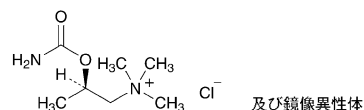


貯法 容器 密封容器

塩化ベタネコール

Bethanechol Chloride

ベタネコール塩化物

 $C_7H_{17}ClN_2O_2$: 196.68*N*-[(*RS*)-2-(Carbamoyloxy)propyl]-*N,N,N*-trimethylammonium chloride [590-63-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩化ベタネコール ($C_7H_{17}ClN_2O_2$) 98.0 % 以上を含み、また、塩素 (Cl : 35.45) 17.7 ~ 18.3 % を含む。

性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかにアミンのようににおいがあり、味はわずかに塩辛い。

本品は水に極めて溶けやすく、酢酸 (100) 又はエタノール (95) に溶けやすく、無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

融点 : 約 211 °C 又は約 219 °C。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 → 40) 2 mL に塩化コバルト (II) 六水和物溶液 (1 → 100) 0.1 mL を加え、更にヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき、液は緑色を呈し、この色は 10 分以内にほとんど退色する。
- (2) 本品の水溶液 (1 → 100) 1 mL にヨウ素試液 0.1 mL を加えるとき、褐色の沈殿を生じ、液は帯緑褐色を呈する。
- (3) 本品の水溶液 (1 → 100) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) 塩化ベタネコール 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、酢酸 (100) 2 mL に溶かし、無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬 : クリスタルバイオレット試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄緑色に変わるするときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.668 mg $C_7H_{17}ClN_2O_2$

(2) 塩素 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、水 30 mL に溶かし、0.1 mol/L 硝酸銀液 40 mL を正確に加え、更に硝酸 3 mL 及びニトロベンゼン 5 mL を加え、2 ~ 3 分間激しく振り混ぜた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬 : 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行

う。

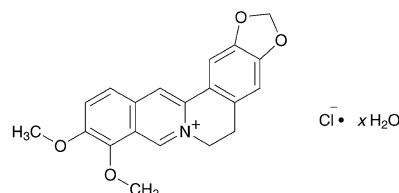
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 3.5453 mg Cl

貯法 容器 気密容器

塩化ベルベリン

Berberine Chloride

ベルベリン塩化物

 $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$

5, 6-Dihydro-9, 10-dimethoxy[1, 3]dioxolo[4, 5-g]-isoquino[3, 2-a]isoquinolin-7-ium chloride hydrate [633-65-8, 無水物]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩化ベルベリン ($C_{20}H_{18}ClNO_4$: 371.81) 95.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は極めて苦い。

本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は塩化ベルベリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は塩化ベルベリン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
- (3) 本品 0.1 g に水 20 mL を加え、加温して溶かし、硝酸 0.5 mL を加えた後、冷却し、約 10 分間放置後ろ過する。ろ液 3 mL に硝酸銀試液 1 mL を加え、生じる沈殿をろ取する。この沈殿は希硝酸を加えても溶けないが、過量のアンモニア試液を加えるとき、溶ける。

純度試験

(1) 酸 本品 0.10 g に水 30 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき、液の黄色はだいたい色へ赤色に変わる。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 48 mL 及び希塩酸 2 mL を加え、1 分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に希塩酸 1 mL、プロモフェノールブルー試液 5 ~ 10 滴及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以

下).

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.010 g を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 4 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のベルベリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のベルベリンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持時間の約2倍の範囲

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たベルベリンのピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。

水分 8~12 % (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品 0.010 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩化ベルベリン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 0.010 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_r 及び A_s を測定する。

塩化ベルベリン ($C_{20}H_{16}ClNO_4$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算した塩化ベルベリン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_r}{A_s}$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：345 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm 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。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 1000 mL にリン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす。

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：塩化ベルベリン及び塩化パルマチン 1 mg ずつを移動相に溶かして 10 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パルマチン、ベルベリンの順に溶出し、その分離度が 1.5 以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 5 回繰り返すとき、ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩化ベンザルコニウム

Benzalkonium Chloride

ベンザルコニウム塩化物

本品は $[C_8H_5CH_2N(CH_3)_2R]Cl$ で示され、R は C_8H_{17} ~ $C_{18}H_{37}$ で、主として $C_{12}H_{25}$ 及び $C_{14}H_{29}$ からなる。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩化ベンザルコニウム ($C_{22}H_{40}ClN$: 354.01 として) 95.0 ~ 105.0 % を含む。

性状 本品は白色~黄白色の粉末又は無色~淡黄色のゼラチン状の小片、ゼリーのような流動体若しくは塊で、特異なにおいがある。

本品は水又はエタノール (95) に極めて溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液は振ると強く泡立つ。

確認試験

(1) 本品 0.2 g を硫酸 1 mL に溶かし、硝酸ナトリウム 0.1 g を加えて水浴上で 5 分間加熱する。冷後、水 10 mL 及び亜鉛粉末 0.5 g を加え、5 分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、液の色は赤色である。

(2) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 1000) 2 mL にプロモフェノールブルー溶液 (1 \rightarrow 2000) 0.2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.5 mL の混液を加えるとき、液は青色を呈し、これにクロロホルム 4 mL を加えて激しく振り混ぜるとき、その青色はクロロホルム層に移る。このクロロホルム層を分取し、振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 1000) を滴加するとき、クロロホルム層は無色となる。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 \rightarrow 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 100) 1 mL にエタノール (95) 2 mL, 希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが、アンモニア試液を加えるとき、溶ける。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色~淡黄色澄明である。

(2) 石油エーテル可溶物 本品 3.0 g をとり、水を加えて 50 mL とした液にエタノール (99.5) 50 mL を加える。0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、石油エーテル 50 mL ずつで 3 回抽出する。石油エーテル抽出液を合わせ、希エタノール 50 mL ずつで 3 回洗い、無水硫酸ナトリウム 10 g を加えてよく振り混ぜた後、乾燥ろ紙を用いてろ過し、ろ紙を石油エーテル 10 mL ずつで 2 回洗う。水浴上で加熱して石油エーテルを留去し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その残分は 1.0 % 以下である。

水分 15.0 % 以下 (容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、水 75 mL に溶かし