

약용작물(황기, 당귀, 지황) 품질평가방법
Quality Control Methods on the Herb Medicine
(Astragali Radix, Angelicae Gigantis Radix, Rehmanniae Radix)

김선미, 김정미, 한양선, 이진, 신승훈, 고지영, 김경희, 최광식, 백완숙*
Sun Mi Kim, Jung Mi Kim, Yang Sun Han, Jin Lee, Seung Hoon Shin,
Ji Young Ko, Kyoung Hee Kim, Kwang Sik Choi, Wan Suk Baek¹⁾*

한국의약품시험연구소
Korea Drug Test Laboratory

서론

한약의 생산 공급과 함께 생산된 한약의 품질 및 순도의 유지 역시 중요한 문제이다. 한약의 품질관리는 대한약전 및 대한약전외한(생약)규격집, 식약청고시등에 의해 실시한다. 검사는 관능검사, 정밀검사, 위해물질검사로 구분된다.

관능검사는 한약재의 외관을 육안 또는 확대경을 이용하여 관찰하여 종전부터 경험해온 시(視)·취(臭)·미(味)·촉(觸)·청각(聽覺) 등 오관을 통하여 주관적으로 관찰하고 실험한 종합적인 결과로서 평가판정하는 경우가 많은데 이러한 방법은 다분히 형태학적평가법(주로 외부형태학적 방법)으로 간편한 방법이지만 오랜 경험과 숙련이 필요하며 객관성이 결여되기 때문에 표준약재를 참고로 하여 충분히 비교 검토할 필요가 있다.

정밀검사는 화학적 품질평가의 기본개념으로서는 한약재를 대표하는 유효성분 특수성분 또는 주성분에 대해서만 가급적 정성정량을 함으로써 한약재에 대한 이화학적평가가 가능하게 되는 것이다. 생리작용이 뚜렷한 한약재의 경우 그 유효성분이 이화학적으로 단리 되어 의약품으로서 약전에 이미 수재되어 있는 것도 많다.

위해물질검사로는 중금속 잔류농약, 잔류이산화황, 곰팡이독소, 벤조피렌 등 인체위해물질 함유여부를 조사하는 검사로서 대상 한약재 대하여 실시하고 있다.

본론

1. 검사의 종류 및 그 대상

가. 관능검사 및 그 대상

관능검사란 기원·성상(형태·색깔·맛·냄새)·이물·건조상태 및 포장상태 등을 종합하여 그 적부를 판단하는 검사로 대한약전 및 대한약전외한(생약)규격집과

주저자 연락처 (한국의약품시험연구소) : 백완숙 : curcuma@kdtl.or.kr Tel : 02-962-5141

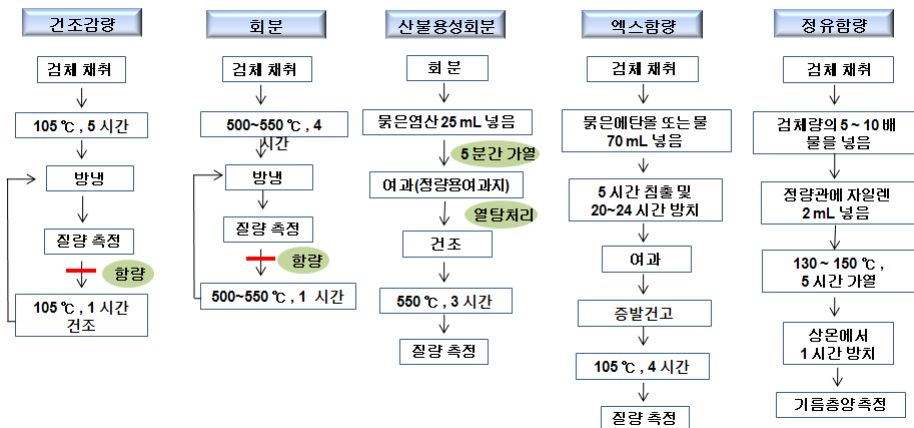
보건복지가족부장관이 인정한 기성한약서에 수재된 전 한약재를 대상으로 한다

나. 정밀검사 및 그 대상

정밀검사란 대한약전 및 대한약전외한약(생약)규격집등이 정한 기준 및 시험방법에 따라 실시하는 검사로서 다음의 한약재를 대상으로 한다

- 1) 「확인시험」은 의약품 또는 의약품 중에 함유되어 있는 유효성분 등을 그 특성에 따라 확인하는데 필요한 시험이다
- 2) 「순도시험」은 의약품 중의 혼재물을 시험하기 위하여 실시하고 의약품각조의 다른 시험항목과 더불어 의약품의 순도를 규정하는 시험으로 보통 그 혼재물의 종류 및 그 양의 한도를 규정한다 이 시험의 대상이 되는 혼재물은 그 의약품을 제조하는 과정 또는 보존하는 동안에 혼재가 예상되는 것 또는 유해한 것 예를 들면 중금속, 비소 등이다. 또 이물을 썼거나 넣었을 것으로 예상되는 경우에도 이 시험을 한다

3) 「생약시험법」은 의약품각조의 생약에 적용하는 시험법이다



4) 「정량법」은 의약품의 조성 성분의 함량, 함유단위 등을 물리적방법 화학적 방법 또는 생물학적방법으로 측정하는 시험법이다

다. 위해물질검사 및 그 대상

중금속, 잔류농약, 잔류이산화황, 곰팡이독소, 벤조피렌 등 「생약 등의 잔류오염물질 기준 및 시험방법」 2(식품의약품안전청 고시 제2009-104호, 2009, 8.24) 및 「생약의 벤조피렌 허용기준 및 시험방법 (식품의약품안전청 고시 제2009-13호, 2009년 4월 13일)에 규정된 한약재를 대상으로 한다

- 2) 제1절 생약 등의 중금속 기준 및 시험방법
- 제2절 생약 등의 잔류농약 기준 및 시험방법
- 제3절 생약 등의 잔류이산화황 기준 및 시험방법
- 제4절 생약의 곰팡이독소 기준 및 시험방법

결론

1. 황기(黃芪) *Astragalus Root*

가. 관능검사

이 약은 황기 *Astragalus membranaceus* Bunge 또는 몽골황기 (蒙古黃芪) *Astragalus membranaceus* Bunge var. *mongholicus* Hsiao (콩과 Leguminosae)의 뿌리로서 그대로 또는 주피를 제거한 것이다

성상 이 약은 뿌리로 가늘고 긴 원주형을 이루고 길이 30 ~ 100 cm, 지름 7 ~ 20 mm이며 드문드문 작은 가지뿌리가 붙어있으나 분지되는 일은 없고 근두부 가까이에서는 약간 꼬여있으며 줄기의 그루터기가 남아 있다. 바깥면은 연한 회황색 ~ 연한 황갈색이며 회갈색의 코르크층이 때로 군데군데 남아 있고 불규칙한 거친 세로의 주름과 가로로 피목 같은 모양이 보인다. 질은 치밀하고 꺾기 힘들며 꺾인 면은 섬유성이다. 횡단면을 확대경으로 볼 때 최외층은 주피이고 피부는 연한 황백색, 목부는 연한 황색이며 형성층 근처는 약간의 황갈색을 띤다. 피부의 두께는 목부지름의 약 1/3 ~ 1/2이고 가는 뿌리에서는 목부로부터 피부에 걸쳐 흰색의 수선이 보이거나 굵은 것은 때로 다수의 방사상의 갈라진 틈이 있다. 대개 수는 볼 수 없다.

