

液を先の共栓フラスコ中に加えて放冷する。これにヨウ化カリウム 3 g を加えて溶かし、室温で暗所に 45 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示薬：デンプン試液 5 mL）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 4.946 mg As₂O₃

貯法 容器 気密容器。

アヘン末

Powdered Opium

OPIUM PULVERATUM

本品はケシ *Papaver somniferum* Linné (*Papavera-ceae*) から得たあへんを均質な粉末としたもの、又はこれにデンプン若しくは「乳糖」を加えたものである。

本品は定量するとき、モルヒネ (C₁₇H₁₉NO₃: 285.34) 9.5 ~ 10.5 % を含む。

性状 本品は黄褐色～暗褐色の粉末である。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に薄めたエタノール (7 → 10) 5 mL を加え、10 分間超音波処理した後、薄めたエタノール (7 → 10) を加えて 10 mL とする。この液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に「塩酸モルヒネ」25 mg、「リン酸コデイン」12 mg、「塩酸パパベリン」2 mg 及び「塩酸ノスカピン」12 mg をそれぞれ薄めたエタノール (7 → 10) 25 mL に溶かし、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び各標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/トルエン/エタノール (99.5) /アンモニア水 (28) 混液 (20 : 20 : 3 : 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。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい (モルヒネ、コデイン、パパベリン、ノスカピン)。

(2) 本品 0.1 g に水 5 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液 (3 → 10) 1 mL 及び塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤褐色を呈する。この液に、直ちにジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜるとき、ジエチルエーテル層は赤紫色を呈しない (メコン酸)。

乾燥減量 8.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 5 時間)。

定量法 本品約 5 g を精密に量り、乳鉢に入れ、正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ、水酸化カルシウム 2 g 及び正確に水 40 mL を加えて 20 分間かき混ぜた後、ろ過する。ろ液 30 mL に硫酸マグネシウム七水和物 0.1 g を加え、1 分間振り混ぜ、水酸化カルシウム 0.3 g を加えて 1 分間振り混ぜ、1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 20 mL を正確に量り、共栓フラスコに入れ、ジエチルエーテル 10 mL 及び塩化アンモニウム 0.3 g を加え、注意して激しく振り混ぜ、結晶が析出し始めたとき、振り混ぜ機を用い、30

分間振り動かし、5 ~ 10 °C で一夜放置した後、初めジエチルエーテル層を、次に水層を直径 7 cm のろ紙を用いてろ過する。共栓フラスコに付着した結晶をジエチルエーテルを飽和した水 5 mL ずつで 3 回洗い、毎回の洗液でろ紙上の結晶を洗い、最後にジエチルエーテルを飽和した水 5 mL で共栓フラスコの間及びろ紙の上辺を洗う。結晶はろ紙と共にビーカーに移し、正確に 0.05 mol/L 硫酸 15 mL を量り、この液で共栓フラスコ中の結晶を先のビーカーに洗い込む。共栓フラスコは水 5 mL ずつで 4 回洗い、洗液はビーカーの液に合わせ、過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液 4 滴)。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 28.534 mg C₁₇H₁₉NO₃

貯法 容器 気密容器。

アヘン散

Diluted Opium Powder

本品は定量するとき、モルヒネ (C₁₇H₁₉NO₃: 285.34) 0.90 ~ 1.10 % を含む。

製法

アヘン末	100 g
デンプン又は適当な賦形剤	適量
全量	1000 g

以上をとり、散剤の製法により製する。本品には「乳糖」を加えない。

性状 本品は淡褐色の粉末である。

確認試験

(1) 本品 1 g をとり「アヘン末」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品 1 g をとり「アヘン末」の確認試験 (2) を準用する。

定量法 本品約 50 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、希エタノール 250 mL を加え、40 °C の水浴中で 1 時間かき混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。ろ過器上の残留物を先の共栓フラスコに移し、希エタノール 50 mL を加え、40 °C の水浴中で 10 分間かき混ぜた後、先のガラスろ過器を用いてろ過し、希エタノール 50 mL ずつを用い、更に 3 回この操作を繰り返す。全ろ液を乳鉢に合わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物にエタノール (99.5) 10 mL を加え、再び蒸発乾固する。冷後、正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ、以下「アヘン末」の定量法を準用する。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 28.534 mg C₁₇H₁₉NO₃

貯法 容器 気密容器。

アヘンチンキ

Opium Tincture

本品は定量するとき、モルヒネ (C₁₇H₁₉NO₃: 285.34) 0.93 ~ 1.07 w/v% を含む。

製法

アヘン末	100 g
35 vol%エタノール	適量
全量	1000 mL

以上をとり、チンキ剤の製法により製する。ただし、35 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる。

性状 本品は暗赤褐色の液である。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品 1 mL に薄めたエタノール (7 → 10) を加えて 10 mL とする。この液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。以下「アヘン末」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品 1 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物につき、「アヘン末」の確認試験 (2) を準用する。

アルコール数 3.5 以上 (第 1 法)。

定量法 本品 50 mL を正確に量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物にエタノール (99.5) 10 mL を加え、再び蒸発乾固する。冷後、正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ、以下「アヘン末」の定量法を準用する。

$$0.05 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 28.534 \text{ mg } C_{17}H_{19}NO_3$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

アヘンアルカロイド・アトロピン注射液

Opium Alkaloids and Atropine Injection

オピオイド注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、モルヒネ ($C_{17}H_{19}NO_3$; 285.34) 0.90 ~ 1.10 w/v% 及び硫酸アトロピン [$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$; 694.83] 0.027 ~ 0.033 w/v% を含む。

製法

塩酸アヘンアルカロイド	20 g
硫酸アトロピン	0.3 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～淡褐色澄明の液である。

本品は光によって変化する。

pH: 2.5 ~ 3.5

確認試験

(1) 本品 1 mL にエタノール (99.5) 1 mL を加えて混和し、試料溶液とする。以下「塩酸アヘンアルカロイド」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加え、ジエチルエーテル 10 mL で抽出し、ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物にエタノール (99.5) 1 mL を加え、加温して溶かす。この液を水水中で時々振り混ぜながら 30 分間放置し、結晶を析出させた後、

上澄液を試料溶液とする。別に硫酸アトロピン標準品 0.03 g を水 100 mL に溶かす。この液 2 mL につき、試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。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。次にメタノール/アンモニア水 (28) 混液 (200 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラゲンドルフ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内、 R_f 値約 0.2 のスポットは、標準溶液から得ただいたい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (アトロピン)。

定量法

(1) モルヒネ 本品 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、更に水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸モルヒネ約 0.025 g を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後、更に水を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

モルヒネ ($C_{17}H_{19}NO_3$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの量 (mg)} \\ \times \frac{Q_r}{Q_s} \times 0.8867$$

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液 (1 → 500)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 285 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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 °C 付近の一定温度

移動相: ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g に薄めたリン酸 (1 → 1000) 500 mL を加えて溶かした後、水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する。この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する。

流量: モルヒネの保持時間が約 10 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、モルヒネ、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(2) 硫酸アトロピン 本品 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、更に薄めた希塩酸 (1 → 10) 10 mL を加える。この液をジクロロメタン 10 mL ずつを用いて 2 回振り混ぜ、ジクロロメタン層を除く。水層にアンモニア試液 2 mL を加え、直ちにジクロロメタン 20 mL を加え、激しく振り混ぜた後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたらろ紙を用いてろ過し、ろ液を減圧で