

一般試験法

一般試験法は、共通な試験法、医薬品の品質評価に有用な試験法及びこれに関連する事項をまとめたものである。別に規定するもののほか、アルコール数測定、アンモニウム試験、液体クロマトグラフィーによる試験、塩化物試験、炎色反応試験、エンドトキシン試験、核磁気共鳴スペクトル測定、かさ密度測定、ガスクロマトグラフィーによる試験、乾燥減量試験、眼軟膏剤の金属性異物試験、凝固点測定、強熱減量試験、強熱残分試験、屈折率測定、蛍光光度法による試験、原子吸光光度法による試験、抗生物質の微生物学的力価試験、鉍油試験、酸素フラスコ燃焼法による試験、残留溶媒試験、紫外可視吸光度測定、重金属試験、消化力試験、生薬の微生物限度試験、蒸留試験、浸透圧測定、水分測定、製剤均一性試験（含量均一性試験、質量偏差試験）、製剤の粒度の試験、制酸力試験、赤外吸収スペクトル測定、旋光度測定、タップ密度測定、窒素定量、注射剤の採取容量試験、注射剤の不溶性異物検査、注射剤の不溶性微粒子試験、注射剤用ガラス容器試験、定性反応、滴定終点検出、鉄試験、点眼剤の不溶性微粒子試験、導電率測定、熱分析、粘度測定、薄層クロマトグラフィーによる試験、発熱性物質試験、pH 測定、比重測定、微生物限度試験、ヒ素試験、ビタミン A 定量、比表面積測定、沸点測定、プラスチック製医薬品容器試験、粉体の粒子密度測定、粉末 X 線回折測定、崩壊試験、密度測定、無菌試験、メタノール試験、有機体炭素試験、融点測定、輸液用ゴム栓試験、溶出試験、硫酸塩試験、硫酸呈色物試験及び粒度測定は、それぞれの試験法により行う。ただし、油脂の融点、脂肪酸凝固点、比重、酸価、けん化価、エステル価、水酸基価、不けん化物及びヨウ素価は、油脂試験法中のそれぞれの項に、生薬の試料の採取、分析用試料の調製、鏡検、純度試験、乾燥減量、灰分、酸不溶性灰分、エキス含量及び精油含量の試験は、生薬試験法中のそれぞれの項に従う。

それぞれの試験法等に付した番号は、一般試験法を分類し付与した固有のものである。医薬品各条等において、〈 〉を付すものは該当する一般試験法の番号を示す。

1. 化学的試験法

1.01 アルコール数測定法

アルコール数とは、チンキ剤又はその他のエタノールを含む製剤について、次の方法で測定した 15℃ における試料 10 mL 当たりのエタノール層の量 (mL) をいう。

第1法 蒸留法 15℃ で試料 10 mL を量り、次の方法で蒸留して得た 15℃ におけるエタノール層の量 (mL) を測定し、アルコール数とする方法である。

(1) 装置

図 1.01-1 に示すものを用いる。総硬質ガラス製で接続部はすり合わせにしてもよい。

(2) 試液

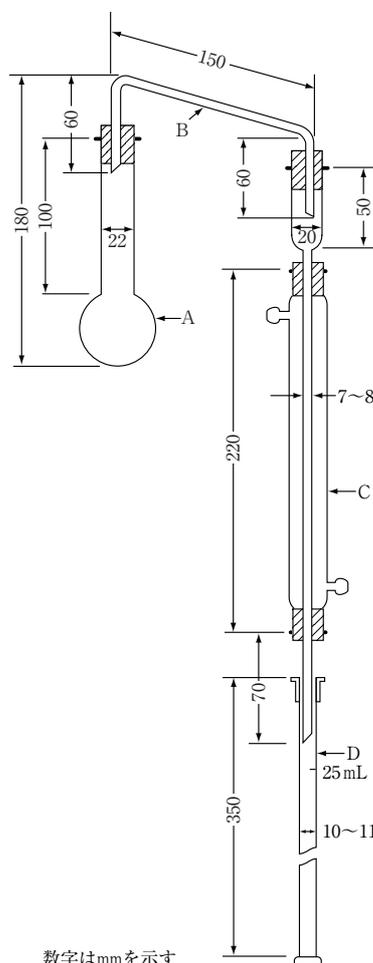
アルカリ性フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1 g に水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水を加えて溶かし、全量を 100 mL とする。

(3) 操作法

試料 10 mL を $15 \pm 2^\circ\text{C}$ で正確に量り、蒸留フラスコ A に入れ、水 5 mL を加え、沸騰石を入れ、注意してエタノール分を蒸留し、留液は共栓メスシリンダー D にとる。

蒸留は試料のエタノール含量によってほぼ表 1.01-1 に示す留液 (mL) を得るまで行う。

蒸留に際して著しく泡立つときは、リン酸若しくは硫酸を加えて強酸性とするか、又は少量のパラフィン、ミツロウ若しくはシリコン樹脂を加えて蒸留する。



数字はmmを示す

- A : 蒸留フラスコ (50 mL)
- B : 連結管
- C : 冷却器
- D : 共栓メスシリンダー
(25 mL, 0.1 mL 目盛りのあるもの。)

図 1.01-1

表 1.01-1

試料のエタノール含量 (vol%)	留液 (mL)
80 以上	13
80 ~ 70	12
70 ~ 60	11
60 ~ 50	10
50 ~ 40	9
40 ~ 30	8
30 以下	7

試料に次の物質を含む場合は、蒸留前に次の操作を行う。

(i) グリセリン 蒸留フラスコの残留物が少なくとも 50 % の水分を含むように適量の水を加える。

(ii) ヨウ素 亜鉛粉末を加えて脱色する。

(iii) 揮発性物質 かなりの量の精油、クロロホルム、ジエチルエーテル又はカンフルなどを含む場合は、試料 10 mL を正確に量り、分液漏斗に入れ、塩化ナトリウム飽和溶液 10 mL を加えて混和し、石油ベンジン 10 mL を加え、振り混ぜた後、下層の水層を分取し、石油ベンジン層は塩化ナトリウム飽和溶液 5 mL ずつで 2 回振り混ぜ、全水層を合わせて蒸留を行う。ただし、この場合は、試料のエタノール含量に応じて留液を表の量より 2 ~ 3 mL 多くとる。

(iv) その他の物質 遊離アンモニアを含む場合は、希硫酸を加えて弱酸性とし、揮発性酸を含む場合は、水酸化ナトリウム試液を加えて弱アルカリ性とする。また、石ケンと共に揮発性物質を含む場合は、(iii) の操作において石油ベンジンを加える前に、過量の希硫酸を加えて石ケンを分解する。

留液に炭酸カリウム 4 ~ 6 g 及びアルカリ性フェノールフタレイン試液 1 ~ 2 滴を加え、強く振り混ぜる。水層が白濁しない場合は、更に適量の炭酸カリウムを加えて振り混ぜた後、 $15 \pm 2^\circ\text{C}$ の水中に 30 分間放置し、浮上した赤色のエタノール層の mL 数を読み取り、アルコール数とする。もし、両液層の接界面が明らかでない場合は、水を滴加し、強く振り混ぜ、前と同様にして観察する。

第 2 法 ガスクロマトグラフィー 15°C で試料を量り、次のガスクロマトグラフィー (2.02) により操作し、エタノール ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) の含量 (vol%) を測定し、この値からアルコール数を求める方法である。

(1) 試薬

アルコール数測定用エタノール エタノール ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) の含量を測定したエタノール (99.5)。ただし、エタノールの比重 d_{4}^{20} とエタノール ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 含量との関係は、 $0.797 : 99.46 \text{ vol}\%$ 、 $0.796 : 99.66 \text{ vol}\%$ 、 $0.795 : 99.86 \text{ vol}\%$ である。

(2) 試料溶液及び標準溶液の調製

試料溶液 エタノール ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 約 5 mL に対応する量の試料を $15 \pm 2^\circ\text{C}$ で正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、これに内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水を加えて 100 mL とする。

標準溶液 試料と同じ温度のアルコール数測定用エタノール 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、これに内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水を加えて 100 mL とする。

(3) 操作法

試料溶液及び標準溶液 25 mL ずつを量り、それぞれ 100 mL のゴム栓付き細口円筒形のガラス瓶に入れ、ゴム栓をアルミキャップで巻き締めて密栓し、これをあらかじめ温度変化の少ない室内で 1 時間以上放置した水中に首まで入れ、液が栓に付着しないように穏やかに振り混ぜた後、30 分間放置する。それぞれの容器内の気体 1 mL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い、内標準物質のピーク高さに対するエタノールのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{アルコール数} = \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{5 \text{ (mL)}}{\text{試料の量 (mL)}} \times \frac{\text{アルコール数測定用エタノール中のエタノール (C}_2\text{H}_5\text{OH) の含量 (vol\%)}}{9.406}$$