이 약은 특유한 냄새가 약간 있고 맛은 달다

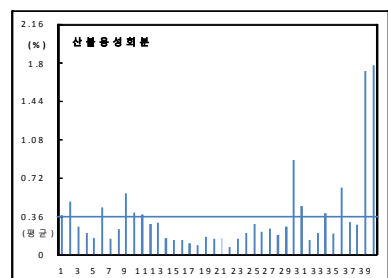
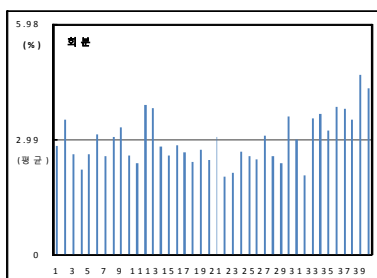
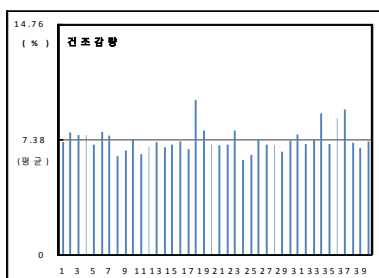
나. 정밀검사

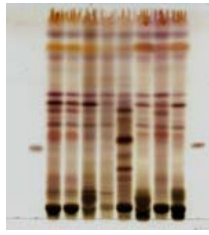
순도시험 *Hedysarum*속 식물 및 그 밖의 뿌리 이 약의 종단면을 현미경으로 볼 때 섬유속의 바깥 둘레에 옥살산칼슘단정을 함유하는 결정세포열을 볼 수 없다
 ⇒ 홍기(紅芪)는 암황기(岩黃芪) 속(屬)으로 서로 다른 속(屬)이다. 혼용품으로 철피기(鐵皮芪 : *A. complanatus* R. Br), 천황기(川黃芪 : 금익황기(金翼), 다화황기(多花), 사과황기(梭果), 당곡이황기(塘谷耳)], 전장황기(滇藏), 신장황기(新疆) 등이 있다, 자목숙(紫苜蓿), 초목서(草木樨), 원엽금규(圓葉錦葵)의 뿌리는 위품이다

건조감량 13.0 % 이하 (6 시간).

회분 5.0 % 이하.

산불용성회분 1.0 % 이하.

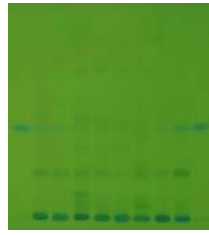




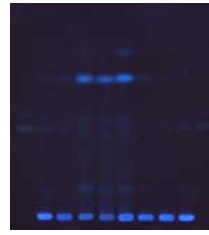
Astragaloside IV



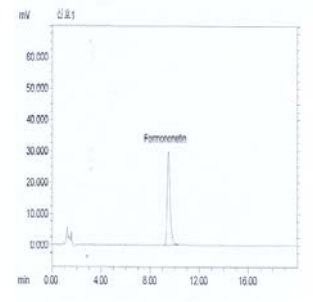
Astragaloside IV



Formononetin



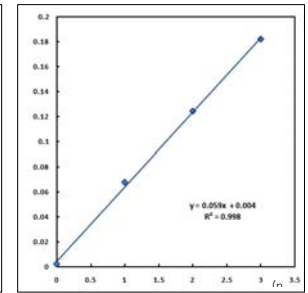
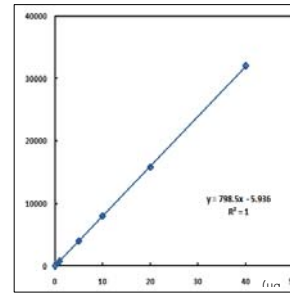
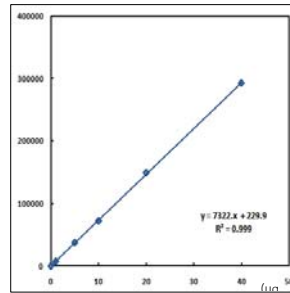
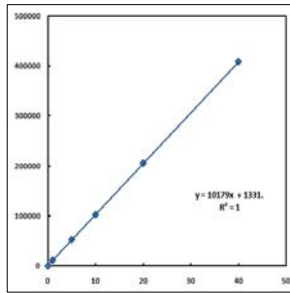
Formononetin



다. 위해물질검사

1) 중금속

중금속 표준액 검량선 (납, 카드뮴, 비소, 수은)



⇒ 생약 등의 중금속 시험방법에 따라 납, 비소, 수은, 카드뮴은 기준 이하이다.

