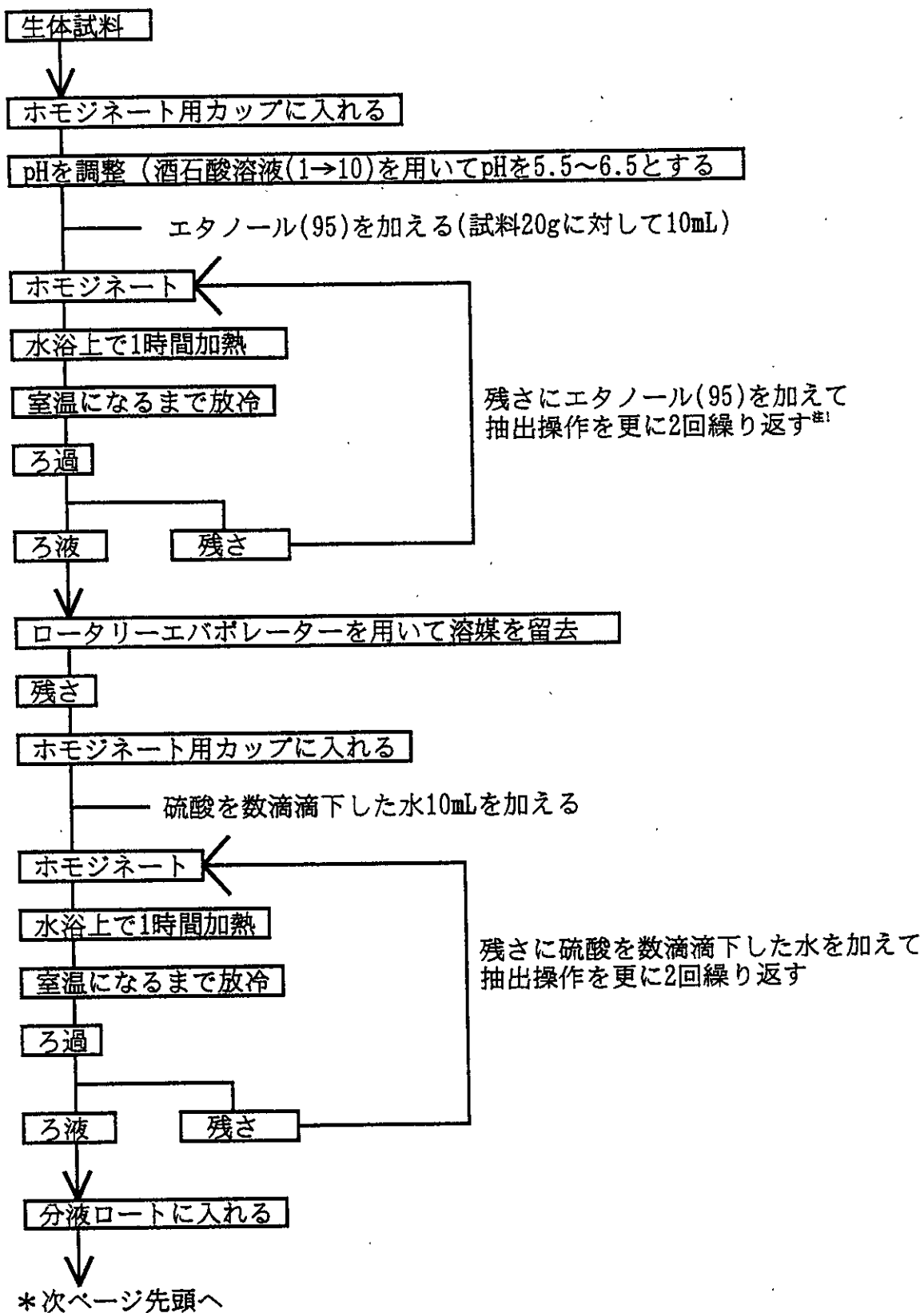
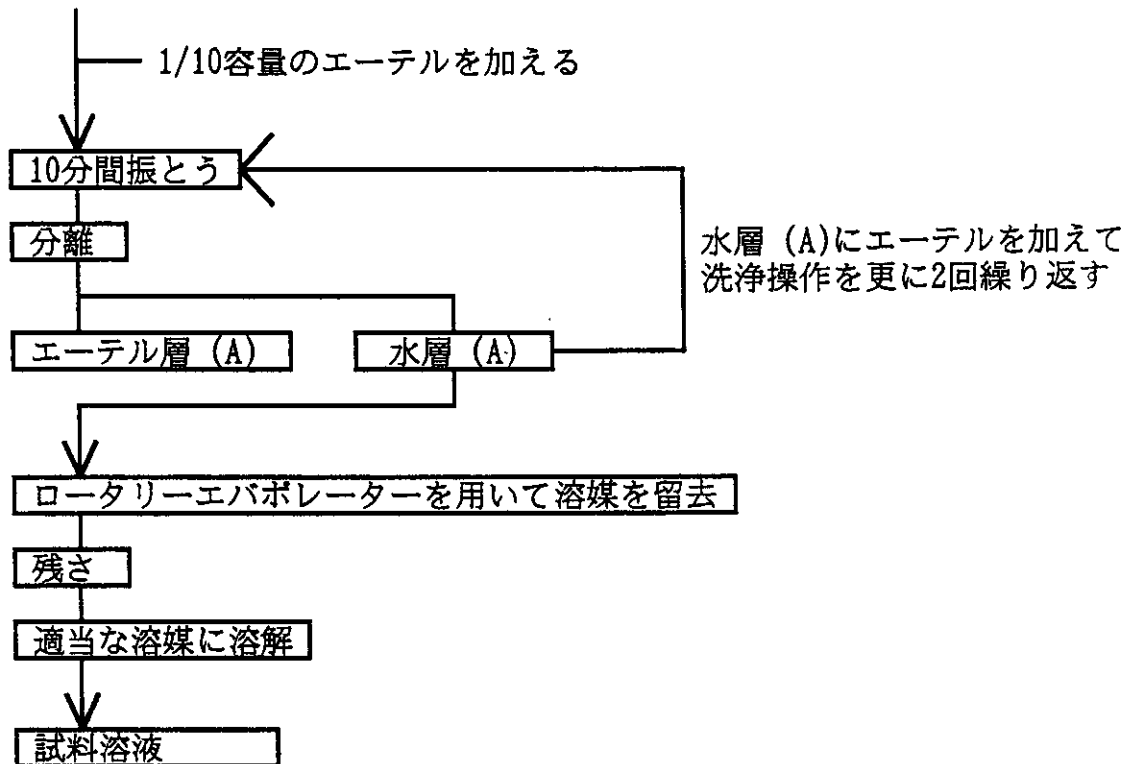


