

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：300 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 °C 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/酢酸（100）/エタノール（99.5）混液（90：10：9）

流量：ダントロレンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 5 mg 及びテオフィリン 0.1 g をテトラヒドロフラン 20 mL 及び酢酸（100）2 mL に溶かし，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする。この液 10 mL をとり，エタノール（99.5）を加えて 100 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，テオフィリン，ダントロレンの順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たダントロレンのピーク高さがフルスケールの 10 ~ 40 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からダントロレンの保持時間の約 2 倍の範囲

水分 14.5 ~ 17.0 % (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.7 g を精密に量り，プロピレングリコール/アセトン混液（1：1）180 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。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 = 33.623 mg $C_{14}H_9N_4NaO_6$

貯法 容器 気密容器。

タンニン酸

Tannic Acid

本品は，通例，五倍子又は没食子から得たタンニンである。

性状 本品は黄白色～淡褐色の無晶形の粉末，光沢のある小葉片又は海綿状の塊で，においはないか，又はわずかに特異なおいがあり，味は極めて渋い。

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。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 → 400）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる。

（2）本品の水溶液（1 → 20）5 mL ずつにそれぞれアルブミン試液 1 滴，ゼラチン試液 1 滴又はデンプン試液 1 mL を加えるとき，それぞれ沈殿を生じる。

純度試験

（1）ゴム質，デキストリン又は糖類 本品 3.0 g を熱湯 15 mL に溶かすとき，液は混濁してもわずかである。この液を冷却してろ過し，ろ液 5 mL にエタノール（95）5 mL を加えるとき，液は混濁しない。更にジエチルエーテル 3

mL を追加するとき，混濁しない。

（2）樹脂状物質（1）のろ液 5 mL に水 10 mL を加えるとき，液は混濁しない。

乾燥減量 12.0 % 以下（1 g, 105 °C, 2 時間）。

強熱残分 1.0 % 以下（0.5 g）。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

タンニン酸アルブミン

Albumin Tannate

タンナルビン

本品はタンニン酸とたん白質との化合物である。

本品はそのたん白質の基原を表示する。

性状 本品は淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なおいがある。

本品は水又はエタノール（95）にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液を加えるとき，混濁して溶ける。

確認試験

（1）本品 0.1 g にエタノール（95）10 mL を加え，水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱する。冷後，ろ過し，ろ液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色～青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる。

（2）本品 0.1 g に硝酸 5 mL を加えるとき，液はだいたい黄色を呈する。

純度試験

（1）酸 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過し，ろ液 25 mL に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液の色は赤色である。

（2）脂肪 本品 2.0 g に石油ベンジン 20 mL を加え，15 分間強く振り混ぜてろ過し，ろ液 10 mL を水浴上で蒸発するとき，残留物は 0.050 g 以下である。

乾燥減量 6.0 % 以下（1 g, 105 °C, 3 時間）。

強熱残分 1.0 % 以下（0.5 g）。

消化試験 本品 1.00 g に含糖ペプシン 0.25 g 及び水 100 mL を加えてよく振り混ぜた後，40 ± 1 °C の水浴中で 20 分間放置し，希塩酸 1.0 mL を加えて振り混ぜ，次に 40 ± 1 °C の水浴中に 3 時間放置した後，直ちに常温まで急冷し，ろ過する。残留物を水 10 mL ずつで 3 回洗い，デシケーター（シリカゲル）で 18 時間乾燥した後，105 °C で 5 時間乾燥するとき，その量は 0.50 ~ 0.58 g である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

タンニン酸ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine Tannate

本品はジフェンヒドラミンとタンニン酸との化合物で，定量するとき，ジフェンヒドラミン（ $C_{17}H_{21}NO$ ：255.35）25.0

～ 35.0 % を含む。

性状 本品は灰白色～淡褐色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はない。

本品はエタノール (95) に溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 g に水 15 mL 及び希塩酸 0.3 mL を加え、1 分間よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 10 mL を分液漏斗に入れ、クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し、クロロホルム抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物の水溶液 (1 → 100) 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) (1) の残留物の水溶液 (1 → 100) 10 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を滴加し、30 分間放置する。沈殿をろ取し、希エタノールから再結晶し、105 °C で 30 分間乾燥するとき、その融点は 128 ～ 133 °C である。

(3) (1) の試料溶液 1 mL に塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は暗青紫色を呈する。

純度試験 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 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 7.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 5 時間)。

強熱残分 1.0 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 1.7 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 20 mL 及び希塩酸 3.0 mL を加え、よく振り混ぜて溶かした後、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 20 mL を加え、更にイソオクタン 25 mL を正確に加え、5 分間激しく振り混ぜる。これに塩化ナトリウム 2 g を加え、振り混ぜて溶かし、静置する。イソオクタン層 20 mL を正確に量り、酢酸 (100) 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。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 = 25.535 mg $C_{17}H_{21}NO$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

タンニン酸ベルベリン

Berberine Tannate

本品はベルベリンとタンニン酸との化合物で、定量するとき、換算した脱水物に対し、ベルベリン ($C_{20}H_{19}NO_5$: 353.37) 27.0 ～ 33.0 % を含む。

性状 本品は黄色～淡黄褐色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はない。

本品は水、アセトニトリル、メタノール又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g にエタノール (95) 10 mL を加え、水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液 5 mL に塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は青緑色を呈し、放置するとき、青黒色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.01 g にメタノール 10 mL 及び 1 mol/L 塩

酸試液 0.4 mL を加えて溶かし、水を加えて 200 mL とする。この液 8 mL に水を加えて 25 mL とした液につき、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。

(3) 本品を乾燥し、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。

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～赤色に変わる。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 38 mL 及び希硝酸 12 mL を加え、5 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 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に希硝酸 6 mL、プロモフェノールブルー試液 10 ～ 15 滴及び水を加えて 50 mL とする (0.035 % 以下)。

(3) 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)。

(4) 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)。

(5) 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。

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。

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

水分 6.0 % 以下 (0.7 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 1.0 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.03 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 0.01 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