内標準溶液 アセトニトリル溶液 (3 → 50)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 1.5 m のガラス管に $150 \sim 180 \mu\text{m}$ のガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体 (平均孔径 $0.0075 \mu\text{m}$ 、 $500 \sim 600 \text{ m}^2/\text{g}$) を充てんする。

カラム温度： $105 \sim 115^\circ\text{C}$ の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が 5 ~ 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液から得た容器内の気体 1 mL につき、上記の条件で操作するとき、エタノール、内標準物質の順に流出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

1.02 アンモニウム試験法

アンモニウム試験法は、医薬品中に混在するアンモニウム塩の限度試験である。

医薬品各条には、アンモニウム (NH_4^+ として) の限度をパーセント (%) で () 内に付記する。

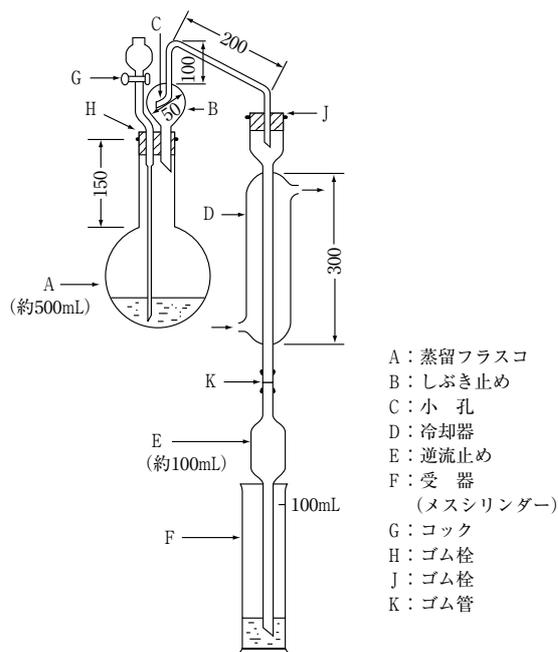
装 置

図 1.02-1 に示すアンモニウム試験用蒸留装置を用いる。ただし、減圧蒸留法を適用する場合、図 1.02-2 の装置を用いる。いずれの装置も総硬質ガラス製で、接続部はすり合わせにしてもよい。また、装置に用いるゴムはすべて水酸化ナトリウム試液中で 10 ~ 30 分間煮沸し、次に水中で 30 ~ 60 分間煮沸し、最後に水でよく洗ってから用いる。

操 作 法

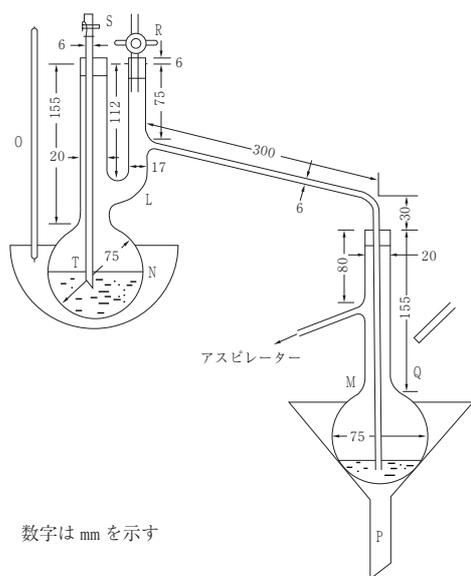
(1) 検液及び比較液の調製 別に規定するもののほか、次の方法により検液及び比較液を調製する。

医薬品各条に規定する量の試料を蒸留フラスコ A にとり、水 140 mL 及び酸化マグネシウム 2 g を加え、蒸留装置 (図 1.02-1) を連結する。受器 F (メスシリンダー) には吸収液としてホウ酸溶液 (1 → 200) 20 mL を入れ、冷却



数字は mm を示す

図 1.02-1 アンモニウム試験用蒸留装置



数字は mm を示す

- L: 減圧蒸留フラスコ (200 mL) Q: 冷却水
 M: 受器 (フラスコ 200 mL) R: ガラスコック
 N: 水浴 S: スクリューコック付ゴム管
 O: 温度計 T: 突沸防止用ガラス管
 P: 漏斗

図 1.02-2 アンモニウム試験用減圧蒸留装置

器の下端を吸収液に浸し、1 分間 5 ~ 7 mL の留出速度となるように加熱温度を調節し、留液 60 mL を得るまで蒸留する。冷却器の下端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、水を加えて 100 mL とし、検液とする。

減圧蒸留法を適用する場合、医薬品各条に規定する量の試料を減圧蒸留フラスコ L にとり、水 70 mL 及び酸化マグネシウム 1 g を加え、減圧蒸留装置 (図 1.02-2) を連結する。受器 M (フラスコ) には吸収液としてホウ酸溶液 (1

→ 200) 20 mL を入れ、減圧蒸留フラスコの枝の先端を吸収液に浸し、水浴又はこれに代わる装置を用い 60 °C に保ち、1 分間に 1 ~ 2 mL の留出速度となるように減圧度を調整し、留液 30 mL を得るまで減圧で蒸留する。蒸留中は受器 M (フラスコ) の球部を水で冷却する。枝の先端から液面を離し、少量の水でその部分を洗い込み、水を加えて 100 mL とする。これを検液とし、試験を行う。

比較液は医薬品各条に規定する量のアンモニウム標準液を蒸留フラスコ A 又は減圧蒸留フラスコ L にとり、以下検液の調製法と同様に操作する。

(2) 検液及び比較液の試験 別に規定するもののほか、次の方法による。

検液及び比較液 30 mL ずつをネスラー管にとり、フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液 6.0 mL を加えて混和する。次に次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 4 mL 及び水を加えて 50 mL とし、混和した後、60 分間放置する。両管を白色の背景を用い、上方又は側方から観察して液の色を比較する。

検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

1.03 塩化物試験法

塩化物試験法は、医薬品中に混在する塩化物の限度試験である。

医薬品各条には、塩化物 (Cl として) の限度をパーセント (%) で () 内に付記する。

操作法

別に規定するもののほか、医薬品各条に規定する量の試料をネスラー管にとり、水適量に溶かし 40 mL とする。これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に医薬品各条に規定する量の 0.01 mol/L 塩酸をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。この場合、検液が澄明でないときは、両液を同条件でろ過する。

検液及び比較液に硝酸銀試液 1 mL ずつを加えて混和し、直射日光を避け、5 分間放置した後、黒色の背景を用い、ネスラー管の上方又は側方から観察して混濁を比較する。

検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くない。

1.04 炎色反応試験法

炎色反応試験法は、ある種の元素が鋭敏にブンゼンバーナーの無色炎をそれぞれ固有の色に染める性質を利用して、その元素の定性を行う方法である。

(1) 金属塩の炎色反応 試験に用いる白金線は径約 0.8 mm で、先端は直線のままで用いる。試料が固体の場合は塩酸少量を加えてかゆ状とし、その少量を白金線の先端から約 5 mm までの部分に付け、水平に保って無色炎中に入れ、試験する。また、試料が液体の場合は白金線の先端を試料中に約 5 mm 浸し、静かに引き上げて、以下固体の場合と同様に試験する。

(2) ハロゲン化合物の炎色反応 網目の開き 0.25 mm、線径 0.174 mm の銅網を幅 1.5 cm、長さ 5 cm に切り、

銅線の一端に巻き付ける。これをブンゼンバーナーの無色炎中で、炎が緑色又は青色を呈しなくなるまで強熱した後、冷却し、更にこの操作を数回繰り返して酸化銅の被膜を完全に付ける。次に冷時、この銅網上に、別に規定するもののほか、試料 1 mg を付け、点火して燃焼させ、この操作を 3 回繰り返した後、銅網を無色炎中に入れ、試験する。

炎色反応が持続するとは、その反応が約 4 秒間持続することをいう。

1.05 鉍油試験法

鉍油試験法は、注射剤及び点眼剤に用いる非水性溶剤中の鉍油を試験する方法である。

操作法

試料 10 mL を 100 mL のフラスコに入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 6) 15 mL 及びエタノール (95) 30 mL を加え、フラスコの口に足の短い小漏斗をのせ、しばしば振り混ぜて水浴上で澄明になるまで加熱する。次に浅い磁製の皿に移し、水浴上で加熱してエタノールを蒸発し、残留物に水 100 mL を加え、水浴上で加熱するとき、液は濁らない。

1.06 酸素フラスコ燃焼法

酸素フラスコ燃焼法は、塩素、臭素、ヨウ素、フッ素又はイオウなどを含む有機化合物を、酸素を満したフラスコ中で燃焼分解し、その中に含まれるハロゲン又はイオウなどを確認又は定量する方法である。