1. ジゴキシン及びジギトキシンの定性及び定量試験用試料溶液の調製法

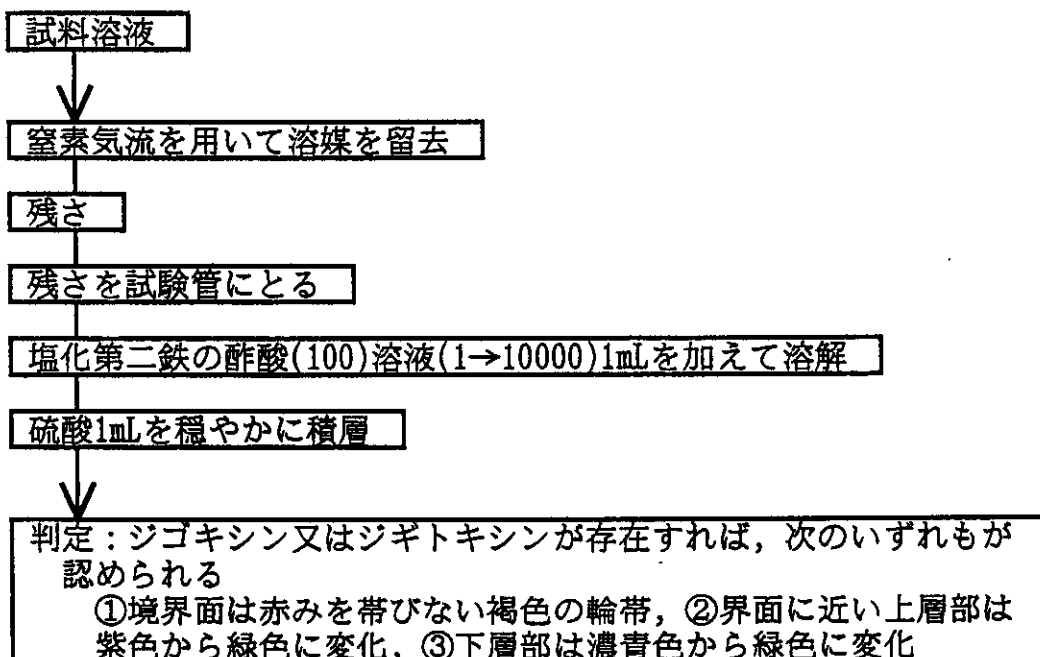




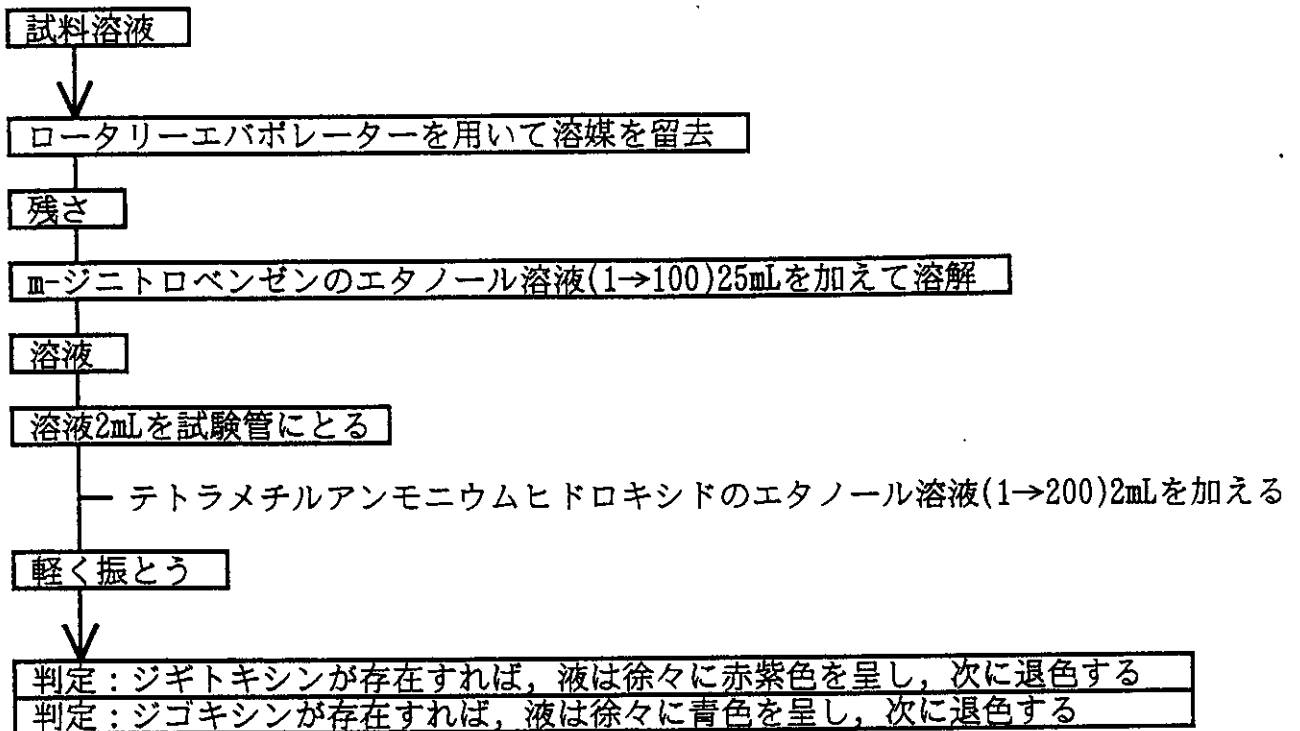
注意点

注1：得られた残さがシロップ状ならば、残さを100mLの熱エタノール(95)で数回抽出を繰り返して濃縮する

2. ジゴキシン及びジギトキシンの定性試験(a)



3. ジゴキシシ及びジギトキシシの定性試験(b)



4. 薄層クロマトグラフ法によるジゴキシシ及びジギトキシシの定性試験

展開溶媒：ジクロルメタン/メタノール/水(84:15:1)混液
薄層板：シリカゲルプレート
検出：希硫酸を噴霧し、110°Cで10分間加熱する

5. 液体クロマトグラフ法によるジゴキシシ及びジギトキシシの定量試験

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)
カラム：内径約4mm,長さ約15cm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
移動相：メタノール/水(3:1)混液
流量：1mL/min

参考文献

第十三改正 日本薬局方
日本薬学会編, '薬毒物化学試験法と注解', 南山堂(1992)

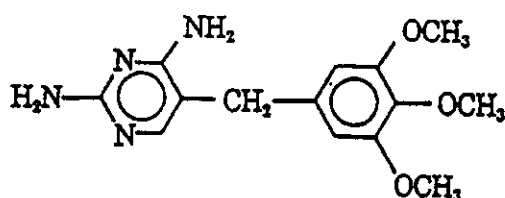
葉酸代謝拮抗剤（メトトレキサート；商品名：メソトレキセート等，スルファメトキサゾール・トリメトプリム合剤；商品名：ウロダウン，バクトラミン等）の分析法

目次

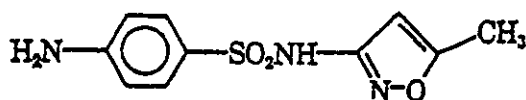
1. メトトレキサートの定性及び定量試験用試料溶液の調製法
2. 吸収スペクトルによるメトトレキサートの定性試験
3. 液体クロマトグラフ法によるメトトレキサートの定量試験
4. 薄層クロマトグラフ法によるスルファメトキサゾールの定性試験
5. 薄層クロマトグラフ法によるトリメトプリムの定性試験
6. 液体クロマトグラフ法によるスルファメトキサゾール及びトリメトプリムの定量試験

参考資料

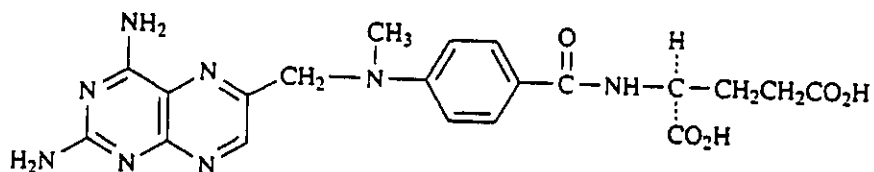
毒性データ：メトトレキサート；ラットLD₅₀14mg/kg（静注），スルファメトキサゾール
マウスLD₅₀3664mg/kg（経口），トリメトプリム；マウスLD₅₀7g/kg（経口）