2) 잔류농약

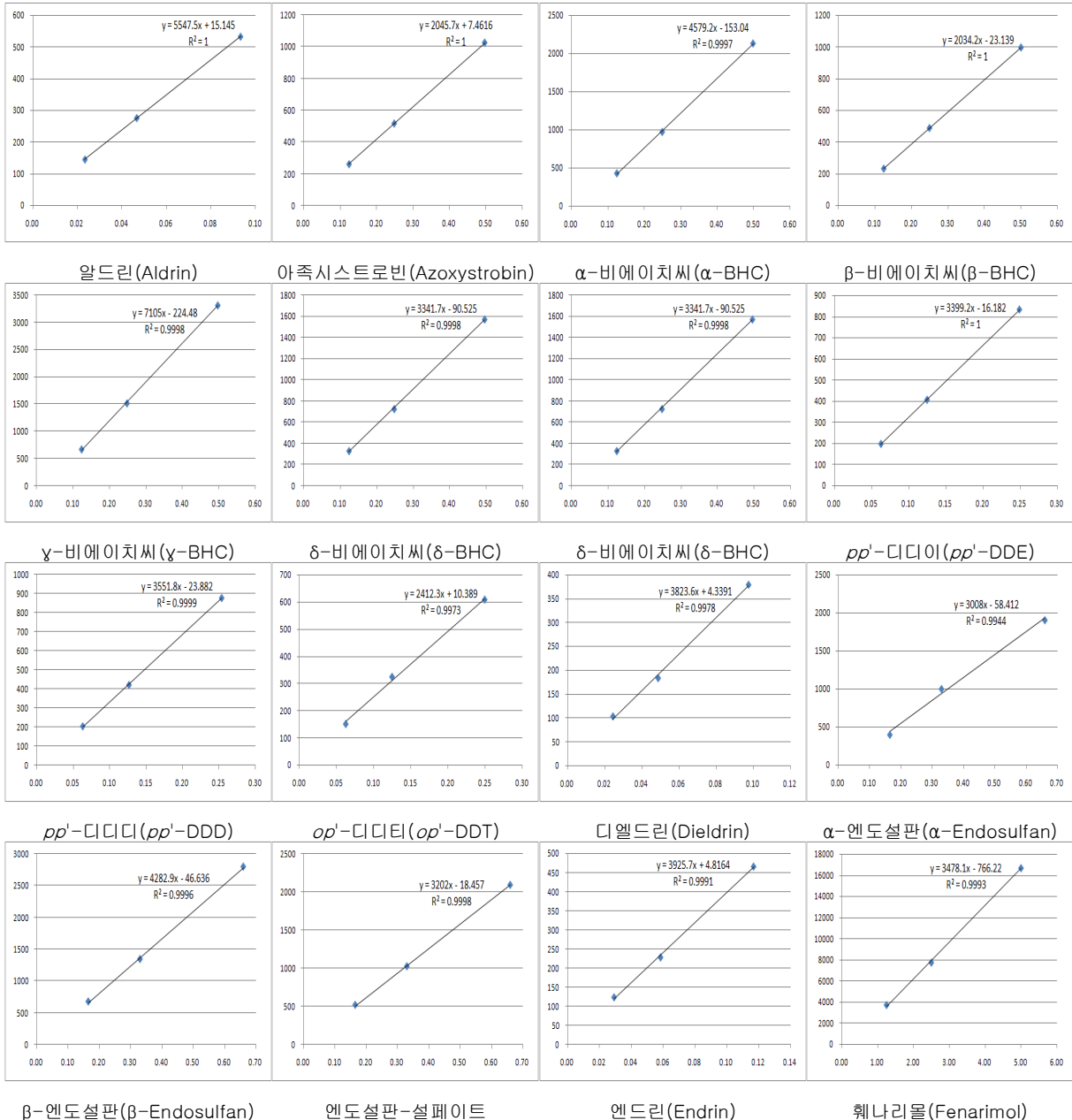
- ① 나프로파마이드(Napropamid) : 0.1 mg/kg 이하
- ② 총디디티(p,p'-DDD,p,p'-DDE,o,p'-DDT 및 p,p'-DDT의 합계) : 0.1 mg/kg 이하
- ③ 디엘드린(Dieldrin) : 0.01 mg/kg 이하
- ④ 총비에이치씨(총BHC : α,β,γ 및 δ-BHC의 합계) : 0.2 mg/kg 이하
- ⑤ 아세타미프리드(Acetamiprid) : 0.1 mg/kg 이하
- ⑥ 아зок시스트로빈(Azoxystrobin) : 0.1 mg/kg 이하
- ⑦ 알드린(Aldrin) : 0.01 mg/kg 이하
- ⑧ 엔도설판(α,β-엔도설판 및 엔도설판 설페이트의 합계) : 0.2 mg/kg 이하
- ⑨ 엔드린(Endrin) : 0.01 mg/kg 이하
- ⑩ 이미다크로프리드(Imidacloprid) : 0.3 mg/kg 이하
- ⑪ 트리플루미졸(Triflumizole) : 0.1 mg/kg 이하
- ⑫ 티아메톡삼(Thiametoxam) : 0.1 mg/kg 이하
- ⑬ 페나리몰(Fenarimol) : 0.5 mg/kg 이하
- ⑭ 피메트로진(Pymetrozine) : 0.05 mg/kg 이하

시험방법

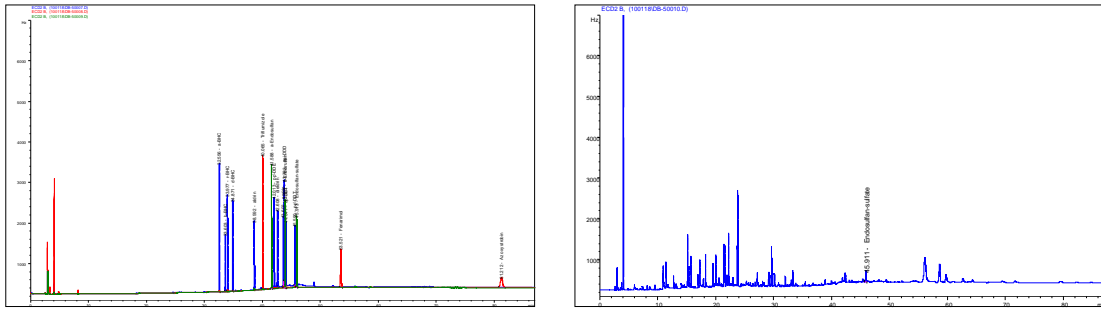
1) 동시분석법

대상농약	분석기기	기준 (mg/kg)
총비에이치씨(총BHC : α, β, γ 및 δ -BHC의 합계)	GC/ECD	0.2
총디디티(총DDT : p,p'-DDD, p,p'-DDE, o,p'-DDT 및 p,p'-DDT의 합계)		0.1
알드린(Aldrin)		0.01
디엘드린(Dieldrin)		0.01
엔드린(Endrin)		0.01
엔도설판(Endosulfan : α, β -엔도설판 및 엔도설판 설페이트의 합계)		0.2
트리플루미졸(Triflumizole)		0.1
페나리몰(Fenarimol)		0.5
아족시스트로빈(Azoxystrobin)	GC/NPD	0.1
나프로파마이드(Napropamid)		0.1

