

蒸発乾固する。残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びピストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え、密栓して 60 °C の水浴中で 15 分間加温し、試料溶液とする。別に硫酸アトロピン標準品（別途「硫酸アトロピン」と同様に乾燥減量を測定しておく）約 0.03 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加える。以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき、次の条件でガス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アトロピンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

$$\begin{aligned} & \text{硫酸アトロピン } [(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O] \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した硫酸アトロピン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_r}{Q_s} \times \frac{1}{50} \times 1.027 \end{aligned}$$

内標準溶液 臭化水素酸ホマトロピン溶液 (1 \rightarrow 4000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm、長さ 1.5 m のガラス管にガスクロマトグラフ用 50 % フェニルメチルシリコンポリマーを 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 1 ~ 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：210 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素又はヘリウム

流量：アトロピンの保持時間が約 5 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 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、アトロピンの順に流出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

Opium Alkaloids and Scopolamine Injection

オピスコ注射液

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) 1.80 ~ 2.20 w/v% 及び臭化水素酸スコポラミン ($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$; 438.31) 0.054 ~ 0.066 w/v% を含む。

製法

塩酸アヘンアルカロイド	40 g
臭化水素酸スコポラミン	0.6 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 に水 1 mL 及びエタノール (99.5) 2 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 1 mL に水 1 mL 及びアンモニア試液 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。この液を氷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。別に臭化水素酸スコポラミン標準品 0.03 g を水 100 mL に溶かす。この液 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加える。以下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、試料溶液から得た数個のスポットの内、 R_f 値約 0.7 のスポットは、標準溶液から得たただい色色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (スコポラミン)。

定量法

(1) モルヒネ 本品 1 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。

$$\begin{aligned} & \text{モルヒネ } (C_{17}H_{19}NO_3) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_r}{Q_s} \times 0.8867 \end{aligned}$$

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液 (1 \rightarrow 500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (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 を薄めたリン酸 (1 \rightarrow 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) 臭化水素酸スコポラミン 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 をのせたろ紙を用いてろ過し、ろ液を減圧で蒸発乾固する。残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え、密栓して 60 °C の水浴中で 15 分間加温し、試料溶液とする。別に臭化水素酸スコポラミン標準品 (別途「臭化水素酸スコポラミン」と同様に乾燥減量を測定しておく) 約 0.06 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加える。以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき、次の条件でガス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スコポラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

臭化水素酸スコポラミン ($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$) の量(mg)
= 乾燥物に換算した臭化水素酸スコポラミン標準品の量(mg)
 $\times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{50} \times 1.146$

内標準溶液 臭化水素酸ホマトロピン溶液 (1 → 4000)
試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm、長さ 1.5 m のガラス管にガスクロマトグラフ用 50 % フェニル-メチルシリコンポリマーを 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 1 ~ 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：210 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素又はヘリウム

流量：スコポラミンの保持時間が約 8 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 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、スコポラミンの順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面

積に対するスコポラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができない。

弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

Weak Opium Alkaloids and Scopolamine Injection

弱オピスコ注射液

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% 及び臭化水素酸スコポラミン ($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$; 438.31) 0.027 ~ 0.033 w/v% を含む。

製法

塩酸アヘンアルカロイド	20 g
臭化水素酸スコポラミン	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。この液を氷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。別に臭化水素酸スコポラミン標準品 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、試料溶液から得た数個のスポットの内、 R_f 値約 0.7 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 (スコポラミン)。

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