装置

図 1.06-1 に示すものを用いる。

検液及び空試験液の調製法

別に規定するもののほか、次の方法による。

(1) 試料のとり方

(i) 試料が固体の場合

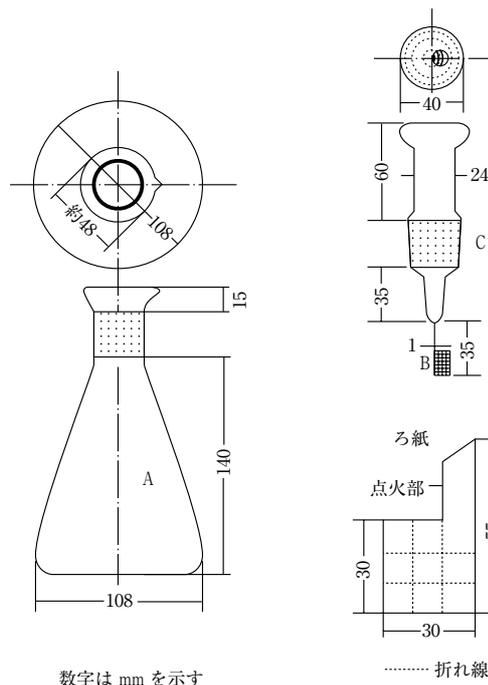
医薬品各条に規定する量の試料を図に示すろ紙の中央部に精密に量りとり、こぼれないように折れ線に沿って包み、白金製のかご又は白金網筒 B の中に、点火部を外に出して入れる。

(ii) 試料が液状の場合

あらかじめ適当量の脱脂綿を、縦 50 mm、横 5 mm のろ紙を用いて、その先端約 20 mm (点火部) を残すように巻き込み、白金製のかご又は白金網筒 B の中に入れる。適当なガラス管に試料を採取し、質量を精密に量り、一端を脱脂綿に接触させて医薬品各条で規定する量の試料をしみ込ませる。

(2) 燃焼法

医薬品各条に規定する吸収液をフラスコ A に入れ、A 内にあらかじめ酸素を充満し、栓 C のすり合わせを水で潤した後、点火部に点火し、直ちに A 中に入れ、完全に燃焼が終わるまで気密に保持する。次に A 内の白煙が完全に消えるまで時々振り混ぜた後、15 ~ 30 分間放置し検液とする。別に試料を用いなくて同様に操作し、空試験液を調製する。



- 数字は mm を示す
- 折れ線
- A : 内容 500 mL の無色、肉厚 (約 2 mm) の硬質ガラス製のフラスコで、口の上部を受け皿状にしたもの。ただし、フッ素の定量には石英製のものを用いる。
- B : 白金製のかご又は白金網筒 (白金線を用いて栓 C の下端につす。)
- C : 硬質ガラス製の共栓。ただし、フッ素の定量には石英製のものを用いる。

図 1.06-1

定量操作法

医薬品各条で別に規定するもののほか、次の方法による。

(1) 塩素又は臭素

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。2-プロパノール 15 mL で C、B 及び A の内壁を洗い、洗液を検液に合わせる。この液にプロモフェノールブルー試液 1 滴を加え、液の色が黄色になるまで希硝酸を滴加した後、2-プロパノール 25 mL を加え、滴定終点検出法 (2.50) の電位差滴定法により 0.005 mol/L 硝酸銀液で滴定する。空試験液につき同様に試験を行い、補正する。

$$0.005 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 0.1773 \text{ mg Cl}$$

$$0.005 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 0.3995 \text{ mg Br}$$

(2) ヨウ素

A の上部に少量の水を入れ、注意して C をとり、検液にヒドラジン-水和物 2 滴を加え、栓 C を施し、激しく振り混ぜて脱色する。A の内容物をビーカーに移し、2-プロパノール 25 mL で C、B 及び A の内壁を洗い、洗液は先のビーカーに移す。この液にプロモフェノールブルー試液 1 滴を加え、液の色が黄色になるまで希硝酸を滴加した後、滴定終点検出法 (2.50) の電位差滴定法により 0.005 mol/L 硝酸銀液で滴定する。空試験液につき同様に試験を行い、補正する。

$$0.005 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 0.6345 \text{ mg I}$$

(3) フッ素

A の上部に少量の水を入れ、注意して C をとり、検液及び空試験液をそれぞれ 50 mL のメスフラスコに移し、C、B 及び A の内壁を水で洗い、洗液及び水を加えて 50 mL とし、試験液及び補正液とする。フッ素約 30 ng に対応する試験液 (V mL)、補正液 V mL 及びフッ素標準液 5 mL を正確に量り、それぞれ別の 50 mL のメスフラスコに入れ、よく振り混ぜながらそれぞれにアリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液 (1:1:1) 30 mL を加え、水を加えて 50 mL とし、1 時間放置する。これらの液につき、水 5 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 (2.24) により試験を行う。試験液、補正液及び標準液から得たそれぞれの液の波長 600 nm における吸光度 A_T 、 A_C 及び A_S を測定する。

検液中のフッ素 (F) の量 (mg)

= 標準液 5 mL 中のフッ素の量 (mg)

$$\times \frac{A_T - A_C}{A_S} \times \frac{50}{V}$$

フッ素標準液：フッ化ナトリウム (標準試薬) を白金のつぼにとり、500 ~ 550 °C で 1 時間乾燥し、デシケーター (シリカゲル) で放冷し、その約 66.3 mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 10 mL を正確にとり、水を加えて正確に 100 mL とする。

(4) イオウ

A の上部に少量の水を入れ、注意して C をとり、メタノール 15 mL で C、B 及び A の内壁を洗い込む。この液にメタノール 40 mL を加え、次に 0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液 25 mL を正確に加え、10 分間放置した後、アルセナゾⅢ試液 0.15 mL をメスピペットを用いて加え、0.005 mol/L 硫酸で滴定 (2.50) する。空試験液につき同様に試験を行う。

0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液 1 mL = 0.1604 mg S

1.07 重金属試験法

重金属試験法は、医薬品中に混在する重金属の限度試験である。この重金属とは、酸性で硫化ナトリウム試液によって呈色する金属性混在物をいい、その量は鉛 (Pb) の量として表す。

医薬品各条には、重金属 (Pb として) の限度を ppm で () 内に付記する。

検液及び比較液の調製法

別に規定するもののほか、次の方法によって検液及び比較液を調製する。

(1) 第 1 法

医薬品各条に規定する量の試料をネスラー管にとり、水適量に溶かし、40 mL とする。これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は医薬品各条に規定する量の鉛標準液をネスラー管にとり、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(2) 第 2 法

医薬品各条に規定する量の試料を石英製又は磁製のつぼに量り、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 5 滴を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、500 ~ 600 °C で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は硝酸 2 mL、硫酸 5 滴及び塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

(3) 第 3 法

医薬品各条に規定する量の試料を石英製又は磁製のつぼに量り、初めは注意して弱く加熱し、次に強熱して灰化する。冷後、王水 1 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は王水 1 mL を水浴上で蒸発乾固し、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

(4) 第 4 法

医薬品各条に規定する量の試料を白金製又は磁製のつぼに量り、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10 mL を加えて混和し、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化する。冷後、硫酸 1 mL を加え、注意して加熱した後、500 ~ 600 °C で強熱し、灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硫酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、水 10 mL を加え、加温して溶かす。次にフェノールフタレイン試液を 1 滴加えた後、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10 mL をとり、エタノールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸 1 mL を加え、注意して加熱した後、500 ~ 600 °C で強熱する。冷後、塩酸 3 mL を加え、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

操作法

検液及び比較液に硫化ナトリウム試液 1 滴ずつを加えて混和し、5 分間放置した後、両管を白色の背景を用い、上方又は側方から観察して液の色を比較する。

検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

1.08 窒素定量法（セミマイクロケルダール法）

窒素定量法は、窒素を含む有機化合物を硫酸で分解し、硫酸アンモニウムとし、そのアンモニアを定量する方法である。

装置

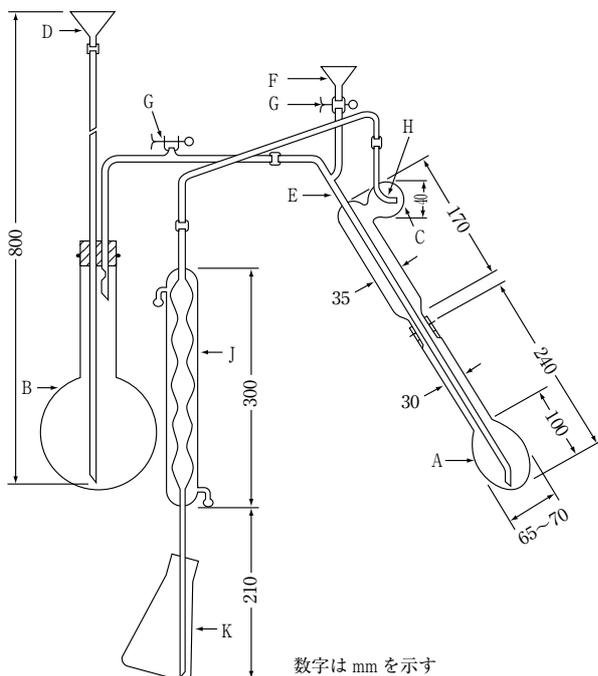
図 1.08-1 に示すものを用いる。総硬質ガラス製で、接続部はすり合わせにしてもよい。装置に用いるゴムはすべて水酸化ナトリウム試液中で 10～30 分間煮沸し、次に水中で 30～60 分間煮沸し、最後に水でよく洗ってから用いる。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

