

確認試験

(1) 本品の粉末 1 g にジエチルエーテル 10 mL 及びアンモニア試液 0.5 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、ろ過する。残留物をジエチルエーテル 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を分液漏斗に入れ、薄めた硫酸 (1 → 50) 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、酸抽出液を別の分液漏斗中に分取する。これにアンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし、ジエチルエーテル 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、ジエチルエーテル層を分取する。ジエチルエーテル液を磁製皿に入れ、水浴上で蒸発した後、残留物に発煙硝酸 5 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物を *N,N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5~6 滴を加えるとき、液は赤紫色~紫色を呈する。

(2) 本品の粉末 2.0 g を共栓遠心沈殿管に入れ、アンモニア試液 30 mL を加え、5 分間超音波を照射した後、遠心分離する。上澄液を分液漏斗にとり、酢酸エチル 40 mL を加えて振り混ぜる。酢酸エチル層を分取し、無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、液が澄明となった後、ろ過する。ろ液をとり、減圧下で酢酸エチルを留去し、残留物をエタノール (95) 1 mL に溶かし、試料溶液とする。別に硫酸アトロピン標準品 2 mg 及び臭化水素酸スコポラミン標準品 1 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 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 5 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/水/アンモニア水 (28) 混液 (90 : 7 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 °C で 10 分間乾燥する。冷後、これに噴霧用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 2 個の主スポットは、標準溶液から得たそれぞれの黄白色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

灰分 7.0 % 以下

定量法 本品の粉末を 60 °C で 8 時間乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、アンモニア試液 15 mL を加えて潤す。これにジエチルエーテル 25 mL を加え、密栓して 15 分間振り混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を分取する。残留物はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて、更にこの操作を 2 回行う。全抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去する。残留物を移動相 5 mL に溶かし、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 25 mL とする。この液を孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 2 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に硫酸アトロピン標準品 (別途乾燥減量を測定しておく) 約 0.025 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 25 mL とし、標準原液 A とする。また、臭化水素酸スコポラミン標準品 (別途乾燥減量を測定しておく) 約 0.025 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 25 mL とし、標準原液 B とする。標準原液 A 5 mL 及び標準原液 B 1 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL 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う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するヒヨスチアミン (アトロピン) のピーク面積の比 Q_{TA} 及び Q_{SA} 並びにスコポラミンの

ピーク面積の比 Q_{TS} 及び Q_{SS} を求め、次式によりヒヨスチアミン及びスコポラミンの量を計算し、それらの合計を総アルカロイドの量とする。

$$\begin{aligned} & \text{ヒヨスチアミン (C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した硫酸アトロピン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_{TA}}{Q_{SA}} \times \frac{1}{5} \times 0.8551 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{スコポラミン (C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO}_4\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した臭化水素酸スコポラミン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_{TS}}{Q_{SS}} \times \frac{1}{25} \times 0.7894 \end{aligned}$$

内標準溶液 プルシン二水和物の移動相溶液 (1 → 2500)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm 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: 20 °C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 900 mL に溶かし、トリエチルアミン 10 mL を加え、リン酸で pH 3.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とした液/アセトニトリル混液 (9 : 1)

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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、スコポラミン、アトロピン、内標準物質の順に溶出し、スコポラミンとアトロピンとの分離度は 11 以上、また、アトロピンと内標準物質との分離度は 4 以上である。

ロートエキス

Scopolia Extract

本品は定量するとき、総アルカロイド [ヒヨスチアミン (C₁₇H₂₃NO₃: 289.37) 及びスコポラミン (C₁₇H₂₁NO₄: 303.35)] 0.90 ~ 1.09 % を含む。

製法 「ロートコン」の粗末をとり、35 vol% エタノール、「常水」又は「精製水」を浸出剤として、エキス剤の製法により軟エキスとする。

性状 本品は褐色~暗褐色で、特異なおいがあり、味は苦い。

本品は水にわずかに混濁して溶ける。

確認試験

(1) 本品 4 g を水 10 mL に溶かし、アンモニア試液 8 mL 及びジエチルエーテル 80 mL を加え、密栓して 1 時間振り混ぜた後、トラガント末 2.5 g を加え、再び強く振り混ぜ、5 分間放置し、澄明に分離したジエチルエーテル層を分取する。ジエチルエーテル液を磁製皿に入れ、水浴上で蒸発した後、残留物に発煙硝酸 5 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物を *N,N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ~ 6 滴を加えるとき、液は赤紫色~紫色を呈する。

