

で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のペルベリンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_s$  を測定する。

ペルベリン ( $C_{20}H_{19}NO_6$ ) の量 (mg)

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

#### 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 μm 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  
リソ酸二水素カリウム 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：ペ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：塩化ペ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 μL につき、上記の条件で操作するとき、パルマ  
チン、ペ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、ペ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。

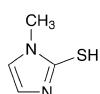
#### 貯 法

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-1*H*-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  
ずかに特異なにおいがあり、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、ベ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 及び薄めたフォリン試液 (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。