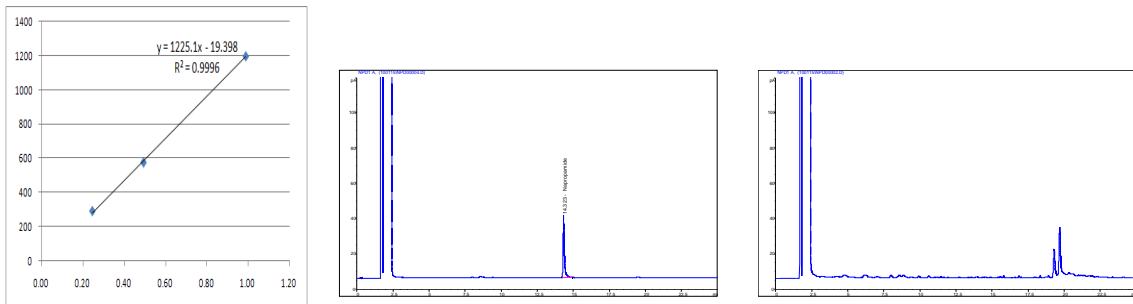
① GC/ECD(기체크로마토그래프전자포획검출기) 직선성



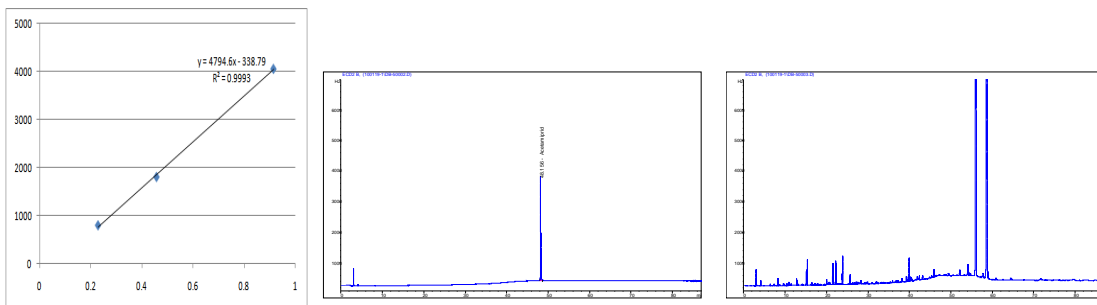
표준액과 황기 검액



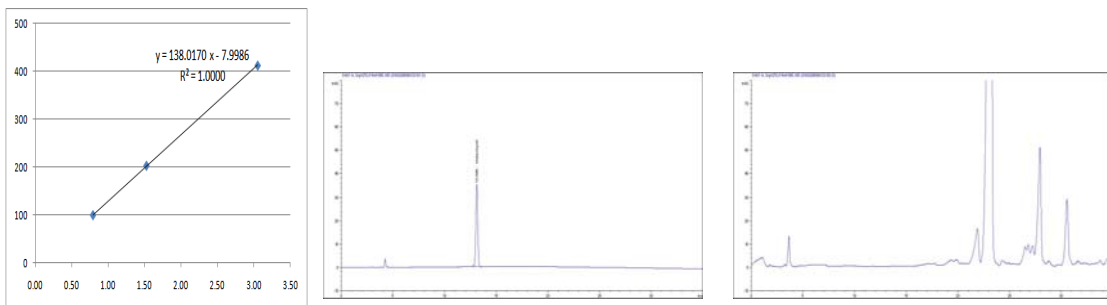
② 나프로파마이드(Napropamid) GC/NPD 직선성 및 표준액과 황기 검액



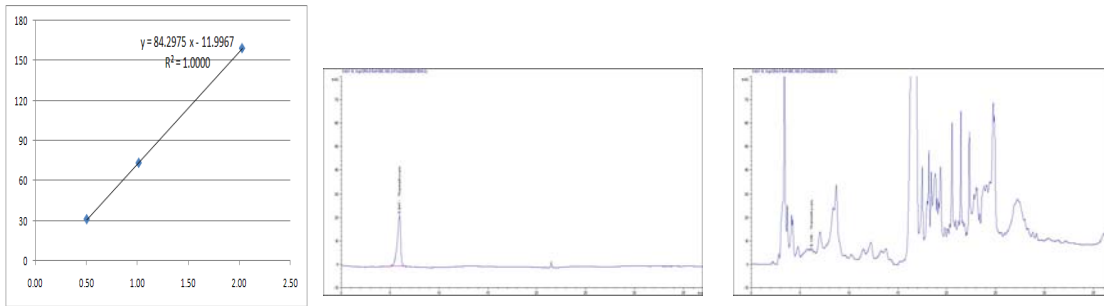
2) 아세타미프리트 (Acetamidiprid) GC/ECD 직선성 및 표준액과 황기 검액



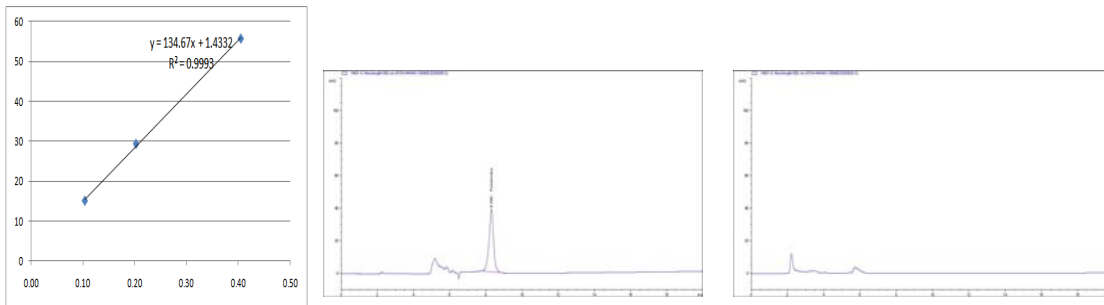
3) 이미다크로프리트 (Imidacloprid) - HPLC/UVD 직선성 및 표준액과 황기 검액



4) 티아메톡삼 (Thiamethoxam) HPLC/UVD 직선성 및 표준액과 황기 검액



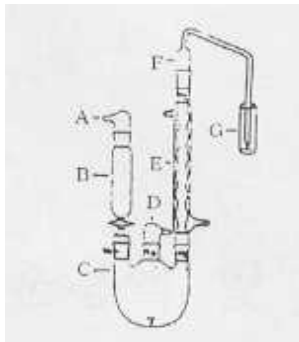
5) 피메트로진 (Pymetrozine) HPLC/UVD 직선성 및 표준액과 황기 검액



⇒ 생약 등의 잔류농약 시험방법에 따라 나프로파마이드 총디디티, 디엘드린, 총 비에이치씨, 아세타미프리드, 아족시스트로빈, 알드린, 엔도설판, 엔드린, 이미다 크로프리드, 트리프루미졸, 티아메톡삼, 페나리몰, 피메트로진은 기준이하이다

3) 잔류이산화황

시험방법 (모니어-윌리암스변법)



- A : 호스연결부
- B : 분액깔때기(100 mL 또는 그 이상 용량)
- C : 증류플라스크(1,000 mL)
- D : 가스주입관
- E : 아린냉각관(300)
- F : 가스유도관(Bubbler)
- G : 수기(안지름 25, 깊이 150)

⇒ 이산화황(SO₂)으로서 30mg/kg 이하이다.

