

製剤中のクレオソートの分析法

Determination of Creosote in Commercially Available

黒田弘之 安田千里 西岡千鶴

I 緒言

古くから健胃薬として使用されている「正露丸」と称される製剤には独特の臭気を有するクレオソートを含有している。製剤中のクレオソートの定量分析には、水蒸気蒸留-エーテル抽出法¹⁾が一般的であるが、操作が煩雑であるので簡便な分析法の確立が望まれる。我々はフェノール試薬として用いられるフォリンの試薬を用いて、製品管理を目的とした簡便な分析法を検討したところ良好な結果を得たので報告する。

II 調査方法

1 試薬

(1) クレオソート標準液：クレオソート（日本薬局方）10mgを精秤し蒸留水で正確に100mlとする。

(2) Folin-ciocalten液：タングステン酸ナトリウム（特級）100g、モリブデン酸ナトリウム（特級）25gを蒸留水700mlに溶かし85%リン酸50mlと濃塩酸100mlを加え10時間還元冷却器をつけ静かに加熱しその後硫酸リチウム150g、蒸留水50ml臭素数滴を加える。これを15分冷却器を除いて加熱し過剰の臭素を除去する。この溶液を冷却し蒸留水で希釈し1ℓとする。本溶液を使用時に1：3の割合で蒸留水で希釈して使用する。

(3) 20%炭酸ナトリウム溶液

2 装置

自記分光光度計（日立124型）

3 実験材料

正露丸（帝国製薬株式会社）を使用した。

成分含量（24粒中）

JP	クレオソート	0.60 g
JP	カンゾウ末	0.60
JP	トウ皮末	0.60
JP	ゲンノショウコ末	0.60
JP	ケイ皮末	0.30
JP	コーブシ末	0.30

JP グリセリン 0.15 g

4 実験操作

1) 製剤よりの抽出

丸剤の1ヶを取り少量の蒸留水と共に乳パチでよくすりつぶした後100mlのメスフラスコに蒸留水で洗い入れる。この溶液を濾過し試験溶液とする。

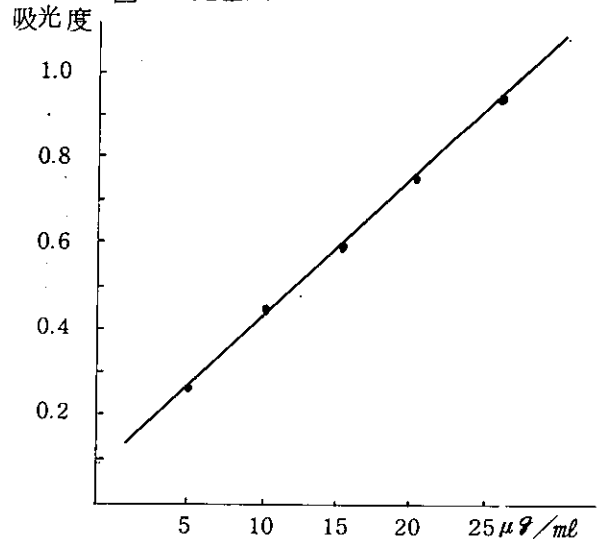
2) 比色分析

試験溶液5ml及び蒸留水5mlにFolin-Ciocalten試薬5ml、20%炭酸ナトリウム溶液5mlを加え20分後に758mμの波長で比色する。標準にはクレオソート標準液を5~30γ/mlの範囲で希釈し試験溶液と同様に操作し検量線を作製する。

III 実験結果及び考察

クレオソート²⁾はグアヤコール、メチルグアヤコール、フェノール等の10種以上のフェノール誘導体を含むと言われており、臨床検査に用いられるFolin-Ciocalten試薬による呈色反応が考えられる。この試薬を用いてクレオソートの呈色反応を行ったところ良好な青色の色素が生成した。そのときの標準溶液の検量線は図1に示した通り5μg~30μgの範囲で良好な直線性を示した。この溶液の色調は1時間後も安定であった。

図1. 比色法によるクレオソートの検量線



次に正露丸5ケを無作為にとり 1) 製剤よりの抽出の項に準じて5ケの試験溶液を作製しクレオソートを定量した結果は表1の通り良好な結果が得られた。正露丸の重量に若干のバラツキがあり測定値も少し変動しているが製品管理には十分用いられると思われる。

表1. 製剤中のクレオソート分析結果

No	試料1ケの重量	クレオソート理論量	クレオソート分析結果	表示に対する含量%
1	0.1764 g	2.5 mg	26.8 mg	107.2%
2	0.1474	2.5	21.6	86.4
3	0.2054	2.5	30.2	120.8
4	0.1965	2.5	30.2	120.0
5	0.1986	2.5	30.8	123.2
\bar{X}	0.1848	2.5	27.8	110.7

次に従来の水蒸気蒸留-エーテル抽出法)と本法の両法を比較した結果は表2に示した通り、本法は蒸留法より若干高い数値を得た。

表2. 比色法及び蒸留法によるクレオソート分析結果

No	試料(Lot)	比色法	蒸留法
1	20161	120%	118%
2	20251	115	96
3	21020	125	120

※ %は試料の標示に対する含量%を示している。

IV 結 論

製剤中のクレオソートを蒸留水に溶解後直接 Foline-Ciocalten 試薬と比色しクレオソートを定量する方法を確立した。本法は省力化分析法として有効であり製品管理に効果的と思われる。

V 文 献

- 1) 山本義彦, 布浦由樹: クレオソート製剤中のクレオソートの定量, 大阪府公衆衛生研究所報告, 8, 19~21, 1963
- 2) 日本公定書協会: 第9改正日本薬局方解説書, D-232~234, 広川書店 1976