窒素（N：14.01）2～3 mg に対応する量の試料を精密に量るか、又はピペットで正確に量り、ケルダールフラスコ A に入れ、これに硫酸カリウム 10 g 及び硫酸銅（Ⅱ）五水和物 1 g の混合物を粉末とし、その 1 g を加え、フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み、更にフラスコの内壁に沿って硫酸 7 mL を加える。

次に、フラスコを振り動かしながら、過酸化水素（30）1 mL を少量ずつ内壁に沿って注意して加える。フラスコを徐々に加熱し、更にフラスコの首で硫酸が液化する程度に加熱する。液が青色澄明を経て鮮やかな緑色澄明となり、フラスコの内壁に炭化物を認めなくなったとき、加熱をやめる。必要ならば冷却した後、過酸化水素（30）少量を追加し、再び加熱する。冷却後、水 20 mL を注意しながら加えて冷却する。



- A：ケルダールフラスコ
 B：水蒸気発生器で、硫酸 2～3 滴を加えた水を入れ、突沸を避けるために沸騰石を入れる。
 C：しぶき止め
 D：給水用漏斗
 E：蒸気管
 F：アルカリ溶液注入用漏斗
 G：ピンチコック付きゴム管
 H：小孔（径は管の内径にほぼ等しい。）
 J：冷却器（下端は斜めに切っている。）
 K：受器

図 1.08-1

次に、フラスコを、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置（図 1.08-1）に連結する。受器 K にはホウ酸溶液（1→25）15 mL 及びプロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴を入れ、適量の水を加え、冷却器 J の下端をこの液に浸す。漏斗 F から水酸化ナトリウム溶液（2→5）30 mL を加え、注意して水 10 mL で洗い込み、直ちにピンチコック付きゴム管 G のピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液 80～100 mL を得るまで蒸留する。冷却器 J の下端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、0.005 mol/L 硫酸で滴定（2.50）する。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色になるときとする。

同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.005 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 0.1401 \text{ mg N}$$

1.09 定性反応

定性反応は、医薬品の確認試験に用い、通例、医薬品各条に規定する液 2～5 mL をとり、試験を行う。

Ⅲ 鉛 塩

(1) 亜鉛塩の中性～アルカリ性溶液に硫化アンモニウム試液又は硫化ナトリウム試液を加えるとき、帯白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに希酢酸を加えても溶けないが、希塩酸を追加するとき、溶ける。

(2) 亜鉛塩の溶液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、この一部に希塩酸を追加しても沈殿は溶けない。また、他の一部に水酸化ナトリウム試液を追加するとき、溶ける。

(3) 亜鉛塩の中性～弱酸性溶液にピリジン 1～2 滴及びチオシアン酸カリウム試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

Ⅳ 硝酸塩

(1) 亜硝酸塩の溶液に希硫酸を加えて酸性とするととき、特異なにおいのある黄褐色のガスを発生し、少量の硫酸鉄（Ⅱ）七水和物の結晶を追加するとき、液は暗褐色を呈する。

(2) 亜硝酸塩の溶液にヨウ化カリウム試液 2～3 滴を加え、希硫酸を滴加するとき、液は黄褐色となり、次に黒紫色の沈殿を生じ、クロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は紫色を呈する。

(3) 亜硝酸塩の溶液にチオ尿素試液を加え、希硫酸を加えて酸性とし、塩化鉄（Ⅲ）試液を滴加するとき、液は暗赤色を呈し、ジエチルエーテル 2 mL を加えて振り混ぜるとき、ジエチルエーテル層は赤色を呈する。

Ⅴ ビ 酸 塩

(1) 亜ビ酸塩の塩酸性溶液に硫化ナトリウム試液 1～2 滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に塩酸を加えても溶けない。また、他の一部に炭酸アンモニウム試液を加えるとき、溶ける。

(2) 亜ビ酸塩の微アルカリ性溶液に硝酸銀試液を加えるとき、黄白色の沈殿を生じ、この一部にアンモニア試液を、また、他の一部に希硝酸を追加するとき、いずれも沈殿は溶ける。

(3) 亜ビ酸塩の微アルカリ性溶液に硫酸銅（Ⅱ）試液を加

えるとき、緑色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに水酸化ナトリウム試液を加えて煮沸するとき、赤褐色に変わる。

亜硫酸塩及び亜硫酸水素塩

- (1) 亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の酢酸酸性溶液にヨウ素試液を滴加するとき、試液の色は消える。
- (2) 亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の溶液に等容量の希塩酸を加えるとき、二酸化イオウのにおいを発し、液は混濁しない(チオ硫酸塩との区別)。これに硫化ナトリウム試液 1 滴を追加するとき、液は直ちに白濁し、白濁は徐々に淡黄色の沈殿に変わる。

アルミニウム塩

- (1) アルミニウム塩の溶液に塩化アンモニウム試液及びアンモニア試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を追加しても沈殿は溶けない。
- (2) アルミニウム塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の水酸化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) アルミニウム塩の溶液に硫化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の硫化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (4) アルミニウム塩の溶液に白色のゲル状の沈殿を生じるまでアンモニア試液を加え、アリザリンレッド S 試液 5 滴を追加するとき、沈殿は赤色に変わる。

安息香酸塩

- (1) 安息香酸塩の濃溶液に希塩酸を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分取し、冷水でよく洗い、乾燥するとき、その融点 (2.60) は 120 ~ 124 °C である。
- (2) 安息香酸塩の中性溶液に塩化鉄 (Ⅲ) 試液を滴加するとき、淡黄赤色の沈殿を生じ、希塩酸を追加するとき、白色の沈殿に変わる。

アンチモン塩、第一

- (1) 第一アンチモン塩をなるべく少量の塩酸に溶かし、水を加えて薄めるとき、白濁する。硫化ナトリウム試液 1 ~ 2 滴を追加するとき、だいたい色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に硫化ナトリウム試液を、また、他の一部に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、いずれも溶ける。
- (2) 第一アンチモン塩の塩酸酸性溶液にわずかに沈殿を生じるまで水を加え、チオ硫酸ナトリウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。この溶液を加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

アンモニウム塩

アンモニウム塩に過量の水酸化ナトリウム試液を加えて加温するとき、アンモニアのにおいを発し、このガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

塩化物

- (1) 塩化物の溶液に硫酸及び過マンガン酸カリウムを加えて加熱するとき、塩素ガスを発し、このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する。
- (2) 塩化物の溶液に硝酸銀試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸を加えても溶けない。また、他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき、溶ける。

塩素酸塩

- (1) 塩素酸塩の溶液に硝酸銀試液を加えても、沈殿を生じ

ないが、亜硝酸ナトリウム試液 2 ~ 3 滴及び希硝酸を追加するとき、徐々に白色の沈殿を生じ、更にアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

- (2) 塩素酸塩の中性溶液にインジゴカルミン試液を液が淡青色を呈するまで滴加し、希硫酸を加えて酸性とし、更に亜硫酸水素ナトリウム試液を滴加するとき、速やかに青色は消える。

過酸化物

- (1) 過酸化物の溶液に等容量の酢酸エチル及び二クロム酸カリウム試液 1 ~ 2 滴を加え、更に希硫酸を加えて酸性とし、直ちに振り混ぜて放置するとき、酢酸エチル層は青色を呈する。
- (2) 過酸化物の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム試液を滴加するとき、試液の色は消え、泡立ってガスを発生する。

過マンガン酸塩

- (1) 過マンガン酸塩の溶液は赤紫色を呈する。
- (2) 過マンガン酸塩の硫酸酸性溶液に過量の過酸化水素試液を加えるとき、泡立って脱色する。
- (3) 過マンガン酸塩の硫酸酸性溶液に過量のシュウ酸試液を加えて加温するとき、脱色する。

カリウム塩

- (1) カリウム塩につき、炎色反応試験 (1) (1.04) を行うとき、淡紫色を呈する。炎が黄色のときは、コバルトガラスを通して観察すると赤紫色に見える。
- (2) カリウム塩の中性溶液に酒石酸水素ナトリウム試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿の生成を速くするには、ガラス棒で試験管の内壁をこする。沈殿を分取し、これにアンモニア試液、水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液を加えるとき、いずれも溶ける。
- (3) カリウム塩の酢酸酸性溶液にヘキサニトロコバルト (Ⅲ) 酸ナトリウム試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。
- (4) カリウム塩に過量の水酸化ナトリウム試液を加えて加温しても、アンモニアのにおいを発しない(アンモニウム塩との区別)。