2. 당귀 (當歸) *Angelica Gigas Root*

가. 관능검사

이 약은 참당귀 *Angelica gigas* Nakai (산형과 Umbelliferae)의 뿌리이다.

성상 이 약은 뿌리로 굵고 짧은 주근으로부터 줄기 및 잎의 잔기가 남아 있다. 주근의 길이는 약 3 ~ 7 cm, 지름 2 ~ 5 cm이고 가지뿌리의 길이는 15 ~ 20 cm이다. 바깥면은 연한 황갈색 ~ 흑갈색으로 주근 및 가지뿌리에는 세로주름이 많으며 주근에는 가로주름이 있는 것도 있다 껍질은 평탄하고 형성층에 의하여 목부와 피부의 구별이 뚜렷하며 목부와 형성층 부근의 피부는 어두운 황색이나 나머지 부분은 흰색이다

이 약의 횡단면을 현미경으로 볼 때 5~6 층의 코르크층에 이어 세포가 가로로 배열되어 있고 재기 피부에서 목부에 이르는 유세포는 거의 사각의 벽돌모양으로 규칙적인 배열을 이루고 있다 피부에는 이생세포간극이 있으며 황갈색의 내용물이 들어 있는 분비도 및 대용섬유군이 군데군데 섞여 있다 도관은 주로 계문도관이나 나선문도관도 볼 수 있다 유세포에는 많은 전분립이 들어 있다 이 약은 특유한 냄새가 있고 맛은 약간 쓰면서 달다



절단면: 형성층 뚜렷



한국 진부산



한국 진부산



한국 진부산



한국 진부산



한국 제천산



일당귀

나. 정밀검사

확인시험 가루 1 g을 달아 에탄올 5 mL를 넣고 수욕에서 10 분간 가열한 다음 식히고 여과한 여액을 검액으로 한다. 따로 데쿠르신표준품 1 mg 및 데쿠르시놀표준품 1 mg을 달아 각각 에탄올 1 mL에 녹여 표준액 (1) 및 표준액 (2)로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 5 μL씩을 박층크로마토그래프용 실리카겔 (형광제 첨가)을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 헥산-에틸아세테이트혼합액(2 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선 (주파장 365 nm)을 쬐일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 2 개의 반점은 표준액 (1) 및 표준액 (2)에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.



ST1 : 데쿠르신
ST2 : 데쿠르시놀
S1 ~ 5 : 당귀

ST1 ST2 S1 S2 S3 S4 S5

순도시험 1) 줄기 및 목질근 이 약은 줄기 및 목질근이 5.0 % 이상 섞여 있지 않다.

2) 이물 이 약은 줄기 및 목질근 이외의 이물이 1.0 % 이상 섞여 있지 않다.

회 분 6.0 % 이하.

정유함량 0.1 mL 이상 (50.0 g).

정 량 법 이 약의 가루 약 0.5 g을 정밀하게 달아 메탄올 20 mL을 넣고 1 시간 환류추출한 다음 여과 한다 잔류물에 메탄올 20 mL를 넣어 같은 방법으로 조작한다. 여액을 모두 합하여 메탄올을 넣어 정확하게 50 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 노다케닌표준품 약 10 mg을 정밀하게 달아 메탄올에 녹여 20 mL로 한다. 이 액 5 mL을 정확하게 취하고, 데쿠르신표준품 약 10 mg을 정밀하게 달아 녹인 다음 메탄올을 넣어 정확하게 50 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μ L씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험할 때 검액의 노다케닌, 데쿠르신 및 데쿠르시놀안겔레이트 (데쿠르신에 대한 상대유지시간 약 1.02)의 피크면적 ATN, ATD 및 ATDA 및 표준액의 노다케닌, 데쿠르신의 피크면적 ASN 및 ASD를 측정한다.

노다케닌 ($C_{20}H_{24}O_9$)의 양 (mg)

$$= \text{노다케닌표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_{TN}}{A_{SN}} \times \frac{1}{4}$$

총데쿠르신 [데쿠르신 ($C_{19}H_{20}O_5$) 및

데쿠르시놀안겔레이트 ($C_{19}H_{20}O_5$)]의 양 (mg)

$$= \text{데쿠르신표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_{TD} + A_{TDA}}{A_{SD}}$$

조작조건

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 330 nm)

칼 럼 : 안지름 4.6 mm, 길이 25 cm인 스테인레스 강관에 입자 크기가 5 μ m인 액체크로마토그래프용 옥타데실실릴리카겔을 충전한다

칼럼온도 : 상온

이동상 : 이동상 A 및 이동상 B를 가지고 다음과 같이 단계적 또는 농도기울기

적으로 제어한다

이동상 A - 아세트니트릴

이동상 B - 물

시간(분)	이동상 A (%)	이동상 B (%)
0	20	80
3	20	80
8	30	70
18	30	70
19	50	50
40	50	50
41	90	10
50	90	10

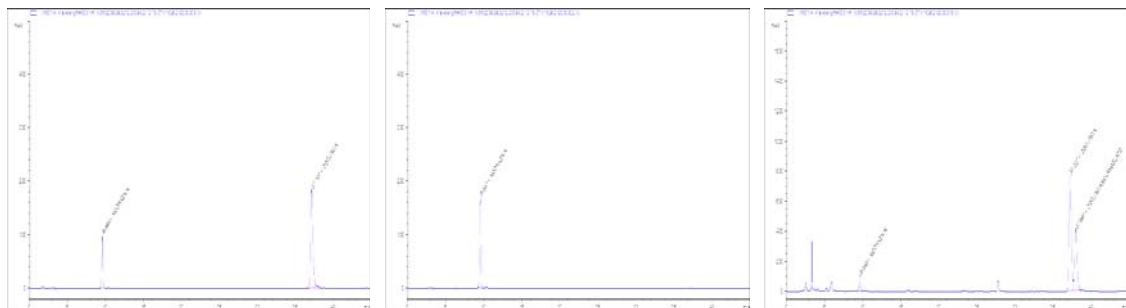
유 량 : 1.0 mL/분

시스템적합성

시스템의 성능 : 표준액 10 μ L를 가지고 위의 조건으로 조작할 때 노다케닌, 데쿠르신 및 데쿠르시놀안겔레이트의 순서로 유출하고 각각의 피크가 완전하게 분리되도록 농도구배조건을 조정한다

시스템의 재현성 : 표준액 10 μ L를 가지고 위의 조건으로 시험을 6 회 반복할 때 노다케닌, 데쿠르신 및 데쿠르시놀안겔레이트 각각의 피크면적의 상대표준편차는 1.5 % 이하이다.

