

Title	催眠薬の微量分析に関する研究(第4報) : 催眠薬および鎮静薬の薄層クロマトグラフィー
Sub Title	Studies on microanalysis of hypnotics. IV. : thin layer chromatography of hypnotics and sedatives.
Author	友田, 正司(Tomododa, Masashi) 村山, 季美枝(Murayama, Kimie) 吉良, 美智子(Kira, Michiko) 伊達, 典子(Date, Noriko)
Publisher	共立薬科大学
Publication year	1964
Jtitle	共立薬科大学研究年報 (The annual report of the Kyoritsu College of Pharmacy). No.8(1963)/9(1964) ,p.35- 37
JaLC DOI	
Abstract	
Notes	
Genre	Technical Report
URL	https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000008-0035

慶應義塾大学学術情報リポジトリ(KOARA)に掲載されているコンテンツの著作権は、それぞれの著作者、学会または出版社/発行者に帰属し、その権利は著作権法によって保護されています。引用にあたっては、著作権法を遵守してご利用ください。

The copyrights of content available on the Keio Associated Repository of Academic resources (KOARA) belong to the respective authors, academic societies, or publishers/issuers, and these rights are protected by the Japanese Copyright Act. When quoting the content, please follow the Japanese copyright act.

検出法 II 0.1N AgNO₃ 125 ml に 6N NaOH 15 ml を加え 28% NH₄OH 20 ml を加えて沈殿を溶解後、水を加えて全量を 250 ml とした液を噴霧、またはさらに 100°C に加熱。

検出法 III メチルレッド 0.1 g およびメチレンブルー 0.05 g をエタノール 100 ml に溶解した液を噴霧後、10% AgNO₃ 25 ml にエタノールを加えて全量 100 ml とした液を噴霧、さらに 100°C に加熱。

検出法 IV SbCl₃ 20 g を塩化メチレン 100 ml に溶解し、フルフラール 3 ml を混和した液を噴霧。

検出法 V 1% レゾルシン・エタノール溶液および 10% HCl を噴霧し、130°C で 5 分間加熱後 5% NaOH を噴霧し紫外線を照射。

検出法 VI 10% HCl および 10% NaNO₂ を噴霧後、5% NaOH に α-ナフトールを 1% に溶解した液を噴霧、またはさらに加熱。

検出法 VII 10% HCl および Dragendorff 試薬 (局方 7) を噴霧。

検出法 VIII 水酢酸：フルフラール (1:100) 混液および 2% SbCl₃-クロロホルム溶液を噴霧。

検出法 IX 臭素に 20 分間さらした後室温に 30 分放置し、1% KJ および 1% 澱粉溶液を噴霧。

検出法 X p-ジメチルアミノベンズアルデヒドを濃塩酸に 4% に溶解した液を噴霧。

検出法 XI 塩化水素に 10 分間さらした後、紫外線照射。

検出法 XII トリクロル酢酸 5 g およびニトロプルシッドナトリウム 25 mg をメタノール 100 ml に溶解した液を噴霧し、90°C に 10 分間加熱後紫外線照射。

検出法 XIII 希硝酸を噴霧、さらに 100°C に加熱。

Summary

Spot tests on filter paper were studied for the detection of several non-barbiturate hypnotics and sedatives. As the result of this experiment, it was found that the following two methods can generally be used for the detection of above preparations; 1) ultraviolet radiation after spraying with resorcin and hydrochloric acid and heating, 2) ultraviolet radiation after treatment with hydrogen chloride.

For identification of non-barbiturate hypnotics, it appeared preferable to spray with potassium iodide solution and starch solution after treatment with bromine gas. For sedatives, the spraying with SbCl₃ and furfural or that with Ehrlich reagent are recommended.

催眠薬の微量分析に関する研究 (第 4 報) 催眠薬および鎮静薬の薄層クロマトグラフィー

友田 正司, 村山季美枝, 吉良美智子, 伊達典子

Studies on Microanalysis of Hypnotics. IV. Thin Layer Chromatography of Hypnotics and Sedatives.

Masashi TOMODA, Kimie MURAYAMA, Michiko KIRA, and Noriko DATE.

薄層クロマトグラフィーは Stahl¹⁾ による applicator の考案により急速に応用例が増加し、濾紙クロマトグラフィーをしのぐ有効な手段として各種の物質の定性および定量分析に用いられ

1) E. Stahl: Pharm. Rundschau, 1, No. 2 (1959).