トリメトプリム
trimethoprim

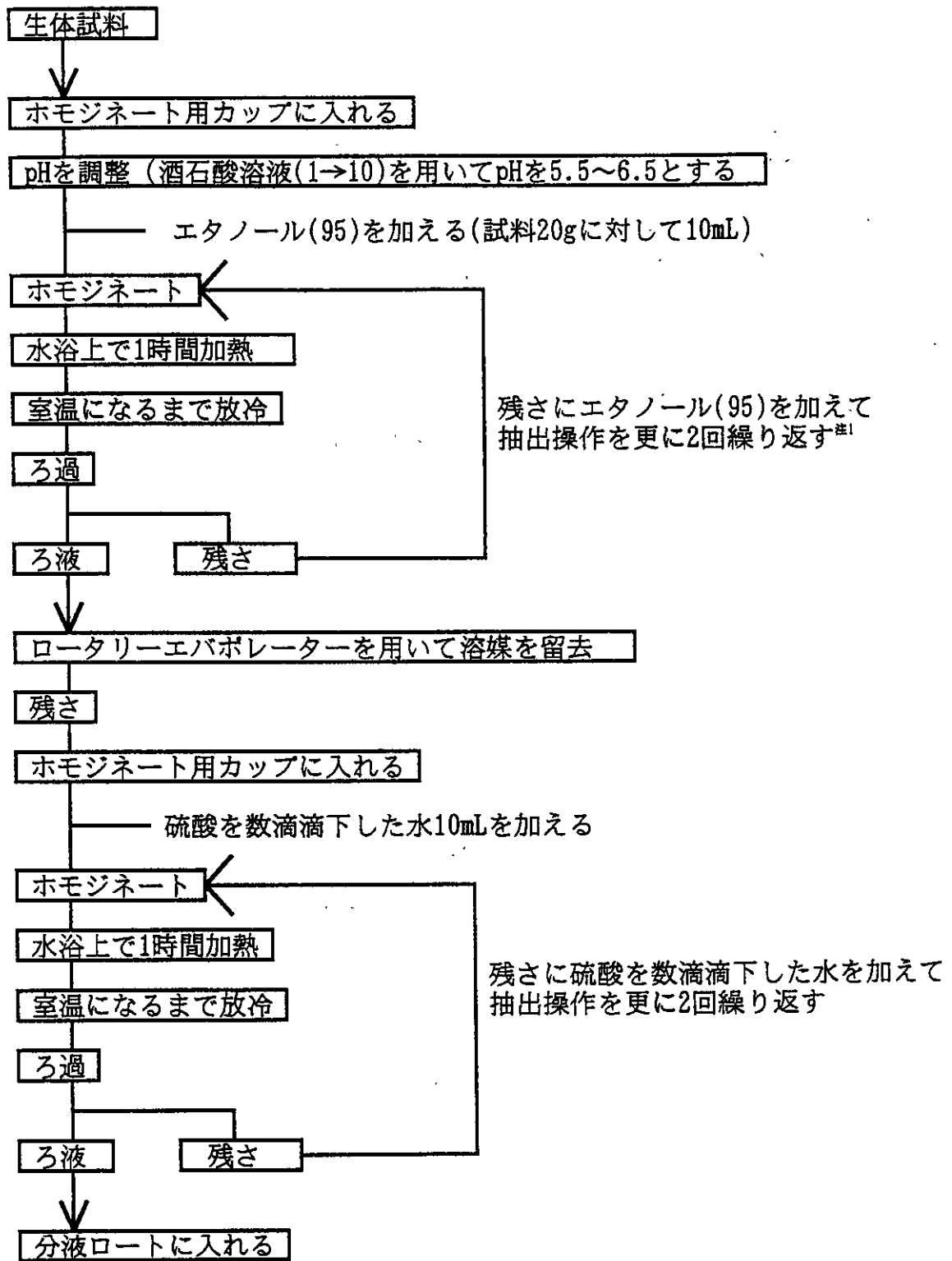


スルファメトキサゾール
sulfamethoxazole

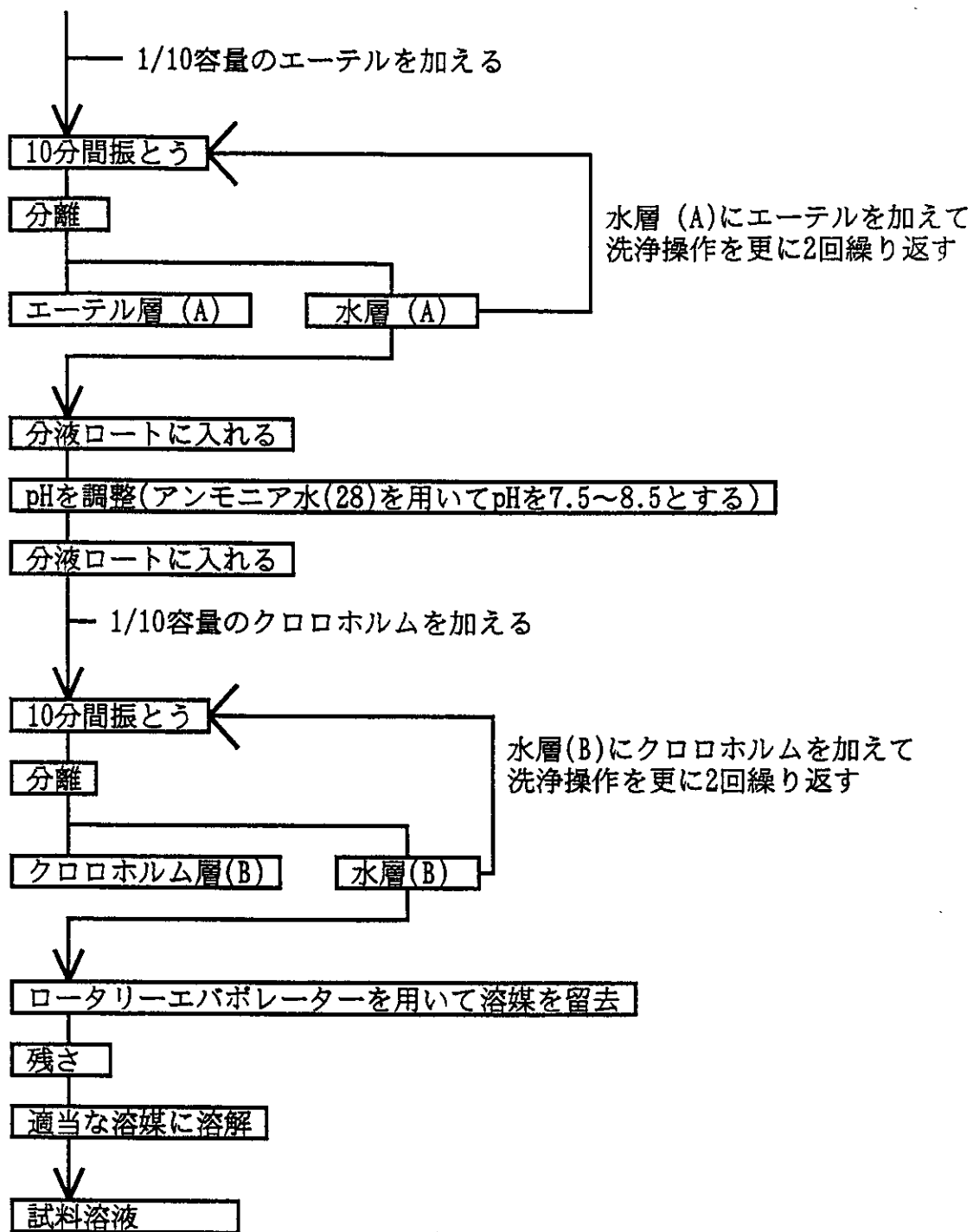


メトトレキサート
Methotrexate

1. メトトレキサートの定性及び定量試験用試料溶液の調製法



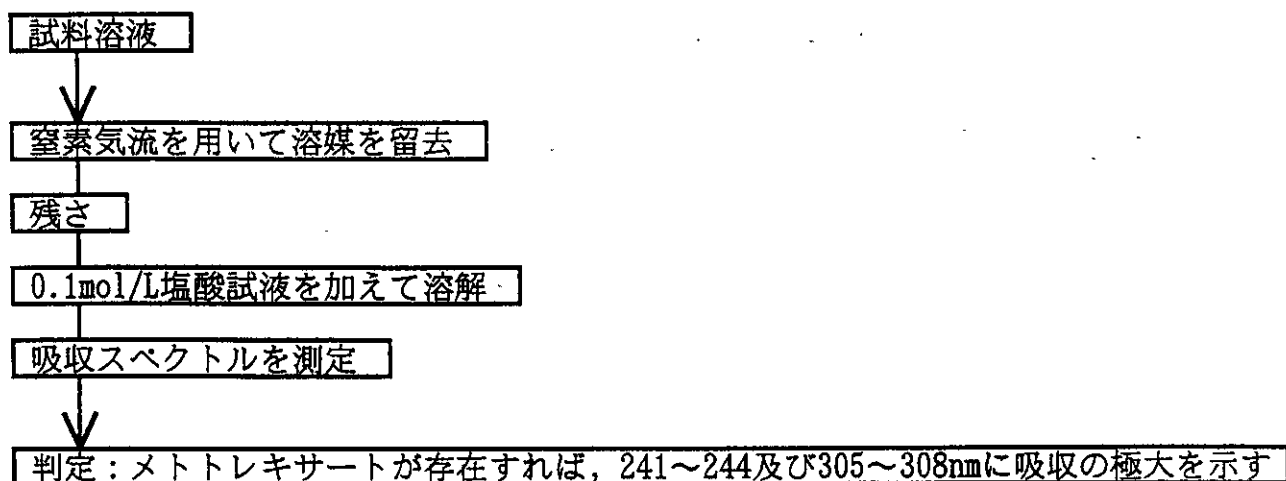
*次ページ先頭へ



注意点

注1: 得られた残さがシロップ状ならば、残さを100mLの熱エタノール(95)で数回抽出を繰り返して濃縮する

2. 吸収スペクトルによるメトトレキサートの定性試験



3. 液体クロマトグラフ法によるメトトレキサートの定量試験

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：307nm)