당귀 표준액, 검액 크로마토그램



표준액 (노다케닌, 데쿠르신)

노다케닌 표준액

검액

⇒ 이 약은 정량할 때 노다케닌 ($C_{20}H_{30}O_9$: 408.40) 및 총데쿠르신 [데쿠르신 ($C_{19}H_{20}O_5$: 328.36) 및 데쿠르시놀안겔레이트 ($C_{19}H_{30}O_5$: 328.36)]의 합 6.0 % 이상을 함유한다

다. 위해물질검사

1) 중금속

⇒ 생약 등의 중금속 시험방법에 따라 납, 비소, 수은, 카드뮴은 기준 이하이다.

2) 잔류농약

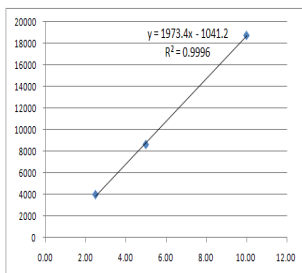
- ① 총디디티(p,p'-DDD,p,p'-DDE,o,p'-DDT 및 p,p'-DDT의 합계) : 0.1 mg/kg이하
- ② 디엘드린(Dieldrin) : 0.01 mg/kg 이하
- ③ 메톡시클로르(Methoxychlor) : 1 mg/kg 이하
- ④ 총비에이치씨(총BHC : α,β,γ 및 δ-BHC의 합계) : 0.2 mg/kg 이하
- ⑤ 아조싸이클로틴(Azocychlotin) : 0.2 mg/kg 이하
- ⑥ 아족시스트로빈(Azoxystrobin) : 0.1 mg/kg 이하
- ⑦ 알드린(Aldrin) : 0.01 mg/kg 이하
- ⑧ 엔도설판(α,β-엔도설판 및 엔도설판설페이트의 합계) : 0.2 mg/kg 이하
- ⑨ 엔드린(Endrin) : 0.01 mg/kg 이하
- ⑩ 터부코나졸(Tebuconazole) : 1.0 mg/kg 이하
- ⑪ 펜디메탈린(Pendimethalin) : 0.2 mg/kg 이하
- ⑫ 펜프로파스린(Fenpropathrin) : 0.2 mg/kg 이하

시험방법

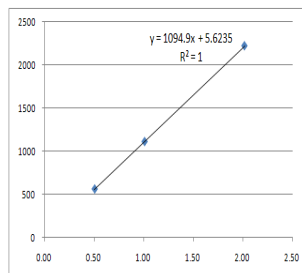
1. 동시분석법

대상농약	분석기기	기준 (mg/kg)
총비에이치씨(총BHC : α, β, γ 및 δ-BHC의 합계)	GC/ECD	0.2
총디디티(총DDT : p,p'-DDD, p,p'-DDE, o,p'-DDT 및 p,p'-DDT의 합계)		0.1
알드린(Aldrin)		0.01
디엘드린(Dieldrin)		0.01
엔드린(Endrin)		0.01
메톡시클로르(Methoxychlor)		1
아족시스트로빈(Azoxystrobin)		0.1
엔도설판(Endosulfan : α, β-엔도설판 및 엔도설판 설페이트의 합계)		0.2
펜디메탈린(Pendimethalin)		0.2
펜프로파스린(Fenpropathrin)		0.2
터부코나졸(Tebuconazole)	GC/NPD	1.0

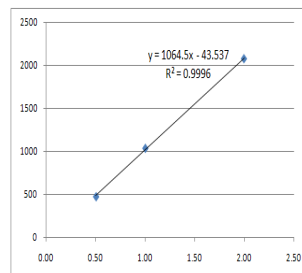
① GC-ECD 표준액 직선성 및 표준액 및 검액



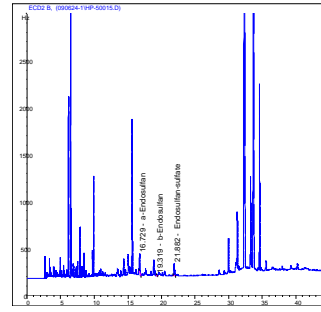
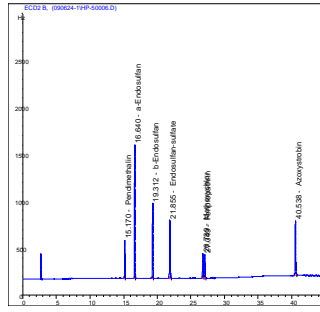
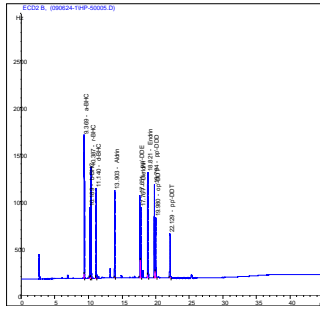
메톡시클로르



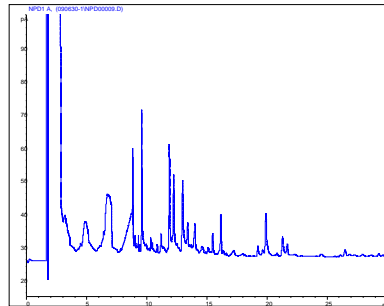
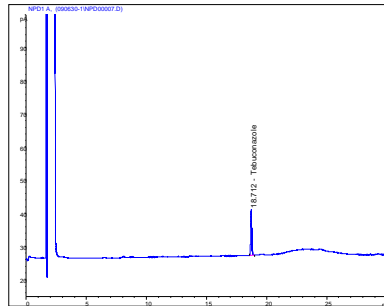
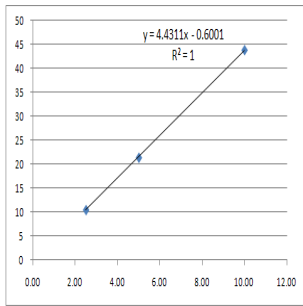
펜디메탈린



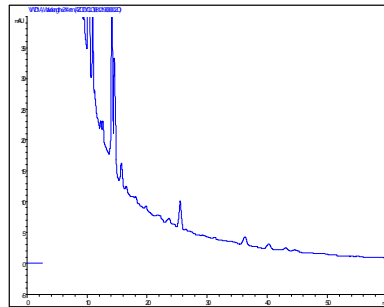
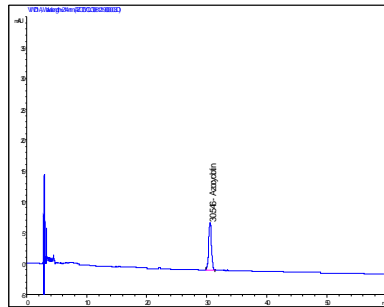
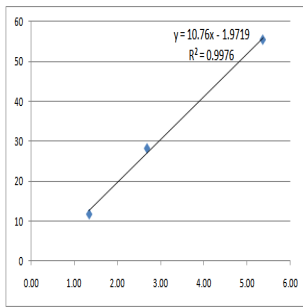
펜프로파스린



