

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  $\mu$ 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  $\mu$ 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  $\mu$ 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  $\mu$ 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  $\mu$ 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

た後、薄めた希塩酸 (1 → 2) を滴加して pH を 2.6 ~ 3.4 に調整し、メチルオレンジ試液 1 滴を加えて液が赤色を呈するまで 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定する。

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL  
= 7.080 mg C<sub>22</sub>H<sub>40</sub>ClN

貯法 容器 気密容器。

## 濃塩化ベンザルコニウム液 50

Benzalkonium Chloride Concentrated Solution 50

濃ベンザルコニウム塩化物液 50

本品は [C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>R]Cl で示され、R は C<sub>8</sub>H<sub>17</sub> ~ C<sub>18</sub>H<sub>37</sub> で、主として C<sub>12</sub>H<sub>25</sub> 及び C<sub>14</sub>H<sub>29</sub> からなるものの水溶液である。

本品は定量するとき、50.0 超 ~ 55.0 w/v% の塩化ベンザルコニウム (C<sub>22</sub>H<sub>40</sub>ClN : 354.01 として) を含む。

性状 本品は無色～淡黄色の液又はゼリーのような流動体で、特異なおいがある。

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。

本品に水を加えた液は振ると強く泡立つ。

### 確認試験

(1) 本品 0.4 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 → 500) 2 mL にプロモフェノールブルー溶液 (1 → 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 → 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 → 1000) 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 → 50) 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うが、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 2.0 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 6.0 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。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.30 g を精密に量り、水 75 mL に溶かした後、薄めた希塩酸 (1 → 2) を滴加して pH を 2.6 ~ 3.4 に調整し、メチルオレンジ試液 1 滴を加えて液が赤色を呈するまで 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定する。

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL  
= 7.080 mg C<sub>22</sub>H<sub>40</sub>ClN

貯法 容器 気密容器。

## 塩化ベンザルコニウム液

Benzalkonium Chloride Solution

ベンザルコニウム塩化物液

本品は 50.0 w/v% 以下の塩化ベンザルコニウムを含む水溶液である。

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩化ベンザルコニウム (C<sub>22</sub>H<sub>40</sub>ClN : 354.01 として) を含む。

製法 本品は「塩化ベンザルコニウム」をとり、「常水」又は「精製水」に溶かして製する。又は「濃塩化ベンザルコニウム液 50」をとり、「常水」又は「精製水」で薄めて製する。

性状 本品は無色～淡黄色澄明の液で、特異なおいがある。

本品は振ると強く泡立つ。

### 確認試験

(1) 本品の表示量に従い「塩化ベンザルコニウム」0.2 g に対応する容量をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、「塩化ベンザルコニウム」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品の表示量に従い「塩化ベンザルコニウム」0.01 g に対応する容量をとり、水を加えて 10 mL とする。この液 2 mL につき、「塩化ベンザルコニウム」の確認試験 (2) を準用する。

(3) 本品の表示量に従い「塩化ベンザルコニウム」1 g に対応する容量をとり、必要ならば水を加え、又は水浴上で濃縮して 10 mL とする。この液 1 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 200 mL とした液につき、「塩化ベンザルコニウム」の確認試験 (3) を準用する。

(4) 本品の表示量に従い「塩化ベンザルコニウム」0.1 g に対応する容量をとり、必要ならば水を加え、又は水浴上で濃縮して 10 mL とする。この液 1 mL につき、「塩化ベンザルコニウム」の確認試験 (4) を準用する。

定量法 本品の塩化ベンザルコニウム (C<sub>22</sub>H<sub>40</sub>ClN として) 約 0.15 g に対応する容量を正確に量り、必要ならば水を加えて 75 mL とし、以下「塩化ベンザルコニウム」の定量法を準用する。

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL  
= 7.080 mg C<sub>22</sub>H<sub>40</sub>ClN