つつある。催眠薬および鎮静薬の確認に薄層クロマトグラフィーを用いた例は、バルビツール酸系および非バルビツール酸系催眠薬について丹羽口ら^{2,3)}の報告があり、レセルピンに対して Ullmann ら⁴⁾の報告がみられる。丹羽口らは澱粉を添加したケイ酸を薄層とし、バルビツール酸系薬品の分離に二塩化エチレン：アセトン (85 : 15) の溶媒が良く、非バルビツール酸系催眠薬の分離にはベンゼン：ジオキサン：28% アンモニア水 (75 : 20 : 5) が適当な溶媒であることを述べており、Ullmann らはホルムアミドで処理したシリカゲルの薄層を用いて *n*-ヘプタン：メチルエチルケトン (2 : 1) の溶媒で、ラウオルフィア・アルカロイド中レセルピンの確認と定量を行なっている。

著者らはギブスを含むシリカゲルを用いて主な催眠薬および鎮静薬 18 種の薄層クロマトグラフィーを試みた結果を報告する。これらの薬品の沓紙上における検出方法については前報^{5,6)}で報告したが、薄層クロマトグラフィーで展開後試みた結果では、バルビツレートに対しては 0.5*N* 水酸化ナトリウム液噴霧後紫外線照射する方法が適当であり、暗紫色のスポットとして検出される。シリカゲルに炭酸ナトリウムを添加して紫外線照射する方法²⁾も試みたが差異を認め

Table I. Rf values of hypnotics and sedatives

Sample	Solvent	(A)	(B)	(C)
		Acetone : Ethyl- ene choride (15 : 85)	Acetone : Cyclo- hexane (4 : 6)	Acetone : Cyclo- hexane : L. P.* (4 : 5 : 1)
Barbital		0.41	0.40	0.52
Phenobarbital		0.50	0.34	0.54
Allobarbital		0.53	0.38	0.56
Amobarbital		0.57	0.36	0.59
Pentobarbital		0.61	0.42	0.60
Prominal		0.72	0.46	0.62
Cyclobarbital		0.48	0.41	0.58
Hexobarbital		0.68	0.48	0.65
Thiopental		0.91	0.52	0.70
Bromvaleryl urea		0.27	0.39	0.48
Bromdiethylacetyl urea		0.43	0.54	0.53
Glutethimide		0.55	0.58	0.55
Ethynamate		0.49	0.42	0.50
2-Methyl 3- <i>o</i> -tolyl quinazolone		0.59	0.75	0.63
Reserpine		0.19	0.38	0.43
Meprobamate		0.12	0.32	0.30
Promazine-HCl		0.06	0.10	0.15
Chlorpromazine-HCl		0.04	0.34	0.23

* Light petroleum (b. p. 60~70°)

- 2) 丹羽口, 吉田 : 第 15 回薬学大会講演要旨, 130 (1962).
- 3) 丹羽口, 大木 : 科警研報, 16, 41 (1963).
- 4) E. Ullmann, H. Kassalitzky : Arch. Pharm., 295, 37 (1962).
- 5) 第 2 報. 友田, 仁科 : 本年報, No. 6~7, 31 (1962).
- 6) 第 3 報. 友田, 木村 : 本年報, No. 8~9, 32 (1964).

られなかつた。非バルビツール酸系催眠薬に対しては密閉器中で臭素に 20 分さらしてから外気中に 30 分放置後 1% ヨウ化カリウム液を噴霧し、さらに 1% 澱粉液を噴霧して黄色のスポットとして検出する方法が適当であり、鎮静薬については 4% *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・濃塩酸溶液を噴霧する方法がもつとも適当で、レセルピンおよびメプロバメートは黄色、プロマジンおよびクロルプロマジンは赤色のスポットとして検出された。

Table I に比較的良い結果が得られた溶媒と、各検体の Rf 値を示す。

鎮静薬の分離には Table II に示す溶媒により良好な結果が得られたが、これらの溶媒は催眠薬に対しては一般に溶媒前端近くに移動して分離が悪く、また検出されないものもあつて不適当であつた。

Table II. Rf values of Sedatives

Sample	Solvent	(D)	(E)
		Acetone : Cyclohexane : Ethanol (4 : 4 : 2)	Benzene : Dioxane : 28% NH ₄ OH (75 : 20 : 5)
Reserpine		0.94	0.84
Meprobamate		0.89	0.15
Promazine-HCl		0.18	0.08
Chlorpromazine-HCl		0.36	0.23

以上 5 種の溶媒を適当に選択することにより、催眠薬および鎮静薬の分離確認が可能である。

実 験 の 部

検 液 プロミナル、ヘキサバルビタール、およびレセルピンは 4% クロロホルム溶液、他の試料は 4% エタノール溶液を使用。

薄層の作成 ワコーゲル B-5 に 2 倍量の水を加え、かき混ぜた懸濁液を矢沢科学製のアプリケーションターを用いて 20×20 cm のガラス板に 0.25 mm の厚さとし、放置固化後 105°, 30 分加熱により活性化した。

展 開 下端より 1.5 cm にスポット (径 1 mm) し、10 cm 展開。風乾により溶媒除去後検出。展開温度 15°。

Summary

Thin layer chromatographs of several hypnotics and sedatives were studied employing silica-gel as an adsorbent, and it was found that several solvents shown in Tables I and II can serve as developing solvents. As to the identification, barbiturates can be detected under ultraviolet radiation after spraying with sodium hydroxide solution. Non-barbiturates can be developed by spraying with potassium iodide solution after treatment with bromine gas. Sedatives can be identified by spraying with Ehrlich reagent.