② 테부코나졸(Tebuconazole) GC-NPD 직선성 및 표준액 검액



2. 아조싸이클로틴(Azocyclotin) HPLC-UVD 직선성 및 표준액 검액



⇒ 생약 등의 잔류농약 시험방법에 따라 총디디티 디엘드린, 메톡시클로르, 총 비에이치씨, 아조싸이클로틴, 아족시스트로빈, 알드린, 엔도설판, 엔드린, 테부코나졸, 펜디메탈린, 펜프로파스린은 기준이하이다.

3. 잔류이산화황

⇒ 이산화황(SO₂)으로서 30mg/kg 이하이다.

3. 지황(地黃) *Rehmannia* Root

가. 관능검사

이 약은 지황 *Rehmannia glutinosa* Liboschitz ex Steudel (현삼과 Scrophulariaceae)의 뿌리이다.

성상 이 약은 뿌리로 원주형 ~ 방추형을 이루고 길이 5 ~ 15 cm, 지름 5 ~ 15 mm로 때로 구부러져 있다. 바깥면은 황갈색 ~ 흑갈색을 띠고 깊은 세로주름과 가로로 결뿌리의 자국과 피목이 있다. 질은 연하여 쉽게 꺾어진다. 횡단면을 확대경으로 볼 때 황갈색 또는 흑갈색으로 피부는 목부보다 색이 진하고 수가 거의 확인되지 않는다.

이 약의 횡단면을 현미경으로 볼 때 코르크층은 7 ~ 15 층이고, 피부에는 유세포가 있다, 외피부에 갈색의 분비물을 함유한 세포가 산재한다. 이 약은 거의 유세포이고, 도관은 방사상으로 배열하며 주로 망문도관이다.

이 약은 특유한 냄새가 있고 맛은 처음에 약간 달고 후에 약간 쓰다.

생지황 이 약은 지황 *Rehmannia glutinosa* Liboschitz var. *purpurea* Makino (현삼과 Scrophulariaceae)의 신선한 뿌리이다.

성상 이 약은 원주형 ~ 방추형을 이루고 길이 5 ~ 15 cm, 지름 8 ~ 20 mm로서 더러는 꺾이어졌거나 구부러진 것도 있다. 바깥면은 황적색 ~ 황적갈색을 띠고 가로로 깊이 패어진 골이 있다. 질은 매우 연하여 잘 꺾인다. 꺾은면은 평탄하며 목부는 백색, 피부는 옅은 황적색이다. 피부와 목부에는 전혀 기계조직이 없고 목부에는 망문도관이 방사상으로 배열되어 있다.

이 약은 특이한 냄새가 좀 있고 맛은 달며 조금 쓰다.

숙지황 이 약은 지황 *Rehmannia glutinosa* Liboschitz ex Steudel (현삼과 Scrophulariaceae)의 뿌리를 포제가공한 것이다.

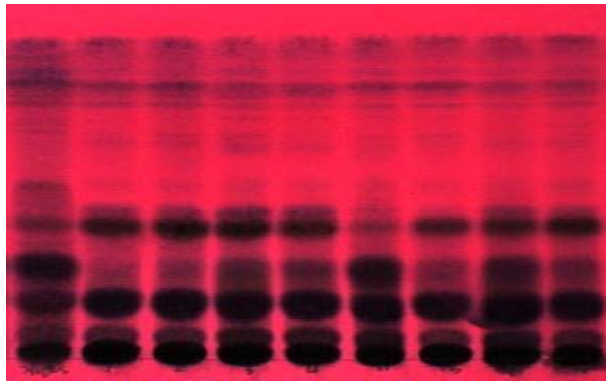
성상 이 약은 포제한 뿌리로서 불규칙한 덩어리이다. 크기가 고르지 않으며 표면은 검고 광택이 나며 점성이 크다. 질은 유연하고 질겨서 잘 잘라지지 않으며 잘린 면은 흑색이고 광택이 있다.

이 약은 약간 특유한 냄새가 있고 맛은 달다.

나. 정밀검사

확인시험 이 약의 가루 및 지황대조생약 2 g을 달아 각각 메탄올 20 mL를 넣고 환류냉각기를 달고 1 시간동안 수욕에서 가온한 다음 여과한 액을 5 mL로 농축하여 검액 및 지황대조생약표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 지황대조생약표준액 10 μ L씩을 박층크로마토그래용 실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음 디클로로메탄-메탄올·

물혼합액(14 : 6 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 p-아니스알데히드 · 황산시액을 고르게 뿌린 다음 105 °C에서 10 분간 가열할 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 지황대조생약표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.



WS : 지황대조생약
S1 ~ 8 : 지황

WS S1 S2 S3 S4 S5 S6 S7 S8

순도시험 이물 이 약은 줄기, 토사 등 이물이 섞여 있지 않다
회 분 6.0 % 이하.
산불용성회분 2.0 % 이하.

생지황(生地黃) REHMANNIAE RADIX CRUDUS

순도시험 이물 이 약은 줄기, 토사 등의 이물이 섞여 있어서는 안 된다

숙지황 (熟地黃) Prepared Rehmannia Root

확인시험 이 약 1 g을 달아 물 또는 묽은에탄올 20 mL를 넣어 흔들어 섞은 다음 여과한 액 10 mL에 페링시액을 넣어 잠시 가열할 때 적자~ 적갈색 침전이 생긴다.

회 분 6.0 % 이하.

산불용성회분 2.5 % 이하.