カルシウム塩

- (1) カルシウム塩につき、炎色反応試験 (1) (1.04) を行うとき、黄赤色を呈する。
- (2) カルシウム塩の溶液に炭酸アンモニウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。
- (3) カルシウム塩の溶液にシュウ酸アンモニウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに希酢酸を加えても溶けないが、希塩酸を追加するとき、溶ける。
- (4) カルシウム塩の中性溶液にクロム酸カリウム試液 10 滴を加え、加熱しても沈殿を生じない(ストロンチウム塩との区別)。

銀塩

- (1) 銀塩の溶液に希塩酸を加えるとき、白色の沈殿を生じ、この一部に希硝酸を追加しても沈殿は溶けない。また、他の一部に過量のアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (2) 銀塩の溶液にクロム酸カリウム試液を加えるとき、赤色の沈殿を生じ、希硝酸を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) 銀塩の溶液にアンモニア試液を滴加するとき、灰褐色の沈殿を生じる。更にアンモニア試液を滴加して沈殿を溶かし、ホルムアルデヒド液 1 ~ 2 滴を加えて加温するとき、

器壁に銀鏡を生じる。

クエン酸塩

(1) クエン酸塩の溶液 1 ~ 2 滴にピリジン/無水酢酸混液 (3:1) 20 mL を加え、2 ~ 3 分間放置するとき、赤褐色を呈する。

(2) クエン酸塩の中性溶液に等容量の希硫酸を加え、その 2/3 容量の過マンガン酸カリウム試液を加え、試液の色が消えるまで加熱した後、全量の 1/10 容量の臭素試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じる。

(3) クエン酸塩の中性溶液に過量の塩化カルシウム試液を加えて煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に水酸化ナトリウム試液を加えても溶けない。また、他の一部に希塩酸を加えるとき、溶ける。

グリセロリン酸塩

(1) グリセロリン酸塩の溶液に塩化カルシウム試液を加えるとき、変化しないが、煮沸するとき、沈殿を生じる。

(2) グリセロリン酸塩の溶液に七モリブデン酸六アンモニウム試液を加えるとき、冷時沈殿を生じないが、長く煮沸するとき、黄色の沈殿を生じる。

(3) グリセロリン酸塩に等量の硫酸水素カリウムの粉末を混ぜ、直火で穏やかに加熱するとき、アクロレインの刺激臭を発する。

クロム酸塩

(1) クロム酸塩の溶液は黄色を呈する。

(2) クロム酸塩の溶液に酢酸鉛 (II) 試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、この一部に酢酸を追加しても沈殿は溶けない。また、他の一部に希硝酸を追加するとき、沈殿は溶ける。

(3) クロム酸塩の硫酸酸性溶液に等容量の酢酸エチル及び過酸化水素試液 1 ~ 2 滴を加え、直ちに振り混ぜて放置するとき、酢酸エチル層は青色を呈する。

酢酸塩

(1) 酢酸塩に薄めた硫酸 (1 → 2) を加えて加温するとき、酢酸のにおいを発する。

(2) 酢酸塩に硫酸及び少量のエタノール (95) を加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

(3) 酢酸塩の中性溶液に塩化鉄 (III) 試液を加えるとき、液は赤褐色を呈し、煮沸するとき、赤褐色の沈殿を生じる。これに塩酸を追加するとき、沈殿は溶け、液の色は黄色に変わる。

サリチル酸塩

(1) サリチル酸塩を過量のソーダ石灰と混ぜて加熱するとき、フェノールのにおいを発する。

(2) サリチル酸塩の濃溶液に希塩酸を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分取し、冷水でよく洗い、乾燥するとき、その融点 (2.60) は約 159 °C である。

(3) サリチル酸塩の中性溶液に希塩化鉄 (III) 試液 5 ~ 6 滴を加えるとき、液は赤色を呈し、希塩酸を滴加していくとき、液の色は初め紫色に変わり、次に消える。

シアン化物

(1) シアン化物の溶液に過量の硝酸銀試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸を加えても溶けない。また、他の一部にアンモニア試液を加えるとき、溶ける。

(2) シアン化物の溶液に硫酸鉄 (II) 試液 2 ~ 3 滴、希塩化鉄 (III) 試液 2 ~ 3 滴及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後、希硫酸を加えて酸性にすると、青色の沈殿を生じる。

臭化物

(1) 臭化物の溶液に硝酸銀試液を加えるとき、淡黄色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸を加えても溶けない。また、他の一部にアンモニア水 (28) を加えて振り混ぜた後、分離した液に希硝酸を加えて酸性にすると白濁する。

(2) 臭化物の溶液に塩素試液を加えるとき、黄褐色を呈する。これを二分し、この一部にクロロホルムを追加して振り混ぜるとき、クロロホルム層は黄褐色~赤褐色を呈する。また、他の一部にフェノールを追加するとき、白色の沈殿を生じる。

重クロム酸塩

(1) 重クロム酸塩の溶液は黄赤色を呈する。

(2) 重クロム酸塩の溶液に酢酸鉛 (II) 試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、この一部に酢酸 (31) を追加しても沈殿は溶けない。また、他の一部に希硝酸を追加するとき、沈殿は溶ける。

(3) 重クロム酸塩の硫酸酸性溶液に等容量の酢酸エチル及び過酸化水素試液 1 ~ 2 滴を加え、直ちに振り混ぜて放置するとき、酢酸エチル層は青色を呈する。

シュウ酸塩

(1) シュウ酸塩の硫酸酸性溶液に温時過マンガン酸カリウム試液を滴加するとき、試液の色は消える。

(2) シュウ酸塩の溶液に塩化カルシウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに希酢酸を加えても溶けないが、希塩酸を追加するとき、溶ける。

酒石酸塩

(1) 酒石酸塩の中性溶液に硝酸銀試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に硝酸を加えるとき、溶ける。また、他の一部にアンモニア試液を加えて加温するとき、溶け、徐々に器壁に銀鏡を生じる。

(2) 酒石酸塩の溶液に酢酸 (31) 2 滴、硫酸鉄 (II) 試液 1 滴及び過酸化水素試液 2 ~ 3 滴を加え、更に過量の水酸化ナトリウム試液を加えるとき、赤紫色~紫色を呈する。

(3) 酒石酸塩の溶液 2 ~ 3 滴に、あらかじめ硫酸 5 mL にレソルシノール溶液 (1 → 50) 2 ~ 3 滴及び臭化カリウム溶液 (1 → 10) 2 ~ 3 滴を加えた液を加え、水浴上で 5 ~ 10 分間加熱するとき、濃青色を呈する。これを冷却して水 3 mL に加えるとき、液は赤色~赤だいたい色を呈する。

臭素酸塩

(1) 臭素酸塩の硝酸酸性溶液に硝酸銀試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じ、加熱するとき、沈殿は溶ける。これに亜硝酸ナトリウム試液 1 滴を追加するとき、淡黄色の沈殿を生じる。

(2) 臭素酸塩の硝酸酸性溶液に亜硝酸ナトリウム試液 5 ~ 6 滴を加えるとき、液は黄色~赤褐色を呈し、これにクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は黄色~赤褐色を呈する。

硝酸塩

(1) 硝酸塩の溶液に等容量の硫酸を混和し、冷却した後、

硫酸鉄(Ⅱ)試液を層積するとき、接界面に暗褐色の輪帯を生じる。

(2) 硝酸塩の溶液にジフェニルアミン試液を加えるとき、液は青色を呈する。

(3) 硝酸塩の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム試液を加えても、試液の赤紫色は退色しない(亜硝酸塩との区別)。

水銀塩、第一

(1) 第一水銀塩の溶液に板状の銅を浸して放置した後、これを取り出して水で洗い、紙又は布でこするとき、銀白色に輝く(第二水銀塩と共通)。

(2) 第一水銀塩又はその溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、黒色を呈する。

(3) 第一水銀塩の溶液に希塩酸を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これにアンモニア試液を加えるとき、黒色に変わる。

(4) 第一水銀塩の溶液にヨウ化カリウム試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。放置するとき、沈殿は緑色に変わり、過量のヨウ化カリウム試液を追加するとき、黒色に変わる。

水銀塩、第二

(1) 第二水銀塩の溶液に板状の銅を浸して放置した後、これを取り出して水で洗い、紙又は布でこするとき、銀白色に輝く(第一水銀塩と共通)。

(2) 第二水銀塩の溶液に少量の硫化ナトリウム試液を加えるとき、黒色の沈殿を生じ、過量の硫化ナトリウム試液を追加するとき、溶ける。この液に塩化アンモニウム試液を追加するとき、再び黒色の沈殿を生じる。

(3) 第二水銀塩の中性溶液にヨウ化カリウム試液を滴加するとき、赤色の沈殿を生じ、過量のヨウ化カリウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

(4) 第二水銀塩の塩酸酸性溶液に少量の塩化スズ(Ⅱ)試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、過量の塩化スズ(Ⅱ)試液を追加するとき、沈殿は灰黒色に変わる。