カラム：内径約4mm,長さ約25cm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

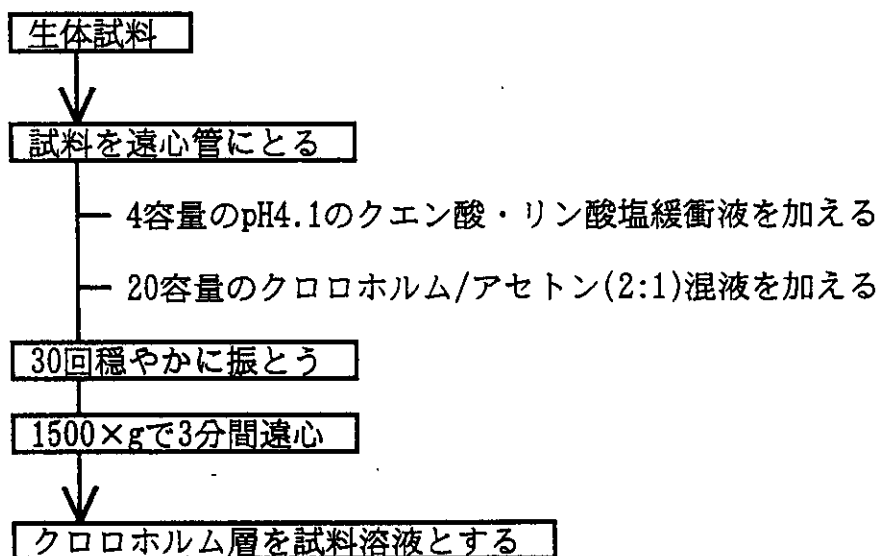
移動相：pH3.9の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/アセトニトリル(22:3)混液

流量：1.5mL/min

試薬

pH3.9の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液：酢酸ナトリウム三水和物3.4gを水900mLに溶かし，酢酸を加えてpHを3.9に調整した後，水を加えて1000mLとする

4. 薄層クロマトグラフ法によるスルファメトキサゾールの定性試験



早急に行うには，クロロホルムを加え，超音波等にて抽出し，抽出液を試料溶液とする(ただし，夾雑物等の影響があり，誤判定となる恐れがあるので，注意が必要である)。

展開溶媒：ベンゼン/イソプロパノール(4:1)混液

薄層板：蛍光剤入りシリカゲルプレート

検出方法：(a)紫外線(254nm)を照射する。

(b)硫酸/エタノール(1:1)混液を噴霧し、130°Cに加熱する。

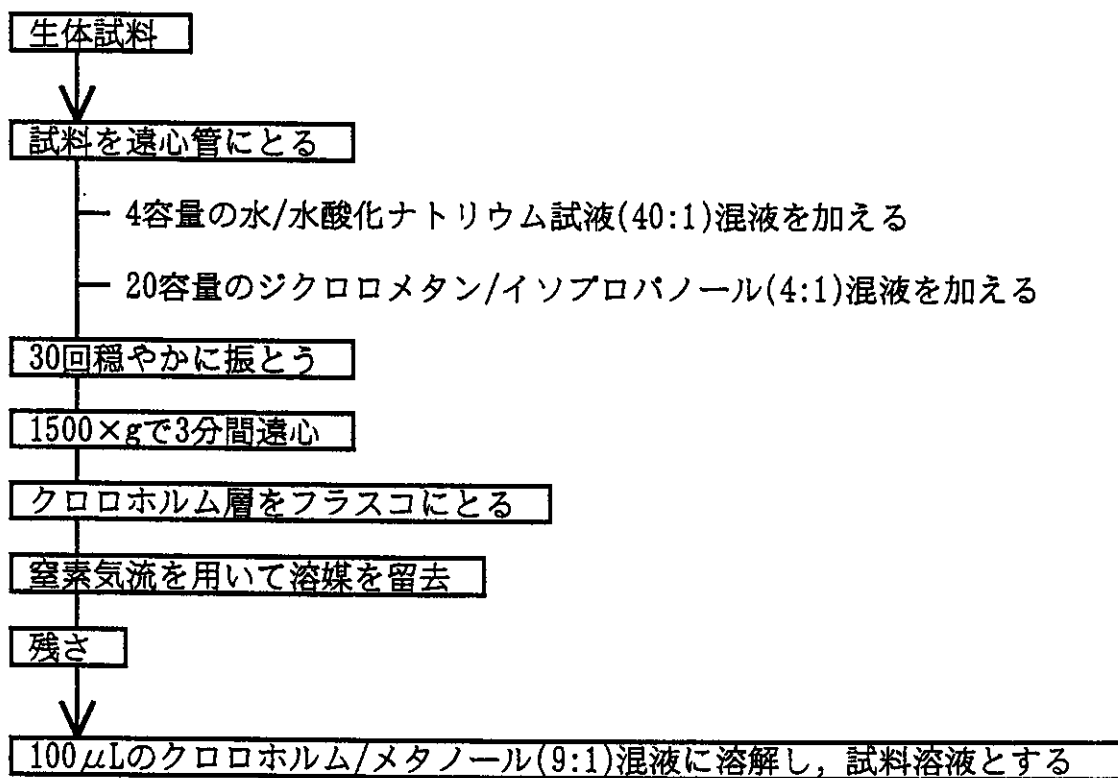
参考

上記条件におけるスルファメトキサゾールのRf値は約0.5である

試薬

pH4.1のクエン酸・リン酸塩緩衝液：リン酸二水素ナトリウム二水和物62.4gを水に溶かして1000mLとする。この液に、クエン酸一水和物63.04gを水に溶かして1000mLとしたものを加えて、pHを4.1に調整する

