

Title	静穏薬の薄層クロマトグラフィー補遺
Sub Title	A supplement of thin layer chromatography of sedatives.
Author	友田, 正司(Tomodara, Masashi)
Publisher	共立薬科大学
Publication year	1965
Jtitle	共立薬科大学研究年報 (The annual report of the Kyoritsu College of Pharmacy). No.10 (1965.) ,p.18- 19
JaLC DOI	
Abstract	
Notes	
Genre	Technical Report
URL	https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000010-0018

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.

静穏薬の薄層クロマトグラフィー補遺

友田正司

A Supplement of Thin Layer Chromatography
of Sedatives.

Masashi TOMODA

Thin layer chromatographs of chlordiazepoxide, meprobamate, reserpine, promazine hydrochloride and chlorpromazine hydrochloride were studied and it was concluded that the solvents shown in Table II can serve as developer and silica-gel as adsorbent. These five sedatives can be identified at a time by spraying with Dragendorff reagent after treatment with Ehrlich reagent.

18種の催眠薬および静穏薬の薄層クロマトグラフィーを行なった結果について第4報¹⁾で報告し、アセトン：エチレンクロリド (15:85)、アセトン：シクロヘキサン (4:6)、およびアセトン：シクロヘキサン：石油エーテル (4:5:1) の3種の溶媒でよい分離が得られ、また4種の静穏薬はアセトン：シクロヘキサン：エタノール (4:4:2) およびベンゼン：ジオキサン：アンモニア水 (75:20:5) によつて良好な分離が得られることを報告した。

本報では既報の4種の静穏薬に加えて、4年前から本邦でも市販され多用されて裁判化学上の対象となることも増加しているクロルジアゼポキサイドについて、シリカゲルを用いた薄層クロマトグラフィーによる分離検出を検討した結果について述べる。クロルジアゼポキサイドの薄層クロマトグラフィーについては Bäumler ら²⁾ および松川³⁾ の報告があり、いずれもシリカゲルを固定相として用い、ドラーゲンドルフ試薬により検出している。

5種の静穏薬の同時検出を目的とした試薬の検討結果を Table I に示す。単一試薬で満足な結果を得られたものではなく、エーリッヒ試薬および濃硫酸ではクロルジアゼポキサイドは極めて不明瞭な淡い呈色しか示さず不適當であり、塩化パラジウム試薬およびドラーゲンドルフ試薬ではメプロバメートは呈色しない。しかしエーリッヒ試薬とドラーゲンドルフ試薬を併用すれば5種の検体の同時検出は可能であり、この場合まずエーリッヒ試薬を噴霧して呈色個所に印をつけてから、ドラーゲンドルフ試薬を噴霧する方法がよい。この際にエーリッヒ試薬によるメプロバメートの黄色は隠されるが、他の4物質は橙赤色の呈色を示す。

クロルプロマジン分離のみを目的とした場合には、アセトン (Rf 0.49)、メタノール (Rf 0.65) のごとき単一溶媒も用い得るが、5種の静穏薬の一斉分析に適當な溶媒系は少ない。Table II に良好な結果が得られた溶媒系を示す。このうち A および B はすでに第4報で4種の物質に適當と報じたものであるが、Rf 値の一部を修正した。混合検体による検討結果ではこれらの溶媒系中では A を用いた場合に相互の分離が最も明確であつた。アルミナを固定相として8種の溶媒系による分離も試みたが、いずれも Rf 値が接近し全検体が溶媒前端近くか、逆に非常

1) 友田, 村山, 吉良, 伊達: 本年報, No. 8~9, 35 (1964).

2) J. Bäumler, S. Rippstein: *Helv. chim. Acta*, **44**, 2208 (1961).

3) 松川: 衛生化学, **10**, 212 (1964).

に低い Rf 値を示し、よい結果は得られなかつた。

Table I. Coloration of sedatives produced by various reagents

sample \ reagent	conc. H ₂ SO ₄	Ehrlich reagent	Dragendorff reagent	PdCl ₂	Ehrlich→ Dragendorff
chlordiazepoxide	±(pale yellow)	±(pale yellow)	orange red	yellow	orange red
meprobamate	orange red	yellow	—	—	orange
promazine-HCl	orange red	orange red	orange red	purple	orange red
chlorpromazine -HCl	reddish purple	red	orange red	reddish purple	orange red
reserpine	brown	greenish yellow	orange red	brown	brownish orange

Table II. Rf values of sedatives

sample \ solvent	(A)	(B)	(C)
	benzene : dioxane : 28% NH ₄ OH (75 : 20 : 5, upper layer)	acetone : cyclohexane : ethanol (4 : 4 : 2)	benzene : acetone (4 : 1)
chlordiazepoxide	0.38	0.27	0.41
meprobamate	0.18	0.89	0.23
promazine-HCl	0.52	0.48	0.29
chlorpromazine-HCl	0.72	0.66	0.50
reserpine	0.86	0.94	0.72

実 験 の 部

検液 クロルジアゼボキサイドおよびレセルピンは 4% クロロホルム溶液，メプロバメート，塩酸プロマジンおよび塩酸クロルプロマジンは 4% エタノール溶液を使用。

薄層の作成および展開 第 4 報と同様。ただし展開温度 20~22°。

エーリッヒ試薬 *p*-dimethylaminobenzaldehyde 4 g を塩酸 100 ml に溶解。

ドラージェンドルフ試薬 日局 VI。

塩化パラジウム試薬 PdCl₂ 0.5 g を濃硫酸少量に溶かし水を加えて 100 ml とした。

実験の一部に協力された篠原直美，望月満代江，茂呂和子の諸君に感謝する。