(2) 本品 0.5 g にアンモニア試液 30 mL を加えてかき

混ぜた後、分液漏斗に移す。酢酸エチル 40 mL を加えて振り混ぜる。酢酸エチル層を分取し、無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、液が澄明となった後、ろ過する。ろ液をとり、減圧下で酢酸エチルを留去し、残留物をエタノール (95) 1 mL に溶かし、試料溶液とする。以下「ロートコン」の確認試験 (2) を準用する。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、アンモニア試液 15 mL を加えて振り混ぜる。これにジエチルエーテル 25 mL を加え、密栓して 15 分間振り混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を分取する。水層はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて、更にこの操作を 2 回行う。全抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去する。残留物を移動相 5 mL に溶かし、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 25 mL とする。以下「ロートコン」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{ヒヨスチアミン (C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した硫酸アトロピン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_{\text{TA}}}{Q_{\text{SA}}} \times \frac{1}{5} \times 0.8551 \end{aligned}$$

スコポラミン (C₁₇H₂₁NO₄) の量 (mg)

$$\begin{aligned} & = \text{乾燥物に換算した臭化水素酸スコポラミン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_{\text{TS}}}{Q_{\text{SS}}} \times \frac{1}{25} \times 0.7894 \end{aligned}$$

内標準溶液 プルシン二水和物の移動相溶液 (1 → 2500)

貯法

保存条件 遮光して、冷所に保存する。

容器 気密容器。

ロートエキス散

Scopolia Extract Powder

本品は定量するとき、総アルカロイド〔ヒヨスチアミン (C₁₇H₂₃NO₃: 289.37) 及びスコポラミン (C₁₇H₂₁NO₄: 303.35)〕0.085 ~ 0.110 % を含む。

製法

ロートエキス	100 g
デンプン、乳糖又はこれらの混合物	適量
全量	1000 g

「ロートエキス」をとり、「精製水」100 mL を加え、加温しながらかき混ぜて軟化し、冷後、デンプン、「乳糖」又はこれらの混合物 800 g を少量ずつ加えてよく混和し、なるべく低温で乾燥し、更にその適量を追加して均質とし、粉末として製する。

性状 本品は帯褐黄色～灰黄褐色の粉末で、わずかに弱いにおいがあり、味はわずかに苦い。

確認試験

(1) 本品 20 g に水 15 mL 及びアンモニア試液 8 mL を加え、均等に混和し、ジエチルエーテル 100 mL 及び塩化ナトリウム 7 g を加え、密栓して 1 時間振り混ぜた後、トラガント末 5 g を加えて強く振り混ぜる。5 分間放置し、澄明に分離したジエチルエーテル液を分取しろ過する。以下「ロートエキス」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品 5.0 g を共栓遠心沈殿管に入れ、アンモニア試

液 30 mL を加え、5 分間超音波を照射した後、遠心分離する。上澄液を分液漏斗にとり、酢酸エチル 40 mL を加えて振り混ぜる。酢酸エチル層を分取し、無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、液が澄明となった後、ろ過する。ろ液をとり、減圧下で酢酸エチルを留去し、残留物をエタノール (95) 1 mL に溶かし、試料溶液とする。以下「ロートコン」の確認試験 (2) を準用する。

定量法 本品約 4.0 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、アンモニア試液 15 mL を加えて振り混ぜる。これにジエチルエーテル 25 mL を加え、密栓して 15 分間振り混ぜ、遠心分離し、ジエチルエーテル層を分取する。水層はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて、更にこの操作を 3 回行う。全抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去する。残留物を移動相 5 mL に溶かし、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に移動相を加えて正確に 25 mL とする。この液を孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 2 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に硫酸アトロピン標準品 (別途乾燥減量を測定しておく) 約 0.025 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 25 mL とし、標準原液 A とする。また、臭化水素酸スコポラミン標準品 (別途乾燥減量を測定しておく) 約 0.025 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 25 mL とし、標準原液 B とする。標準原液 A 5 mL 及び標準原液 B 1 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に移動相を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL 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う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するヒヨスチアミン (アトロピン) のピーク面積の比 Q_{TA} 及び Q_{SA} 並びにスコポラミンのピーク面積の比 Q_{TS} 及び Q_{SS} を求め、次式によりヒヨスチアミン及びスコポラミンの量を計算し、それらの合計を総アルカロイドの量とする。

$$\begin{aligned} & \text{ヒヨスチアミン (C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した硫酸アトロピン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_{\text{TA}}}{Q_{\text{SA}}} \times \frac{1}{5} \times 0.8551 \end{aligned}$$

スコポラミン (C₁₇H₂₁NO₄) の量 (mg)

$$\begin{aligned} & = \text{乾燥物に換算した臭化水素酸スコポラミン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_{\text{TS}}}{Q_{\text{SS}}} \times \frac{1}{25} \times 0.7894 \end{aligned}$$

内標準溶液 プルシンの二水和物移動相溶液 (1 → 2500)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm 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: 20 °C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 900 mL に溶かし、トリエチルアミン 10 mL を加え、リン酸で pH 3.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とした液/アセトニトリル混液 (9:1)

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。

カラムの選定: 標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、スコポラミン、アトロピン、内標準物