5. 薄層クロマトグラフ法によるトリメトプリムの定性試験



早急に行うには、クロロホルムを加え、超音波等にて抽出し、抽出液を試料溶液とする(ただし、夾雑物等の影響があり、誤判定となる恐れがあるので、注意が必要である)。

展開溶媒：クロロホルム/1-プロパノール/アンモニア水(28)(80:20:1)混液

薄層板：蛍光剤入りシリカゲルプレート

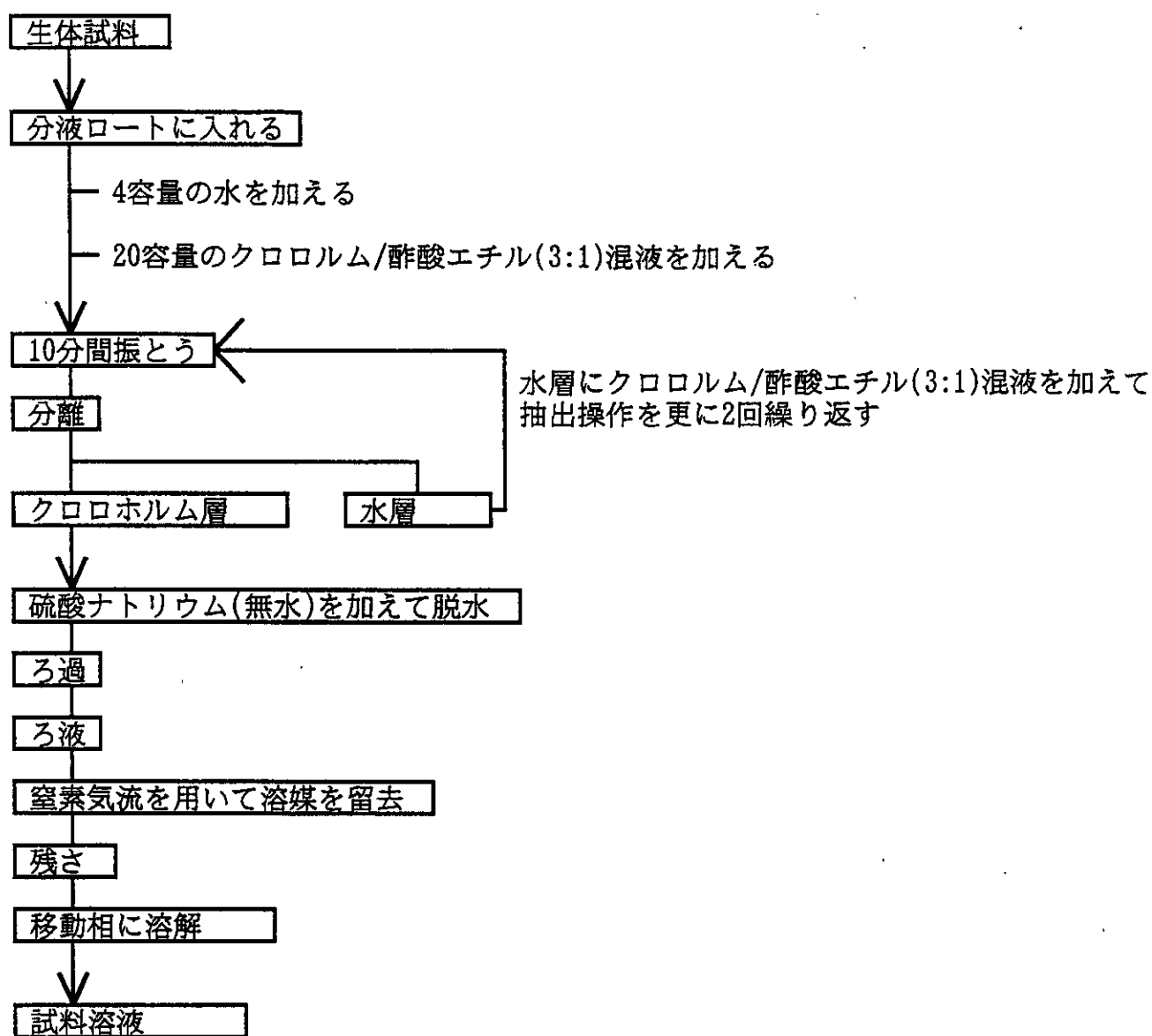
検出方法：(a)紫外線(254nm)を照射する。

(b)硫酸/エタノール(1:1)混液を噴霧し、130°Cに加熱する。

参考

上記条件におけるトリメトプリムのRf値は約0.42である

6. 液体クロマトグラフ法によるスルファメトキサゾール及びトリメトプリムの定量試験



操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：トリメトプリム；230nm，スルファメトキサゾール；250nm)

カラム：内径約4.6mm，長さ約15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフ用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする

移動相：40mMリン酸二水素ナトリウム溶液/アセトニトリル(21:4)混液に塩酸試液を加えてpHを4.8に調整する

流量：1.8mL/min

参考文献

第十三改正 日本薬局方

M.Cociglio et al., J.Chromatogr.B, 674, 101-110(1995)

日本薬学会編，'薬毒物化学試験法と注解'，南山堂(1992)

C.W.Sigel et al., J.Pharm.Sci., 63(8), 1202-1205(1974)

G.R.Erdmann et al., J.Chromatogr., 433, 187-195(1988)

有毒植物成分等

研究協力者 佐竹元吉

原因不明の中毒事件における情報提供体制のあり方と発生初期の分析法に関する研究

生薬部

植物が関与する中毒は有毒植物と幻覚物質を含む植物で起こされると考えられる。これらの植物をTable 1 とTable 2にまとめた。

これらのなかで、中毒事件の起こる可能性があると考えられる、トリカブトのアコニチン及びハシリドコロヤダツラのトロパンアルカロイドの分析法をまとめた。

過去の経験から、事件又は事故が起きたときの試料の保存状態により、原因物質の解明が迅速に出来るものと出来ないものに分かれるので、初期の試料の取り扱いが大切である。

植物の形態が明らかなものは、形態学的観察から判明できるものが多い。トリカブトの花粉中毒はどの花粉の形態から同定出来る。トリカブトの根は褐色の石細胞が特徴である。ヨウショヤマゴボウの根は根の多環中心柱が特徴であることから鑑定できる。

個々の中毒事件で毒性成分の作用から予測される毒性症状から植物が明らかになることもあるが摂取量によって作用の異なる場合もある。

毒性成分の含有量に関しては定量法が確立していないものが多く今年度は、トリカブト、トロパンアルカロイド、ふぐ毒、ユズリハを取りあげた。

Table 1-1 List of Toxicans and Medicinal Plants

J.B. Harborne & H. Baxter: Dictionary of Plant toxins, Jon Wiley & Sons (1996)

Family name	Scientific name	Chemical compound	LD50, lethal dose in human or animal	References
Amariaceae	<i>Galanthus sp.</i>	galantamine	11mg/kg, s.c., mice	Barton, D.H.R., J. Chem. Soc., 1962, 806
Euphorbiaceae	<i>Haemanthus kalmeyeri</i>	narciasine	5mg/kg, s.c., mice	Fuganti, C., J. Chem. Soc. Chem. Commun., 1972, 239
	<i>Haemanthus montanus</i>	montanine	42mg/kg, i.v., dog	Inubushi, Y., J. Org. Chem., 1960, 25, 2153
Apocynaceae	<i>Lycoris radiata</i>	lycorine	41mg/kg, dog	Brossi, A., The Alkaloids, 1985, 25, 1, Academic Press
	<i>Strophanthus gratus</i>	ouabain	0.11mg/kg, i.v., mice	Hauschild-Rogat, P., Helv. Chim. Acta, 1967, 50, 2299
Asteraceae	<i>Strophanthus gratus</i>	ouabain	14mg/kg, i.v., rat	Hauschild-Rogat, P., Helv. Chim. Acta, 1967, 50, 2299
	<i>Strophanthus korbe</i>	cymarlin	0.095mg/kg in cat	Wyss, E., Helv. Chim. Acta, 1966, 43, 664
Asteraceae	<i>Aristrochta clemematis</i>	aristolic acid	203.4mg/kg, p.o., male rat	Mengs, U.; Archiv. of toxicology, 1987, 59, 328
Asclepiadaceae	<i>Asclepias eriocarpa</i>	eriocarpin	6.5mg/kg, i.p., mice	Chung, H.T.A., J. Chem. Soc. Perkin trans. 1, 1980, 3169
Asclepiadaceae	<i>Asclepias labriformis</i>	labriformin	9.2mg/kg, i.p., mice	Fonseca, G., J. Nat. Prod., 1991, 54, 860
	<i>Calotropis procera</i>	calacton	0.12 mg/kg, cat	Al-Said, M.S., Phytochemistry, 1988, 27, 3245
	<i>Calotropis procera</i>	uchariadin	1.4mg/kg, i.v., cat	Bruschweiler, F., Helv. Chim. Acta, 1969, 52, 2276
	<i>Gomphocarpus fruticosus</i>	gofruside	0.19mg/kg, cat	Hunger, A., Helv. Chim. Acta., 1952, 35, 1073
Cactaceae	<i>Asclepias curassavica</i>	asclepin	0.236mg/kg, i.v., cat	Patnailk, G.K., Arzneim., Forsch., 1978, 28, 1130
Cactaceae	<i>Lophophora willamuse</i>	lophophorine	15-20mg/kg, i.v., rabbit	Spath, E., Ber. Dtsch. Chem. Ges., 1935, 68, 501
Compositae	<i>Atractylis gummifera</i>	atractyloside	431mg/kg, rat	Sanit, R., Attractyloside; Chemistry Biochemistry and Toxicology, 1978, 33, Pecon Editore, Padua, Italy.
Compositae	<i>Helenium autumnale</i>	helenalin	92mg/kg, p.o., male mice	Lee, K.H., J. Pharm. Sci., 1977, 55, 1194
	<i>Hymenoxys odorata</i>	hymenoxon	75mg/kg, /kg, p.o., sheep	Petersen, R.C., J. Chem. Soc. Perkin Trans 2, 1976, 1399
Convulsiaceae	<i>Tetradymia glabrata</i>	tetradymol	250mg/kg, o.p., mice	Jennings, P.W., J. Org. Chem., 1974, 39, 3392
	<i>Convolvulus arvensis</i>	pseudotropine	164mg/kg, lethal dose in mice	Todd, F.G., Phytochemistry, 1995, 39, 301
Coriariaceae	<i>Ipomoea batatas</i>	ipomeanarone	200mg/kg, i.p., mice	Birch, A.J., Chem. Ind. (London), 1954, 902
	<i>Coraria japonica</i>	coriamyrtin	3mg/kg, i.p. in mice	Okuda, T., Tetrahedron Letter, 1965, 4191
Cuciferae	<i>Erysimum heheticum</i>	heheticoside	0.104mg/kg, i.v., cat	Nagata, W., Helv. Chim. Acta, 1957, 40, 41
Cucurbitaceae	<i>Cucumis hookeri</i>	cucurbitacin A	0.7mg/kg, rabbit	Lawe, D., Fortschr. Org. Naturst., 1971, 29, 307.
Ephedraceae	<i>Ephedra sinica</i>	l-ephedrine	350mg/kg, i.p., mice	Martindale, The Extra Pharmacopoeia, 30th edn, 1993, 1244, The Pharmaceutical Press
Epicaceae	<i>Rhododendron</i> spp.	grayanotoxin I	1.31mg/kg, i.p., mice	Kakisawa, H., Tetrahedron, 1965, 21, 3091
Ginkgoaceae	<i>Ginkgo biloba</i>	4-o-methylpyridoxine	ca 11mg/kg, p.o., human	Wada, K., Chem. Pharm. Bull., 1988, 36, 1779
Leguminosae	<i>Erythrina americana</i>	β -erythroline	29.5mg/kg, i.p., mice	Aguilar, M., Phytochemistry, 1981, 20, 2061
Leguminosae	<i>Cytis scoparius</i>	cytisine	18mg/kg, mice	Govindachari, T.R., J. Chem. Soc., 1957, 3839
	<i>Laburnum anagyroides</i>	cytisine	18mg/kg in mice	Govindachari, T.R., J. Chem. Soc., 1957, 3839
	<i>Abrus precatorius</i>	abrin	2mg/kg, mice	Oliver-Bever, B.E.P., Medicinal Plants in Tropical West Africa, 1986, 230. CUP

