

～ 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  $\mu$ 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。

**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。

**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  $\mu$ 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  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

ベルベリン ( $C_{20}H_{19}NO_6$ ) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算した塩化ベルベリン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.9504$$

#### 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。

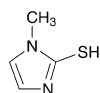
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## チアマゾール

Thiamazole



$C_4H_6N_2S$  : 114.17

1-Methyl-1H-imidazole-2-thiol [60-56-0]

本品を乾燥したものは定量するとき，チアマゾール ( $C_4H_6N_2S$ ) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なおいがあり，味は苦い。

本品は水又はエタノール (95) に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい。

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である。

#### 確認試験

(1) 本品 5 mg を水 1 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，液は黄色から徐々に黄緑色～緑色に変わる。この液に酢酸 (31) 1 mL を加えるとき，液は青色となる。

(2) 本品の水溶液 (1 → 200) 2 mL に炭酸ナトリウム試液 1 mL 及び薄めたフォルイン試液 (1 → 5) 1 mL を加えるとき，液は濃青色を呈する。

融点 144 ～ 147 °C

#### 純度試験

(1) セレン 本品 0.10 g をとり，薄めた硝酸 (1 → 30) 25 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法により検液を調製する。装置の A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，検液をビーカーに移す。水 25 mL で，C，B 及び A の内壁を洗い，洗液を検液に合わせる。この液を 10 分間静かに煮沸した後，室温まで冷却し，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする。別にセレン 0.040 g をとり，薄めた硝酸 (1 → 2) 100 mL を加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り，薄めた硝酸 (1 → 60) を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 mL ずつを正確に量り，ビーカーにとり，それぞれにアンモニア水 (28) を加えて pH を 1.8 ～ 2.2 とする。これに塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.2 g を加えて静かに振り混ぜて溶かし，次に 2,3-ジアミノナフタリン試液 5 mL を加え，振り混ぜた後，100 分間放置する。それぞれの液を分液漏斗に入れ，ビーカーを水 10 mL で洗い，洗液を合わせ，シクロヘキサン 5.0 mL を加えて 2 分間よく振り混ぜて抽出する。シクロヘキサン層をとり，遠心分離して水分を除く。これらの液につき，薄めた硝酸 (1 → 60) 40 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行う。標準溶液から得た液の波長 378 nm 付近の吸収極大の波長における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない。

(2) 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)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水 75 mL に溶かし，ビュレットから 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL を加え，かき混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を加えた後，プロモチモールブルー試液 1 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定を続け，前後の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 11.417 mg  $C_4H_6N_2S$

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。