スズ塩、第一

(1) 第一スズ塩の塩酸酸性溶液を、水を入れた試験管の外側底部に付着させ、これをブンゼンバーナーの無色炎中に入れるとき、試験管の底が青色の炎で包まれる(第二スズ塩と共通)。

(2) 第一スズ塩の塩酸酸性溶液に粒状の亜鉛を浸すとき、その表面に灰色の海绵状の物質が析出する(第二スズ塩と共通)。

(3) 第一スズ塩の溶液にヨウ素・デンプン試液を滴加するとき、試液の色は消える。

(4) 第一スズ塩の塩酸酸性溶液に、わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を滴加し、硫化ナトリウム試液 2～3 滴を追加するとき、暗褐色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に硫化ナトリウム試液を加えても溶けない。また、他の一部に多硫化アンモニウム試液を加えるとき、溶ける。

スズ塩、第二

(1) 第二スズ塩の塩酸酸性溶液を、水を入れた試験管の外側底部に付着させ、これをブンゼンバーナーの無色炎中に入れるとき、試験管の底が青色の炎で包まれる(第一スズ塩と共通)。

(2) 第二スズ塩の塩酸酸性溶液に粒状の亜鉛を浸すとき、その表面に灰色の海绵状の物質が析出する(第一スズ塩と共

通)。

(3) 第二スズ塩の塩酸酸性溶液に鉄粉を加えて放置した後、ろ過する。ろ液にヨウ素・デンプン試液を滴加するとき、試液の色は消える。

(4) 第二スズ塩の塩酸酸性溶液にわずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を滴加し、硫化ナトリウム試液 2～3 滴を追加するとき、淡黄色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに硫化ナトリウム試液を加えるとき、溶け、更に塩酸を追加するとき、再び淡黄色の沈殿を生じる。

セリウム塩

(1) セリウム塩に 2.5 倍量の酸化鉛(Ⅳ)を加え、更に硝酸を加えて煮沸するとき、液は黄色を呈する。

(2) セリウム塩の溶液に過酸化水素試液及びアンモニア試液を加えるとき、黄色～赤褐色の沈殿を生じる。

炭酸塩

(1) 炭酸塩に希塩酸を加えるとき、泡立ってガスを発生する。このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる(炭酸水素塩と共通)。

(2) 炭酸塩の溶液に硫酸マグネシウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、希酢酸を追加するとき、沈殿は溶ける。

(3) 炭酸塩の冷溶液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき、液は赤色を呈する(炭酸水素塩との区別)。

炭酸水素塩

(1) 炭酸水素塩に希塩酸を加えるとき、泡立ってガスを発生する。このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる(炭酸塩と共通)。

(2) 炭酸水素塩の溶液に硫酸マグネシウム試液を加えるとき、沈殿を生じないが、煮沸するとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 炭酸水素塩の冷溶液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき、液は赤色を呈しないか、又は赤色を呈しても極めてうすい(炭酸塩との区別)。

チオシアン酸塩

(1) チオシアン酸塩の溶液に過量の硝酸銀試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、この一部に希硝酸を追加しても沈殿は溶けない。また、他の一部にアンモニア水(28)を追加するとき、沈殿は溶ける。

(2) チオシアン酸塩の溶液に塩化鉄(Ⅲ)試液を加えるとき、液は赤色を呈し、この色は塩酸を追加しても消えない。

チオ硫酸塩

(1) チオ硫酸塩の酢酸酸性溶液にヨウ素試液を滴加するとき、試液の色は消える。

(2) チオ硫酸塩の溶液に等容量の希塩酸を加えるとき、二酸化イオウのにおいを発し、液は徐々に白濁し、この白濁は放置するとき、黄色に変わる。

(3) チオ硫酸塩の溶液に過量の硝酸銀試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、放置するとき、沈殿は黒色に変わる。

鉄塩、第一

(1) 第一鉄塩の弱酸性溶液にヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液を加えるとき、青色の沈殿を生じ、希塩酸を追加しても沈殿は溶けない。

(2) 第一鉄塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、灰緑色のゲル状の沈殿を生じ、硫化ナトリウム試液を追加するとき、黒色の沈殿に変わる。沈殿を分取し、これに希塩酸

を加えるとき、溶ける。

(3) 第一鉄塩の中性又は弱酸性溶液に 1,10-フェナントロリン-水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 50) を滴加するとき、濃赤色を呈する。

鉄塩, 第二

(1) 第二鉄塩の弱酸性溶液にヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム試液を加えるとき、青色の沈殿を生じ、希塩酸を追加しても沈殿は溶けない。

(2) 第二鉄塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、赤褐色のゲル状の沈殿を生じ、硫化ナトリウム試液を追加するとき、黒色の沈殿に変わる。沈殿を分取し、これに希塩酸を加えるとき、溶け、液は白濁する。

(3) 第二鉄塩の弱酸性溶液にスルホサリチル酸試液を加えるとき、液は紫色を呈する。

銅塩, 第二

(1) 第二銅塩の塩酸酸性溶液によく磨いた板状の鉄を入れるとき、その表面に赤色の金属の膜を生じる。

(2) 第二銅塩の溶液に少量のアンモニア試液を加えるとき、淡青色の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶け、液は濃青色を呈する。

(3) 第二銅塩の溶液にヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム試液を加えるとき、赤褐色の沈殿を生じ、この一部に希硝酸を追加しても沈殿は溶けない。また、他の一部にアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶け、液は濃青色を呈する。

(4) 第二銅塩の溶液に硫化ナトリウム試液を加えるとき、黒色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希塩酸、希硫酸又は水酸化ナトリウム試液を加えても溶けない。また、他の一部に熱希硝酸を加えるとき、溶ける。

ナトリウム塩

(1) ナトリウム塩につき、炎色反応試験 (1) (1.04) を行うとき、黄色を呈する。

(2) ナトリウム塩の中性又は弱アルカリ性濃溶液にヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿の生成を速くするには、ガラス棒で試験管の内壁をこする。

鉛 塩

(1) 鉛塩の溶液に希硫酸を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸を加えても溶けない。また、他の一部に水酸化ナトリウム試液を加えて加熱するか、又は酢酸アンモニウム試液を加えるとき、溶ける。

(2) 鉛塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、過量の水酸化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿は溶け、更に硫化ナトリウム試液を追加するとき、黒色の沈殿を生じる。

(3) 鉛塩の希酢酸酸性溶液にクロム酸カリウム試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、アンモニア試液を追加しても沈殿は溶けないが、更に水酸化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

乳酸塩

乳酸塩の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム試液を加えて加熱するとき、アセトアルデヒドのにおいを発する。

バリウム塩

(1) バリウム塩につき、炎色反応試験 (1) (1.04) を行うとき、持続する黄緑色を呈する。

(2) バリウム塩の溶液に希硫酸を加えるとき、白色の沈殿を生じ、希硝酸を追加しても沈殿は溶けない。

(3) バリウム塩の酢酸酸性溶液にクロム酸カリウム試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、希硝酸を追加するとき、沈殿は溶ける。

ヒ酸塩

(1) ヒ酸塩の中性溶液に硫化ナトリウム試液 1 ~ 2 滴を加えても沈殿を生じないが、塩酸を追加するとき、黄色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに炭酸アンモニウム試液を加えるとき、溶ける。

(2) ヒ酸塩の中性溶液に硝酸銀試液を加えるとき、暗赤褐色の沈殿を生じ、この一部に希硝酸を、また、他の一部にアンモニア試液を追加するとき、いずれも沈殿は溶ける。

(3) ヒ酸塩の中性又はアンモニアアルカリ性溶液にマグネシア試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じ、希塩酸を追加するとき、沈殿は溶ける。

ビスマス塩

(1) ビスマス塩をなるべく少量の塩酸に溶かし、水を加えて薄めるとき、白濁する。硫化ナトリウム試液 1 ~ 2 滴を追加するとき、暗褐色の沈殿を生じる。

(2) ビスマス塩の塩酸酸性溶液にチオ尿素試液を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) ビスマス塩の希硝酸溶液又は希硫酸溶液にヨウ化カリウム試液を滴加するとき、黒色の沈殿を生じ、ヨウ化カリウム試液を追加するとき、沈殿は溶け、だいたい色を呈する。

フェリシアン化物

(1) フェリシアン化物の溶液は黄色を呈する。

(2) フェリシアン化物の溶液に硫酸鉄 (II) 試液を加えるとき、青色の沈殿を生じ、希塩酸を追加しても沈殿は溶けない。

フェロシアン化物

(1) フェロシアン化物の溶液に塩化鉄 (III) 試液を加えるとき、青色の沈殿を生じ、希塩酸を追加しても沈殿は溶けない。

(2) フェロシアン化物の溶液に硫酸銅 (II) 試液を加えるとき、赤褐色の沈殿を生じ、希塩酸を追加しても沈殿は溶けない。

フッ化物

(1) フッ化物の溶液をクロム酸・硫酸試液に加えて加熱するとき、液は試験管の内壁を一樣にぬらさない。

(2) フッ化物の中性又は弱酸性溶液にアリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム (III) 試液の混液 (1:1:1) 1.5 mL を加えて放置するとき、液は青紫色を呈する。