정 량 법 이 약을 가능한 한 잘게 잘라 약 2 g을 정밀하게 달아 희석시킨 메탄올(1 → 2) 100 mL를 넣고 3 시간 환류추출하여 여과한다. 잔류물에 희석시킨 메탄올(1 → 2) 100 mL를 넣어 같은 방법으로 조작한다. 여액을 모두 합한 다음 헥산 200 mL씩으로 2 회 추출하여 헥산층은 버린다. 남은 물층을 부피가 반 이하가 되도록 감압 농축한 후 에틸아세테이트 100 mL씩으로 2 회 추출하고 추출액을 합하여 감압하에서 용매를 날려보낸다. 잔류물을 메탄올에 녹여 20 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 5-히드록시메틸-2-푸르알데히드 표준품 약 10 mg을 정밀하게 달아 메탄올에 녹여 정확하게 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μL씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 검액 및 표준액의 피크면적 A_T 및 A_S를 측정

한다.

$$\begin{aligned} & 5\text{-히드록시메틸-2-푸르알데히드 (C}_6\text{H}_6\text{O}_3\text{)의 양 (mg)} \\ & = 5\text{-히드록시메틸-2-푸르알데히드 표준품의 양 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{5} \end{aligned}$$

조작조건

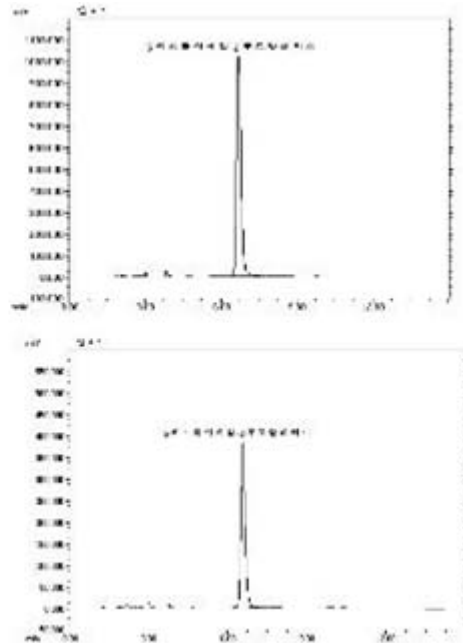
검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 280 nm)

칼럼 : 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 15 ~ 25 cm인 스테인레스강관에 5 ~ 10 μ m의 액체크로마토그래프용옥타데실실릴실리카겔을 충전한다

칼럼온도 : 25 $^{\circ}$ C

이동상 : 물·아세트니트릴혼합액(95 : 5)

유량 : 1.0 mL/분



⇒ 이 약을 건조한 것은 정량할 때 5-히드록시메틸-2-푸르알데히드 (C₆H₆O₃ : 126.11) 0.1 % 이상을 함유한다

다. 위해물질검사

1) 중금속

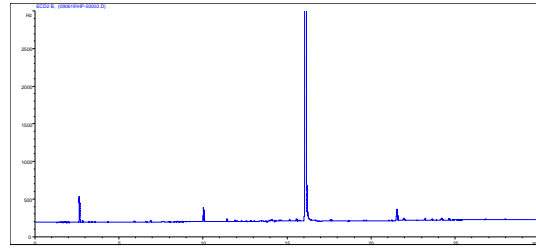
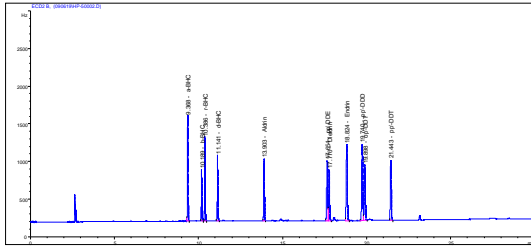
⇒ 생약 등의 중금속 시험방법에 따라 납, 비소, 수은, 카드뮴은 기준 이하이다.

2) 잔류농약

- ① 총디디티(p,p'-DDD,p,p'-DDE,o,p'-DDT 및 p,p'-DDT의 합계): 0.1 mg/kg 이하
- ② 디엘드린(Dieldrin) : 0.01 mg/kg 이하
- ③ 총비에이치씨총BHC : α,β,γ 및 δ -BHC의 합계) : 0.2 mg/kg 이하

④ 알드린(Aldrin) : 0.01 mg/kg 이하

⑤ 엔드린(Endrin) : 0.01 mg/kg 이하



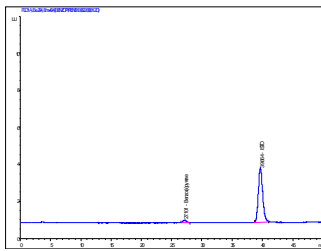
⇒ 총디디티, 디엘드린, 총비에이치씨, 알드린, 엔드린은 기준이하이다.

3) 잔류이산화황

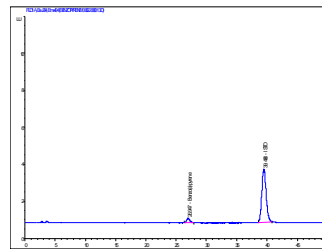
⇒ 모니아-윌리암스변법에 따라 이산화황(SO₂)으로서 30mg/kg 이하이다.

4) 벤조피렌

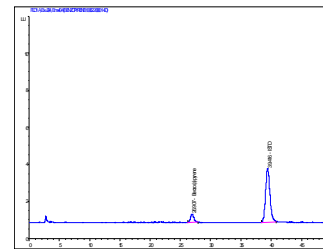
표준액 크로마토그램 및 검량선



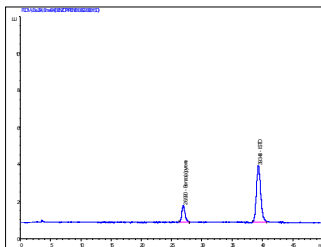
표준액 1 (3 ng/ml)



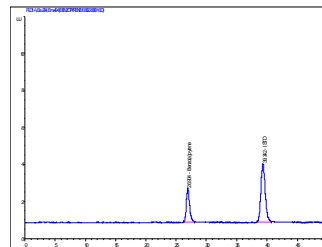
표준액 2 (5 ng/ml)



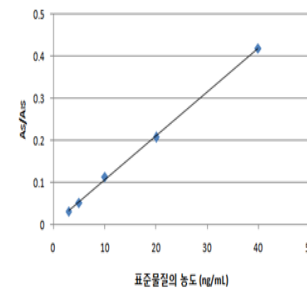
표준액 3 (10 ng/ml)



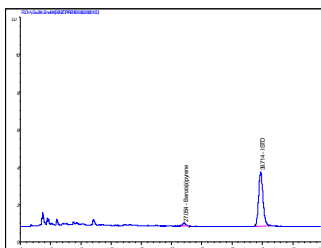
표준액 4 (20 ng/ml)



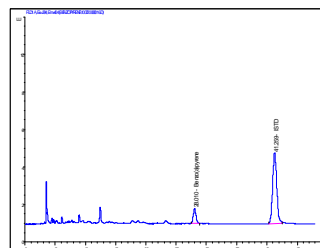
표준액 5 (40 ng/ml)



지황 검액 크로마토그램



0.5 µg/kg 검출



2.3 µg/kg 검출

⇒ 벤조피렌[Benzo(a)pyrene]으로서 5 µg/kg 이하이다.