정제부자
(精製附子)
Pulvis Aconiti Tuberis Purificaum

가공부자(加工附子)

이 약은 오두(烏頭) *Aconitum carmichaeli* Debeaux 또는 기타 동속 근연 식물 (미나리아재비과 Ranunculaceae)의 뿌리를 가공 정제한 것이다.

이 약은 아코니틴, 메사코니틴, 제사코니틴등을 분해시키어 벤조일아코닌 등으로 독성을 감소시킨 것으로서 총알칼로이드[벤조일아코닌: $C_{32}H_{45}O_{10}N$: 502.12) 0.33 % 이상을 함유한 가루이다.

성　　상 이 약은 뿌리를 가공 정제한 것으로 회갈색이고, 현미경으로 볼 때 호화된 전분립, 유세포, 섬유, 석세포와 나선상의 도관등을 볼 수 있으며 코르크세포와 옥살산칼슘의 결정은 보이지 않는다.

확인시험 이 약의 가루 2 g을 달아 삼각플라스크에 넣고 암모니아시액 8 mL 및 클로로포름 100 mL를 넣어 세게 흔들어 섞고 방치한 다음 트라가칸타가루 1.5 g을 넣어 다시 세게 흔들어 섞은 다음 투명하게 분리된 클로로포름층을 가지고 증발건고하고 잔류물에 클로로포름 3.0 mL를 넣어 녹여 검액으로 한다. 따로 가공부자표준품 0.5 g을 달아 검액과 같이 만들어 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 5 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 시클로헥산·클로로포름·디에틸아민혼합액(6 : 3 : 1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 분무용 드라겐돌프시액을 고르게 뿌릴 때 검액에서 얻은 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

순도시험 **1) 아코니틴** 아래 시험방법에 따라 시험할 때 아코니틴 함량은 0.003 % 이하이어야 한다.

이 약 5 g을 삼각플라스크에 넣고 메탄올 50 mL를 넣은 다음 교반기를 사용하여 30 분간 교반추출하고 탈지면을 써서 여과하고 소량의 메탄올로 씻고 여액과 씻은 액을 합한다. 잔류물에 대하여 같은 방법으로 메탄올 50 mL씩으로 6 ~ 7번 반복 추출한 다음 각 추출액을 합한다 (최종 추출액이 드라겐돌프시액에 의하여 알칼로이드의 정색반응이 나타나지 않을 때까지). 전 추출액을 수욕에서 증발건고한 다음 10 % 염산 5 mL를 넣고 입자가 고르게 퍼지도록 흔들어 섞은 다음 압착한 탈지면으로 여과하고 탈지면

은 물로 여러번 씻는다. 여액과 씻은 액을 합하고 암모니아수를 넣어 알칼리성으로 한 다음 분액깔때기에 넣고 클로로포름 20 mL씩으로 6 ~ 7 회 반복하여 흔들어 섞은 다음 클로로포름층을 합하고 무수황산나트륨 5 g을 넣어 흔들어 섞은 다음 여과한다. 무수황산나트륨을 클로로포름 소량으로 씻고 여액과 씻은 액을 합한 다음 수욕에서 증발건고하여 전량이 0.5 mL가 되게 하여 검액으로 한다. 따로 아코니틴표준품 10.0 mg을 클로로포름에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 100 μL(확인용은 별도로 50 μL)씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 클로로포름·아세톤혼합액(3 : 2)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 분무용 드라겐돌프시액을 고르게 뿌릴 때 검액에서 얻은 반점중 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같은 부위를 각각 박리하여 각각 에탄올 8 mL를 넣고 55 ~ 60 ℃ 수욕에서 5 분간 가온한 다음 에탄올을 넣어 정확히 10 mL가 되게 하고 측정용 검액 및 표준액으로 한다. 이들 측정용 검액 및 표준액을 에탄올을 대조로 하여 파장 231 nm에서 흡광도 As 및 Ar를 측정한다.

아코니틴($C_{34}H_{47}NO_{11}$: 645.75)의 양(mg) = 표준품의 양(mg)× Ar/As

2) 중금속 가) 납 5 ppm 이하.

나) 비소 3 ppm 이하.

다) 수은 0.2 ppm 이하.

라) 카드뮴 0.3 ppm 이하.

3) 잔류농약 가) 총 디디티(총 DDT : p,p′-DDD, p,p′-DDE, o,p′-DDT 및 p,p′-DDT의 합계) 0.1 ppm 이하.

나) 디엘드린(Dieldrin) 0.01 ppm 이하.

다) 총 비에이치씨(총 BHC : α,β,γ 및 δ-BHC의 합계) 0.2 ppm 이하.

라) 알드린(Aldrin) 0.01 ppm 이하.

마) 엔드린(Endrin) 0.01 ppm 이하.

건조감량 15 % 이하 (4 시간).

강열잔분 6.0 % 이하.

정 량 법 이 약 6.0 g을 정밀히 달아 삼각플라스크에 넣고 에테르 60 mL와 암모니아시액 2.5 mL를 넣고 30 분간 가끔 흔들어 섞은 다음 물 2.5 mL를 넣어 세게 흔들어 섞고 방치한 다음 탈지면을 사용하여 여과한다. 잔류물을 같은 방법으로 3 ~ 4 회 반복하여 모든 여액을 합하고 수욕에서 증발건고한 다음 에탄올 5 mL를 넣고 가끔 흔들어 섞으면서 수욕에서 5

분간 가열한 다음 새로 끓여 식힌 물 30 ~ 50 mL를 넣고 0.01 mol/L 염산으로 적정한다 (지시약 : 메틸레드시액 8 방울, 메틸렌블루시액 1 방울). 다만 적정의 종말점은 액이 붉은색 ~ 적자색으로 변할 때로 한다.

0.01 mol/L 염산 1 mL = 6.037 mg $C_{32}H_{45}O_{10}N$

저 장 법 밀폐용기.