芳香族アミン, 第一

芳香族第一アミンの酸性溶液に氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液 3 滴を加えて振り混ぜ、2 分間放置し、次にアミド硫酸アンモニウム試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ、1 分間放置した後、シュウ酸 *N*-(1-ナフチル)-*N'*-ジエチルエチレンジアミン試液 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

ホウ酸塩

(1) ホウ酸塩に硫酸及びメタノールを混ぜて点火するとき、緑色の炎をあげて燃える。

(2) ホウ酸塩の塩酸酸性溶液で潤したクルクマ紙を加温し

て乾燥するとき、赤色を呈し、これにアンモニア試液を滴加するとき、青色に変わる。

マグネシウム塩

(1) マグネシウム塩の溶液に炭酸アンモニウム試液を加えて加温するとき、白色の沈殿を生じ、塩化アンモニウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。更にリン酸水素二ナトリウム試液を追加するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

(2) マグネシウム塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、この一部にヨウ素試液を加えるとき、沈殿は暗褐色に染まる。また、他の一部に過量の水酸化ナトリウム試液を加えても沈殿は溶けない。

マンガン塩

(1) マンガン塩の溶液にアンモニア試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。この一部に硝酸銀試液を追加するとき、沈殿は黒色に変わる。また、他の一部を放置するとき、沈殿の上部が褐色を帯びてくる。

(2) マンガン塩の希硝酸酸性溶液に少量の三酸化ナトリウムビスマスの粉末を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

ヨウ化物

(1) ヨウ化物の溶液に硝酸銀試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。この一部に希硝酸を、また、他の一部にアンモニア水(28)を追加してもいずれも沈殿は溶けない。

(2) ヨウ化物の酸性溶液に亜硝酸ナトリウム試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は黄褐色を呈し、次に黒紫色の沈殿を生じる。デンプン試液を追加するとき、液は濃青色を呈する。

リチウム塩

(1) リチウム塩につき、炎色反応試験(1)〈1.04〉を行うとき、持続する赤色を呈する。

(2) リチウム塩の溶液にリン酸水素二ナトリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、希塩酸を追加するとき、沈殿は溶ける。

(3) リチウム塩の溶液に希硫酸を加えても沈殿は生じない(ストロンチウム塩との区別)。

硫化物

多くの硫化物は、希塩酸を加えるとき、硫化水素のにおいを発し、このガスは潤した酢酸鉛(II)紙を黒変する。

硫酸塩

(1) 硫酸塩の溶液に塩化バリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、希硝酸を追加しても沈殿は溶けない。

(2) 硫酸塩の中性溶液に酢酸鉛(II)試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、酢酸アンモニウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

(3) 硫酸塩の溶液に等容量の希塩酸を加えても白濁しない(チオ硫酸塩との区別)。また、二酸化イオウのにおいを発しない(亜硫酸塩との区別)。

リン酸塩(正リン酸塩)

(1) リン酸塩の中性溶液に硝酸銀試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、希硝酸又はアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

(2) リン酸塩の中性又は希硝酸酸性溶液に七モリブデン酸六アンモニウム試液を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じ、水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

(3) リン酸塩の中性又はアンモニアアルカリ性溶液にマグ

ネシア試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じ、希塩酸を追加するとき、沈殿は溶ける。

1.10 鉄試験法

鉄試験法は、医薬品中に混在する鉄の限度試験である。その限度は鉄(Fe)の量として表す。

医薬品各条には、鉄(Feとして)の限度を ppm で()内に付記する。

検液及び比較液の調製法

別に規定するもののほか、次の方法によって検液及び比較液を調製する。

(1) 第1法

医薬品各条に規定する量の試料を量り、鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、検液とする。

比較液は医薬品各条に規定する量の鉄標準液をとり、鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL を加えて比較液とする。

(2) 第2法

医薬品各条に規定する量の試料を量り、希塩酸 10 mL を加え、必要ならば加温して溶かす。次に L-酒石酸 0.5 g を加えて溶かした後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、更に鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 20 mL を加えて検液とする。

比較液は医薬品各条に規定する量の鉄標準液をとり、希塩酸 10 mL を加えた後、検液の調製法と同様に操作し、比較液とする。

(3) 第3法

医薬品各条に規定する量の試料をるつぽに量り、硫酸少量を加えて試料を潤し、初めは注意して弱く加熱し、次に強熱して灰化する。冷後、薄めた塩酸(2 → 3) 1 mL 及び薄めた硝酸(1 → 3) 0.5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に薄めた塩酸(2 → 3) 0.5 mL 及び水 10 mL を加え、加温して溶かした後、鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL を加えて、検液とする。

比較液は医薬品各条に規定する量の鉄標準液をるつぽに量り、薄めた塩酸(2 → 3) 1 mL 及び薄めた硝酸(1 → 3) 0.5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、検液の調製法と同様に操作し、比較液とする。

ただし、るつぽは石英製又は磁製のるつぽを沸騰させた希塩酸中に 1 時間浸した後、十分に水洗し、乾燥したものをを用いる。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法によって操作する。

(1) A 法

検液及び比較液をネスラー管にとり、L-アスコルビン酸溶液(1 → 100) 2 mL を加えて混和し、30 分間放置した後、2,2'-ビピリジルのエタノール(95)溶液(1 → 200) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし、30 分間放置後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

(2) B 法

検液及び比較液に L-アスコルビン酸 0.2 g を加えて溶かし、30 分間放置した後、2,2'-ビピリジルのエタノール (95) 溶液 (1 → 200) 1 mL を加えて 30 分間放置する。次に 2,4,6-トリニトロフェノール溶液 (3 → 1000) 2 mL 及び 1,2-ジクロロエタン 20 mL を加え、激しく振り混ぜた後、1,2-ジクロロエタン層を分取し、必要ならば脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム 5 g を層積した漏斗でろ過した後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

1.11 ヒ素試験法

ヒ素試験法は、医薬品中に混在するヒ素の限度試験である。その限度は三酸化二ヒ素 (As_2O_3) の量として表す。

医薬品各条には、ヒ素 (As_2O_3 として) の限度を ppm で () 内に付記する。

装置

図 1.11-1 に示す装置を用いる。

排気管 B に約 30 mm の高さにガラス繊維 F を詰め、酢酸鉛 (II) 試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓 H の中心に垂直にさし込み、B の下部の小孔 E は下にわずかに突き出るようにして発生瓶 A に付ける。B の上端にはガラス管 C を垂直に固定したゴム栓 J を付ける。C の排気管側の下端はゴム栓 J の下端と同一平面とする。

検液の調製法

別に規定するもののほか、次の方法による。

(1) 第 1 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り、水 5 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、検液とする。

(2) 第 2 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り、水 5 mL 及び硫酸 1 mL を加える。ただし、無機酸の場合には硫酸を加えない。これに亜硫酸水 10 mL を加え、小ビーカーに入れ、水浴上で加熱して亜硫酸がなくなり約 2 mL となるまで蒸発し、水を加えて 5 mL とし、検液とする。

(3) 第 3 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のろつぼにとる。これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 50) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とする。

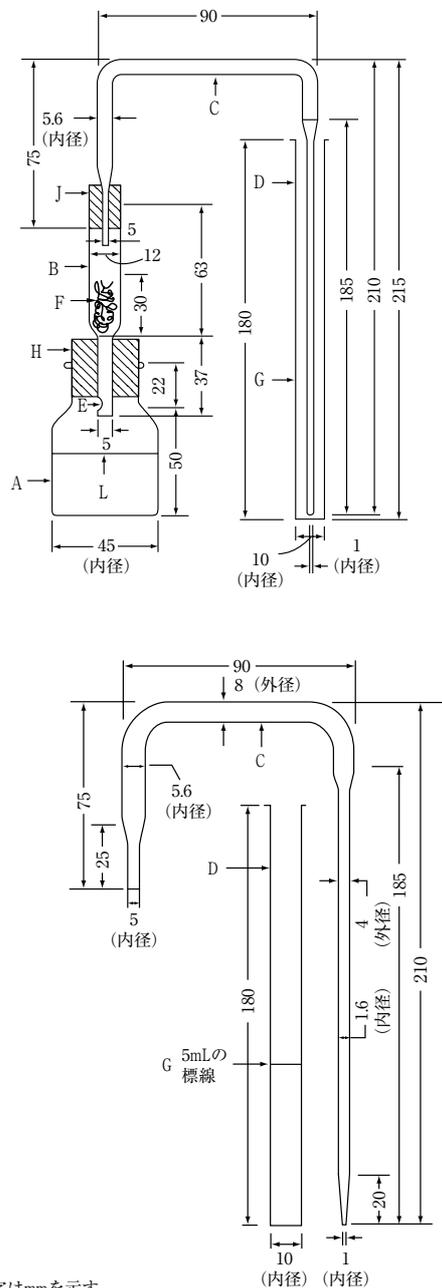
(4) 第 4 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のろつぼにとる。これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱した後、強熱して灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、徐々に加熱した後、強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、検