Table 1-2 List of Toxicans and Medicinal Plants

Family name	Scientific name	Chemical compound	LD50, lethal dose in human or animal	References
Liliaceae	<i>Convallaria majalis</i>	convallatoxin	0.3mg/kg, lethal dose, frog	kebka, W., Phytochemistry, 1974, 13, 1805
ユリ科	<i>Bowiea volubilis</i>	bufadienolide	0.12mg/kg, cat	Katz, A., Helv. Acta, 1953, 36, 1417
	<i>Veratrum alba</i>	protoveratrine-A	20mg/kg, lethal dose in man	Kupchan, S.M. J. Am. Chem., 1960, 82, 2252
Loganiaceae	<i>Stychnos spp.</i>	bruche	200mg/kg, lethal dose in human	Robinson, R., prog. Org. Chem, 1952, 1, 1
マチソ科				
Malvaceae	<i>Banisteria caapi</i>	harmine	243mg/kg, s.c., cat	Spayh, E., Ber. Disch, Chem. Ges., 1930, 63, 120
キントウノオ科				
Menispermaceae	<i>Menispermum dauricum</i>	dauricine	6 mg/kg, i.p., mice	Kameltani, T., Tetrahedron Letter, 1964, 2771
ツスラソ科				
Myoporaceae	<i>Myopororum mantanum</i>	myomonatanone	10mg/kg, fetal dose, i.p., mice	Meura, P. L., Tetrahedron Lett., 1983, 24, 1749
ミオボソ科				
Papaveraceae	<i>Corydalis cava</i>	isocorydine	10.9mg/kg, i.p., rat	Schlitter, E., Helv. Chim. Acta, 1952, 35, 111
	<i>Papaver somniferum</i>	morphine	1-1.0mg/kg, lethal dose in human	Muhtadi, F., J. Anal. Profiles Drug Subst., 1988, 17, 259
ケシ科	<i>Papaver fugax</i>	mecarbriene	4.1mg/kg, mice	Slavil, J., Collect. Czech. Chem. Commun., 1965, 30, 914
	<i>Papaver orientale</i>	isothebaine	26mg/kg in human	Battersby, A. R., J. Chem. Soc., 1965, 4550
	<i>Papaver rhoeas</i>	rhoeadline	53.0mg/kg, i.p., rat	Santavy, F., Collect. Czech. Chem. Commun., 1965, 30, 3479
	<i>Papaver somniferum</i>	papaverine	25mg/kg, i.v., mice	Manske, R. H. F., The Alkaloids, 1954, 4, 29, Academic Press
Ranunculaceae	<i>Aconitum sp.</i>	aconitine	3-6mg/kg, lethal dose in human	Birnbaum, K. B., Tetrahedron Letter, 1971, 867
キンボウケ科	<i>Adonis vernalis</i>	adonitoxin	0.191 mg/kg, cat	Pitra, J., Collect. Czech. Chem. Commun., 1961, 26, 1551
	<i>Copis japonica</i>	berberine	27.5mg/kg, lethal in human	Brossi, A., The Alkaloids, 1986, 28, 96, Academic Press.
	<i>Delphinium anderssonii</i>	1,4-deacetylnudicauline	4 mg/kg, i.p. in mice	Pelletier, S. W., Heterocycles, 1988, 27, 2387
	<i>Delphinium anderssonii</i>	nudicauline	2.7 mg/kg, i.v., mice	Pelletier, S. W., Heterocycles, 1988, 27, 2387
	<i>Delphinium elatum</i>	methyl-lycaconitine	25-40mg/kg, cattle	Kuzovkov, A. D., J. Gen. USSR, 1959, 29, 2746
	<i>Helieborus niger</i>	hellebrin	0.85 μmol/kg, p.o., guinea-pig	Tschesche, R. Z., naturforsch, 1965, 20, 8, 707
	<i>Thalictrum dasycarpum</i>	thalicarpine	58.6mg/kg, s.c., mice	Tomita, M., Tetrahedron Lett., 1965, 4309
Rosaceae	<i>Prunus spp.</i>	purunasin	0.25mg/kg, lethal dose, guinea pigs	Kofod, H., Tetrahedron Lett., 1966, 1289
バラ科				
Rubiaceae	<i>Cinchona officinale</i>	quinine	11.5mg/kg, i.p., mice	Muhtadi, F., J. Anal. Profiles Drug Subst., 1983, 12, 547
フカネ科				
Scrophulariaceae	<i>Delris elliptica</i>	rotenone	2.8mg/kg, i.p., rat	Jacobson, M., Nasyrally Occuring Insecticides, 1971, 71, Marcel Dekker
フクロハシソ科	<i>Digitalis lanata</i>	gitorin	0.44mg/kg, s.c., cat	Sasakawa, Y., Chem. Pharm. Bull., 1959, 7, 265
	<i>Digitalis purpurea</i>	digitoxin	60mg/kg, p.o., guinea-pig	Drakenberg, T., Can. J. Chem., 1990, 58, 272
			0.4mg/kg, i.v., cat	
Solanaceae	<i>Atropa belladonna</i>	atropine	100mg/kg, lethal dose in human	Seeger, R., Disch. Apoth. Zig., 1986, 126, 1930
ナス科	<i>Nicotiana tabacum</i>	nicotine	about 50mg/kg, fatal dose in human	Enzell, C. R., Fortschr. Chem. Org. Naturst., 1977, 34, 1
	<i>Solanum tuberosum</i>	α-solanine	2.8mg/kg, p.o., man	Kuhn, R., Angew. Chem., 1954, 66, 639
Taraceae	<i>Taxus brevifolia</i>	taxol	9mg/kg, p.o., dog	Wani, M. C., J. Am. Chem. Soc., 1971, 93, 2325
イチョウ科				
Thymelaeaceae	<i>Daphne mezereum</i>	daphnetoxin	0.25mg/kg, p.o.,	Stout, G. H., J. Am. Chem. Soc., 1970, 92, 1070
ソソチヨウケ科				

Table 2

List of Hallucinogenic Plants¹¹⁾

キノコ類		
Lycoperdon mixtrecorum		Mexico
Amanita muscaria fly agaric		North america, Siberia
	muscarine(0.0002~0.0003% of fresh Amanita muscaria)	
	<u>ibotenic acid</u>	
Psilocybe mexicana	<u>psilocybin</u>	Aztecs
Psilocybe aztecum		
Conicybe siliginoide		
Panaeolus sphinchinctrius		
Stropharia cubensis		
Claviceps purupurea ergota alkaloid		
被子植物		
双子葉植物		
Acanthaceae キツネノマゴ科		
Justicia pectoralis var. stenophylla		Amazone
	<u>N,N,-dimethyltrptamine</u>	
Aizoaceae ツルナ科		
Mesembryanthemum expansum	southern African (Hottentot)(kanna)	
	<u>mesembrine(cocain-like)</u>	
Apocynaceae キョウチクトウ科		
Tabernanthera iboga Congo		<u>ibogaine</u>
Cactaceae サボテン科		
Lophophora williamsii (ウバタマ)	Mexico(peyotl)	<u>mescaline, peyonine</u>
Trichocereus pachanoi Andes		<u>mescaline</u>
Ariocarpus retusus Mexico		<u>N,N,-dimethyltrptamine</u>
Epithelantha micromeris Mexico, North American		
Pachycereus pecten-aboriginum		Mexico
	<u>carnegine(deshydroy-pellotine)</u>	
Campanulaceae キキョウ科		
Lobelia tupa Andes tabacode diablo leaf		<u>piperidine alkaloid lobeline</u>
Cannabaceae アサ科		
Cannabis sativa (アサ)		<u>tetrahydrocannabinol</u>
Compositae キク科		
Calea zacatechichi Amazone, Mexico, Costa Rica		
Convolvulaceae ヒルガオ科		
Ipomea violacea seed		

Rivea corymbosa Mexico (ololiuqui) lysergic acid

Coriariaceae ドクウツギ科

Coriaria thymifolia Andean Countries coriamyrtin

Coriaria myrtifolia Mediterranean narcotic poison

Desfontainiaceae デルフォンタニア科

Desfontainia spinosa Chile

Ericaceae ツツジ科

Pernettya furens Chile fruit andromedotoxin

Gomortegaceae ゴモルテガ科

Gomortega keule Chile essential oil

Himantandraceae ヒマンタンドラ科

Galbulimima belgraviana Papua

himabacine (polycyclic piperidine deriv. alkaloid)

Labiatae シソ科

Salvia divinorum Mexico unknown

Nepeta cataria catnip(チクマハッカ)

Coleus pumilus Amazon

Leguminosae マメ科

Anadenanthera peregrina Amazon (Yopo)

(5-hydroxy-N,N-dimethyltryptamine) *Bufo* sp.

