 : FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O 75mg을 빙초산 50ml에 녹여서 흔들어서 식힌다음 같은 용량의 농황산(95~98%)를 가한다.

표준액조제 : *Aesculus hippocastami*에서 모은 순수한 aescine(β-aescine) 표준품 10mg을 빙초산 50ml에 녹인다(표준품의 수분을 측정하여 계산한다)

2) 정량법

i) 산제 정제 감색제

본품 20점 이상을 취하여 정확히 평량한후 분달로하여 aescin 10mg에 해당량을 취하여 n-propyl alcohol 10ml 및 0.1N-HCl 15ml의 혼액을 사용하여 진탕한후 분액여두에 옮긴후 여기에 CHCl<sub>3</sub> 25ml를 가한후 2시간동안 진탕 추출한후 정치하여 분리된 CHCl<sub>3</sub>(혼탁)층을 취한다. 다음에 n-propyl alcohol : 0.1N-HCl : CHCl<sub>3</sub>(10 : 15 : 25)의 혼합물 35ml로 2회째 추출한다. 이 전 CHCl<sub>3</sub>

층을 합하여 저온에서 농축하여 유기용매를 제거한 잔사를 에틸 10ml로 세척하여 버린다. 이 잔사의 에틸을 완전히 제거한후 빙초산 5ml에 녹인후 정확히 50ml가 되도록 한다.

조작 : 상기 검액(T) 표준액(S) 공시험액(B) 빙초산 각각 2ml를 정확히 취해 시험관에 넣고 여기에 발색제 5ml를 가하여 60±1° 수욕기에서 25분간 가온한다. 이 시험관을 방냉한후 540mμ 파장 1cm cell로 흡광도 E<sub>T</sub>, E<sub>S</sub>를 공시험액을 대조하여 측정

$$\text{aescine 함량(mg)} = (\text{표준품 aescine 수분량}) \text{mg} \times \frac{E_T}{E_S}$$

ii) 액체 (주사제)

본품중 aescine 10mg에 해당량을 취하여 분액여두에 넣고 i)항에 준한다.

### Essential Oil의 확인

분리법 : 상승법

흡착제 : silicagel GF 254

전개용매 : n-hexane : ethylacetate = 96 : 4

발색제 : 1. UV 254

2. anisaldehyde-sulphuric acid reagent 5 minutes 105~110°C

표준액조제 : 10ml anethol, linalyl acetate, eucalyptol, carvone, citral, eugenol, cinnamaldehyde, menthol, 각각 toluene 10ml에 녹인액.

검액조제 : extract 1g을 dichloroethane 12ml에 용해한후 15분간 진탕추출하여 여과하여 여액을 건조하여 잔사를 0.5ml toluene에 녹인액

조작 : T.L.C 상법에 준한다.

### Herba Absinthii (Wormwood) 및 Peppermint Oil 확인

분리법 : 상승법

흡착제 : silicagel GF 254

전개용매 : chloroform : benzene = 75 : 25

발색제 : 1. UV 254

2. anisaldehyde-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 용액

표준액조제 : 표준품 azulene, bornyl acetate, thuzone borneol, menthone, thymol, menthofuran, 1,8 cineol, 각각 1mg을 toluene 10ml에 녹인액

조작 : T.L.C 상법에 준한다.

결 과

Substances	R <sub>f</sub> Value	anisaldehyde-H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	UV light 254
1. Anethol	55~65	brownish-violet	dark
2. Linalyl acetate	35~45	light blue	—
3. Eucalyptol	30~40	dark blue	—
4. Carvone	15~25	brown dark	dark
5. Citral	10~15	bluish-green	dark
6. Eugenol	10~15	bluish-green	dark
7. Cinnamaldehyde	10~15	bluish-green	dark
8. Menthol	5~10	dark blue	—

결 과

Substances	R <sub>f</sub> Value	anisaldehyde-H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	UV light 254
1. Azulene	75	orange-red	bluish-green
2. Bornyl acetate	55~65	bluish-violet	bluish-green
3. Thuzone	55~60	greyish-violet	greyish-violet
4. Borneol	15~25	violet-blue	bluish-green

결 과 Peppermint Leaf

Substance	R <sub>f</sub> Value	Phosphomolybdic acid	UV light 254
Menthofuran	85~90	blue	dark
Menthone	60~65	blue	—
Thuzone	60~65	blue-red(주위)	—
Thymol	50~60	blue-red(원주위)	dark
Carvone	50~60	blue	dark
1,8-Cineol	45~55	blue	—
Menthol	25~35	blue	—