

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。

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

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

内標準溶液 プルシン二水和物の移動相溶液 (1 → 2500)

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。

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

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

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

質の順に溶出し、スコポラミンとアトロピンとの分離度が 11 以上、また、アトロピンと内標準物質との分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

ロートエキス・アネスタミン散

Scopolia Extract and Ethyl Aminobenzoate Powder

本品は定量するとき、アミノ安息香酸エチル ($C_9H_{11}NO_2$: 165.19) 22.5 ~ 27.5 % を含む。

製法

ロートエキス	10 g
アミノ安息香酸エチル	250 g
酸化マグネシウム	150 g
炭酸水素ナトリウム	500 g
デンプン、乳糖又はこれらの混合物	適量
全量	1000 g

以上をとり、散剤の製法により製する。ただし、「ロートエキス」の代わりに「ロートエキス散」を用いて製することができる。

性状 本品はわずかに褐色を帯びた白色の粉末で、味はわずかに苦く、舌を麻ひする。

確認試験

(1) 本品 2 g にジエチルエーテル 20 mL を加え、振り混ぜてガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、残留物はジエチルエーテル 10 mL ずつで 3 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、蒸発乾固し、残留物につき、次の試験を行う (アミノ安息香酸エチル)。

(i) 残留物 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(ii) 残留物 0.1 g に水 5 mL を加え、希塩酸を滴加して溶かし、ヨウ素試液を滴加するとき、褐色の沈殿を生じる。

(iii) 残留物 0.05 g に酢酸 (31) 2 滴及び硫酸 5 滴を加えて加温するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

(2) (1) のジエチルエーテル不溶の残留物に水 30 mL を加え、静かに振り混ぜ、ろ過して得た液はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応を呈する。

(3) (2) の水に不溶の残留物に希塩酸 10 mL を加えて振り混ぜ、ろ過して得た液はマグネシウム塩の定性反応を呈する。

(4) 本品 30 g を共栓三角フラスコにとり、水 100 mL を加え、30 分間振り混ぜ、直ちにガラスろ過器 (G3) を用いて吸引ろ過する。フラスコ中の残留物はろ液を用いてろ過器に移し、ろ過器上の残留物を強く押し付けながら吸引ろ過する。ろ液 75 mL を 300 mL のビーカーに入れ、薄めた硫酸 (1 → 3) 10 mL を注意して加える。この液にプロモクレゾールグリーン試液 0.2 mL を加え、液が緑色から黄緑色に変わるまでよくかき混ぜながら希硫酸を滴加する。冷後、この液を分液漏斗に入れ、ジエチルエーテル/ヘキサン混液 (1 : 1) 25 mL ずつで 2 回よく振り混ぜて洗い、水層を別の分液漏斗にとり、アンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし、直ちにジエチルエーテル 30 mL を加えてよく振り混ぜ

る。ジエチルエーテル層は塩化ナトリウム飽和溶液 10 mL ずつで 2 回洗い、ジエチルエーテル層を分取し、無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、脱脂綿を用いてろ過する。ろ液を蒸発乾固し、残留物をエタノール (95) 0.2 mL に溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用硫酸アトロピン 0.020 g 及び臭化水素酸スコポラミン 0.010 g をエタノール (95) 10 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 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。次にクロロホルム/メタノール/アセトン/アンモニア水 (28) 混液 (73 : 15 : 10 : 2) 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赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、ソックスレー抽出器を用い、ジエチルエーテル 100 mL を加えて 1 時間抽出する。ジエチルエーテルを水浴上で留去し、残留物を 1 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 250 mL とし、試料溶液とする。別にアミノ安息香酸エチル標準品をデシケーター (シリカゲル) で 3 時間乾燥し、その約 0.075 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 250 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、新たに製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 200) 1 mL を加え、時々振り混ぜながら、5 分間放置する。次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加え、よく振り混ぜ、10 分間放置した後、 N 、 N -ジエチル- N' -1-ナフチルエチレンジアミンシユウ酸塩・アセトン試液 2 mL を加え、直ちに混和し、水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、2 時間後に紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{アミノ安息香酸エチル (C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{アミノ安息香酸エチル標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法 容器 密閉容器

ロートエキス・カーボン散

Scopolia Extract and Carbon Powder

製法

ロートエキス	5 g
薬用炭	550 g
天然ケイ酸アルミニウム	345 g
デンプン、乳糖又はこれらの混合物	適量
全量	1000 g