Cytisus canariensis cytsine

Mimosa hostilis Brazil

Sophora secundiflora Mexico, Texas and New Mexico

sophorine=cytsine(lupine alkaloid)

Rhynchosia logeracemosa seed Amazone

Rhynchosia pyramidalis seed Amazone

Malpighiaceae キントラノオ科

Banisteriopsis caapi Amazon (ayahuasca harmine, harmaline)

Moraceae クワ科

Maquira sclerophylla Amazone

Myristicaceae ニクズク科

Myristica fragrans (ニクズク) Nutmeg myristicin

Virola calophylla Amazon

Virola calophylloidea Amazon

Virola theiodora Amazon Triptamines, resin

Piperaceae コショウ科

Piper methysticum カワカワ Polynesia Kawain

Rubiaceae アカネ科

Psychotria viridis Amazone (ayahausca と併用)
N,N,-dimethyltrptamine

Solanaceae ナス科

Atropa belladonna (ベラドンナ) hyoscyamine

Brunfelsia grandiflora Amazone tropane alkaloid

Cestrum laevigatum Brazilgotogenin, digitogenin, solasonine

Datura suaveolens, D. sanguinea, D. candida, D. stramonium (ダツラ)

tropane alkaloid

D. metel meteloidine tropane alkaloid

Hyoscyamus niger tropane alkaloid

Latua pubiflora

Mandragora officinarum (マンドラゴラ) Europea

Cuscohygrine (mandragorine)

Methysticodendron amersianum

Zygophyllaceae ハマビシ科

Peganum harmala seeds Mediterranea β -carboline
alkaloid (harmine, harmaline)

Ioichroma fuchsoides Colombian Andes

単子葉植物

Araceae (サトイモ科)

Acorus calamus North American Indians asarone

Homalomena seriba Papua

Amaryllidaceae (ヒガンバナ科)

Pancratium trianthum west tropical Africa

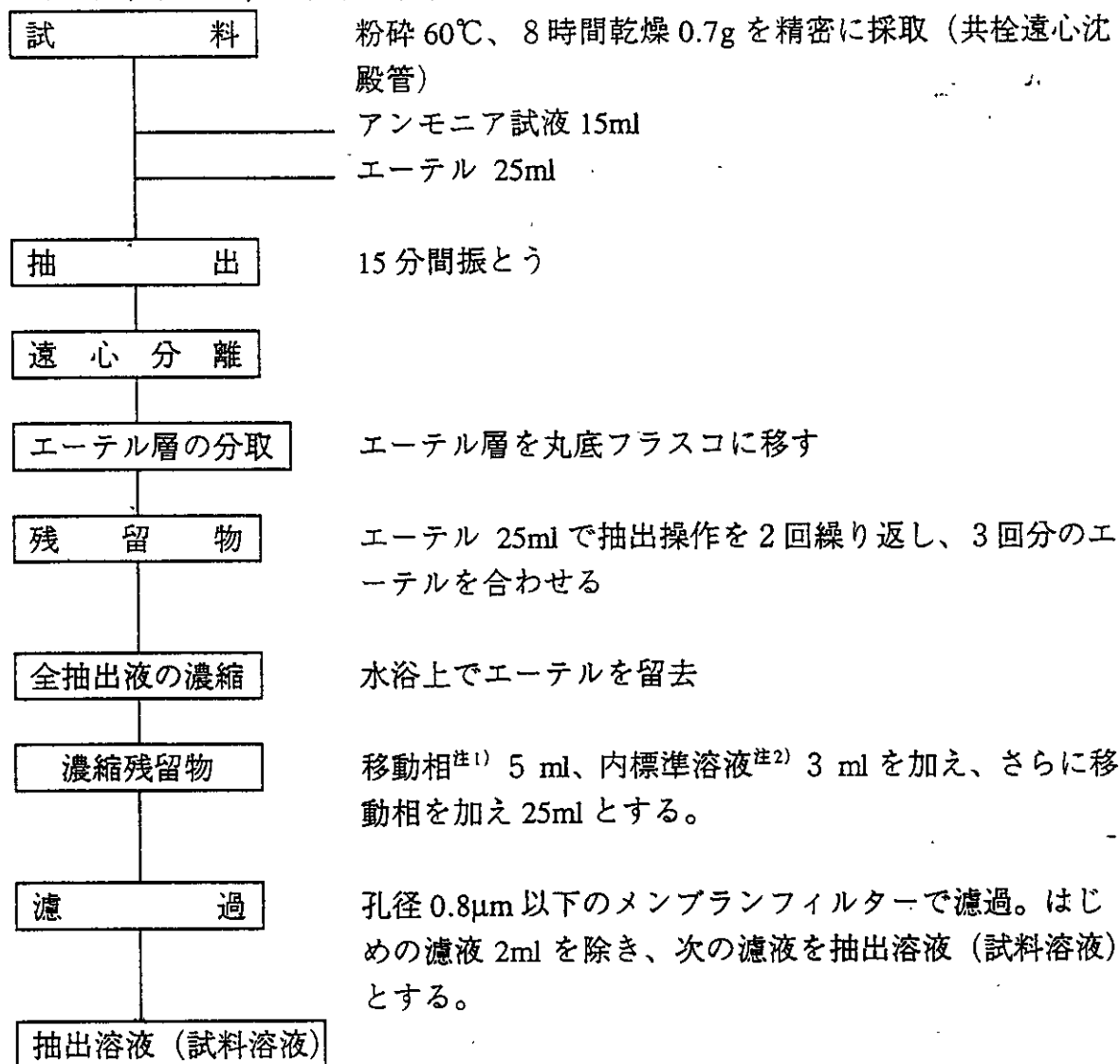
Zingiberaceae (ショウガ科)

Kaempferia galanga New Guinea

アトロピン (ヒヨスチアミン)、スコポラミン

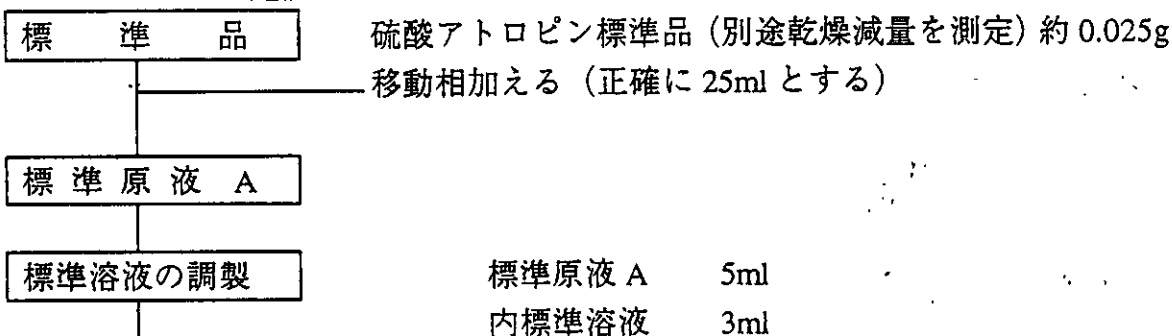
① 操作のフローチャート

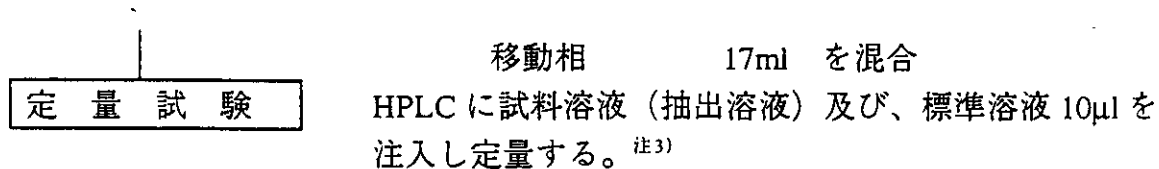
<ハシリドコロ、ペラドンナ、ロートコン、ペラドンナコンの場合>



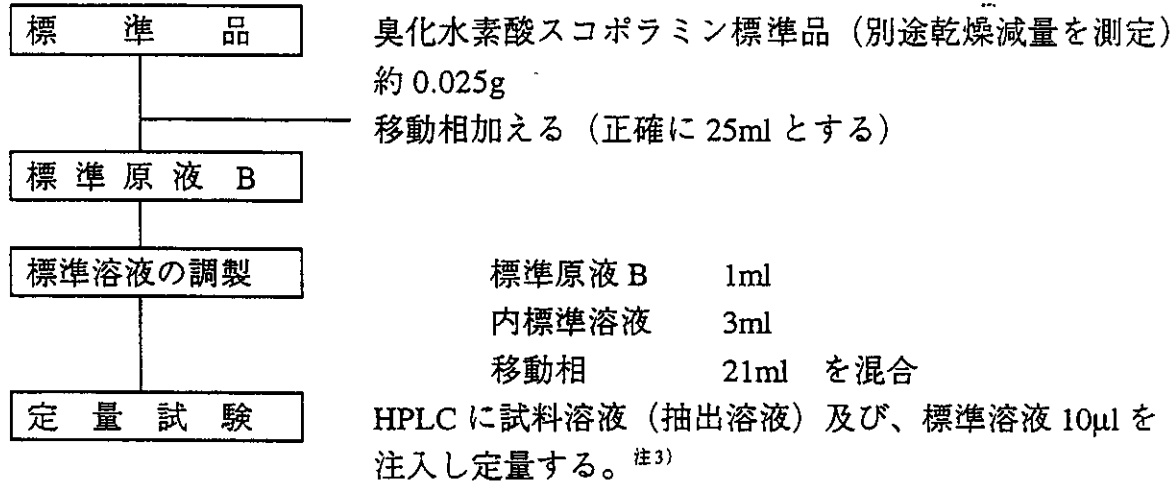
(定量)

<アトロピンの定量>





<スコポラミンの定量>



②注解および留意点

- 1) 移動相：リン酸二水素カリウム 6.8g を水 900ml に溶かし、トリエチルアミン 10ml を加え、リン酸で pH3.5 に調製した後、水を加えて 1000ml とした液／アセトニトリル混液（9：1）
- 2) 内標準溶液：プルシンの移動相溶液（1→2500）
- 3) 試料溶液、および標準溶液 10μl につき、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（アトロピン）及びスコポラミンの量を計算する。

ヒヨスチアミン（アトロピン）の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算した硫酸アトロピン標準品の量 (mg)} \times Q_{TA} / Q_{SA} \times 1/5 \times 0.855$$

スコポラミンの量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算した臭化水素酸スコポラミン標準品の量 (mg)} \times Q_{TA} / Q_{SA} \times 1/25 \times 0.789$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長 210nm）

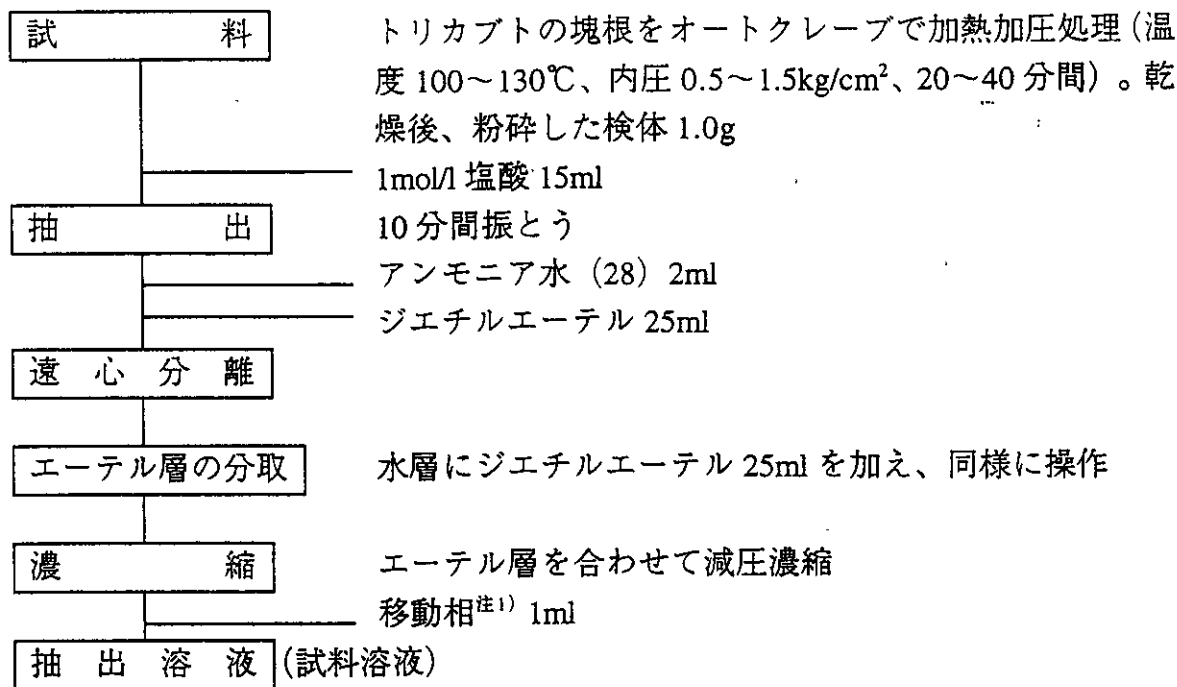
カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレス管に 5μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度：20℃付近の一定温度

アコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン、メサコニチン

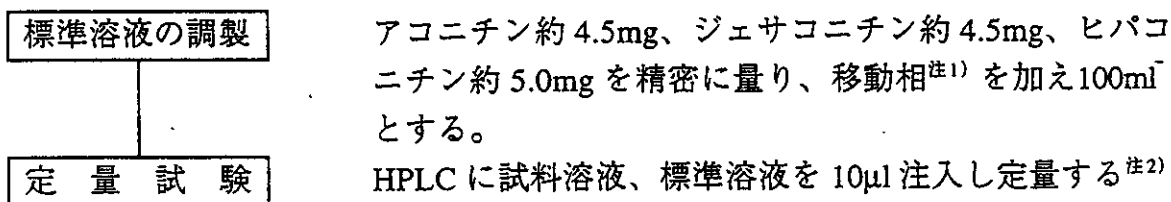
①操作のフローチャート

<カラトリカブト、オクトリカブト、ヤマトリカブトの場合>

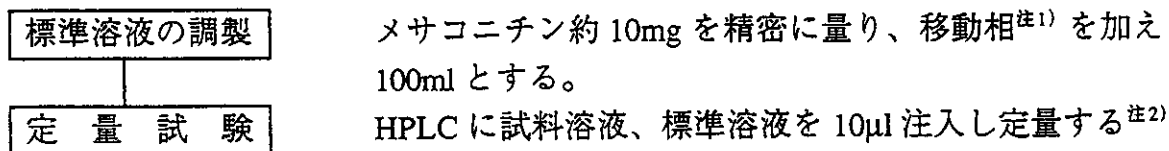


(定量)

<アコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチンの場合>



<メサコニチンの場合>



②注解および留意点

1) <アコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチンの定量の場合>

リン酸塩緩衝液* / アセトニトリル / エタノール / ラウリル硫酸ナトリウム混液 (800 : 450 : 250 : 15)

<メサコニチンの定量の場合>

リン酸塩緩衝液* / アセトニトリル / エタノール / ラウリル硫酸ナトリウム

混液 (900 : 450 : 50 : 10)

*リン酸二水素ナトリウム 7.8g、リン酸 2ml に水 1000ml を加えて溶かす。

2) 次の条件で「日本薬局方」一般試験法 液体クロマトグラフ法により行う
操作条件

<アコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチンの定量的場合>

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254nm)

カラム：内径 4~6mm、長さ 15~25cm のステンレス管に 5~7 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填する。

温度：50℃付近の一定温度

流量：アコニチンの保持時間が約 30 分となるように調製する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ l を用いて上記の条件で操作するとき、ジェサコニチン、アコニチン、ヒパコニチンの順序に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するカラムを用いる。

<メサコニチンの定量的場合>

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：236nm)

カラム：内径 4~6mm、長さ 15~25cm のステンレス管に 5~7 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填する。

温度：40℃付近の一定温度

流量：メサコニチンの保持時間が約 20 分となるように調製する。