液とする。

(5) 第 5 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り、N,N-ジメチルホルムアミド 10 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、検液とする。



数字はmmを示す

- A : 発生瓶 (肩までの内容約 70 mL)
- B : 排気管
- C : ガラス管 (内径 5.6 mm, 吸引管に入れる部分は先端を内径 1 mm に引き伸ばす。)
- D : 吸引管 (10 mm)
- E : 小孔
- F : ガラスウール (約 0.2 g)
- G : 5 mL の標線
- H 及び J : ゴム栓
- L : 40 mL の標線

図 1.11-1 ヒ素試験装置

試液

ヒ化水素吸収液：*N,N*-ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.50 g をピリジンに溶かし 100 mL とする。この液は遮光した共栓瓶に入れ、冷所に保存する。

ヒ素標準原液：三酸化二ヒ素を微細の粉末とし、105℃で4時間乾燥し、その0.100 g を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液（1→5）5 mL に溶かす。この液に希硫酸を加えて中性とし、更に希硫酸 10 mL を追加し、新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 1000 mL とする。

ヒ素標準液：ヒ素標準原液 10 mL を正確に量り、希硫酸 10 mL を加え、新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は三酸化二ヒ素 (As_2O_3) 1 μ g を含む。この液は用時調製し、共栓瓶に保存する。

操作法

別に規定するもののほか、図 1.11-1 に示した装置を用いて試験を行う。

標準色の調製は同時に行う。

発生瓶 A に検液をとり、必要ならば少量の水で洗い込む。これにメチルオレンジ試液 1 滴を加え、アンモニア試液、アンモニア水 (28) 又は希塩酸を用いて中和した後、薄めた塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、2～3 分間放置した後、更に酸性塩化スズ (II) 試液 5 mL を加え、室温で 10 分間放置する。次に水を加えて 40 mL とし、ヒ素分析用亜鉛 2 g を加え、直ちに B 及び C を連結したゴム栓 H を発生瓶 A に付ける。C の細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液 5 mL を入れた吸引管 D の底に達するように入れておく。次に発生瓶 A は 25℃ の水中に肩まで浸し、1 時間放置する。吸引管をはずし、必要ならばピリジンを加えて 5 mL とし、吸収液の色を観察する。この色は標準色より濃くない。

標準色の調製 発生瓶 A にヒ素標準液 2 mL を正確に加え、更に薄めた塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加えて 2～3 分間放置した後、酸性塩化スズ (II) 試液 5 mL を加え、室温で 10 分間放置する。以下前記と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする。この色は三酸化二ヒ素 (As_2O_3) 2 μ g に対応する。

注意：試験に用いる器具、試薬及び試液はヒ素を含まないか、又はほとんど含まないものを用い、必要ならば空試験を行う。

1.12 メタノール試験法

メタノール試験法は、エタノール中に混在するメタノールを試験する方法である。

試液

(1) メタノール標準液 メタノール 1.0 g に水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノール不含エタノール (95) 2.5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする。

(2) A 液 リン酸 75 mL に水を加えて 500 mL とし、これに過マンガン酸カリウム 15 g を加えて溶かす。

(3) B 液 硫酸を等容量の水に注意して加え、冷後、その 500 mL にシュウ酸二水和物 25 g を加えて溶かす。

操作法

試料 1 mL を正確に量る。これに水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びメタノール標準液 5 mL ずつをそれぞれ別の試験管に正確に量り、両試験管に A 液 2 mL を加え、15 分間放置した後、B 液 2 mL を加えて脱色し、更にフクシン亜硫酸試液 5 mL を加えて混和し、30 分間常温で放置するとき、試料溶液の呈する色はメタノール標準液の呈する色より濃くない。

1.13 油脂試験法

油脂試験法は、脂肪、脂肪油、ろう、脂肪酸、高級アルコール又はこれらに類似した物質に適用する試験法である。

試料の調製

試料が固体の場合は、注意して融解し、必要ならば乾燥ろ紙を用いて温時ろ過する。試料が液体で混濁している場合は、約 50℃ に加温し、もし澄明にならないときは、乾燥ろ紙を用いて温時ろ過し、いずれの場合も混和し均等とする。

融点

融点測定法第 2 法 (2.60) による。

脂肪酸の凝固点

(1) 脂肪酸の製法 水酸化カリウム 25 g をグリセリン 100 g に溶かした液 75 g を 1 L のビーカーに入れ、150℃ に加熱する。これに試料 50 g を加え、しばしばかき混ぜながら約 15 分間加熱し、完全にけん化する。この間、温度が 150℃ 以上にならないようにする。次に 100℃ に冷却し、熱湯 500 mL を加えて溶かし、薄めた硫酸 (1→4) 50 mL を徐々に加え、脂肪酸が澄明な層となって明らかに分離するまで、しばしばかき混ぜながら加熱する。脂肪酸を分取し、洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を呈しなくなるまで熱湯で洗った後、小ビーカーに移す。次に水分が分離して脂肪酸が澄明になるまで水浴上で加熱し、温時小ビーカーにろ過し、注意して 130℃ になるまで加熱し、水分を除く。

(2) 凝固点の測定 凝固点測定法 (2.42) による。

比重

(1) 常温で液体の試料

比重及び密度測定法 (2.56) による。

(2) 常温で固体の試料

別に規定するもののほか、20℃ で比重瓶に水を満たし、その質量を精密に量り、次に水を捨て乾燥し、比重瓶の質量を精密に量る。この比重瓶にその深さの約 3/4 まで融解した試料を入れ、これを試料の融解温度よりやや高い温度に 1 時間放置し、試料中に残存する空気を完全に追いだし、規定の温度に調節し、その質量を精密に量り、更に 20℃ で試料の上に水を満たした後、その質量を精密に量る。

その他の操作は比重及び密度測定法第 1 法 (2.56) による。

$$d = \frac{W_1 - W}{(W_2 - W) - (W_3 - W_1)}$$

W : 比重瓶の質量 (g)

W_1 : 比重瓶に試料を入れたときの質量 (g)

W_2 : 比重瓶に水を満たしたときの質量 (g)

W_3 : 比重瓶に試料と水を満たしたときの質量 (g)

酸 価

酸価とは、試料 1 g を中和するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

操作法 別に規定するもののほか、試料の酸価に応じて表 1.13-1 の試料採取量を 250 mL の共栓フラスコに精密に量り、溶媒としてジエチルエーテル/エタノール (95) 混液 (1 : 1 又は 2 : 1) を 100 mL 加え、必要ならば加温して溶かし、フェノールフタレイン試液数滴を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で 30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定 (2.50) する。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。使用する溶媒には、使用前にフェノールフタレイン試液を指示薬として、30 秒間持続する淡赤色を呈するまで、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液を加える。

$$\text{酸価} = \frac{0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量 (mL)} \times 5.611}{\text{試料の量 (g)}}$$

表 1.13-1

酸 価	試料採取量 (g)
5 未満	20
5 以上 15 未満	10
15 以上 30 未満	5
30 以上 100 未満	2.5
100 以上	1.0

けん化価

けん化価とは、試料 1 g 中のエステルのけん化及び遊離酸の中和に要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

操作法 別に規定するもののほか、試料 1 ~ 2 g を精密に量り、200 mL のフラスコに入れ、正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL を加え、これに小還流冷却器又は長さ 750 mm、直径 6 mm の空気冷却器を付け、水浴中でしばしば振り混ぜて 1 時間穏やかに加熱する。冷後、フェノールフタレイン試液 1 mL を加え、直ちに 0.5 mol/L 塩酸で過量の水酸化カリウムを滴定 (2.50) する。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。同様の方法で空試験を行う。

$$\text{けん化価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の量 (g)}}$$

a : 空試験における 0.5 mol/L 塩酸の消費量 (mL)

b : 試料を用いたときの 0.5 mol/L 塩酸の消費量 (mL)

エステル価

エステル価とは、試料 1 g 中のエステルをけん化するに要

する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

操作法 別に規定するもののほか、けん化価及び酸価を測定し、その差をエステル価とする。

水酸基価

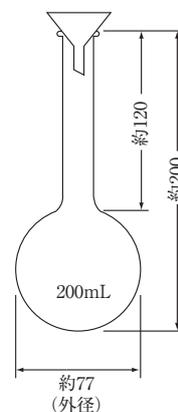
水酸基価とは、試料 1 g を次の条件でアセチル化するとき、水酸基と結合した酢酸を中和するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

操作法 試料約 1 g を精密に量り、内容約 200 mL の丸底フラスコ (図 1.13-1) に入れ、正確に無水酢酸・ピリジン試液 5 mL を加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、95 ~ 100 °C の油浴中に底部を約 1 cm 浸して加熱する。このときフラスコの首が浴の熱をうけて温度の上がるのを防ぐために、中に丸い穴をあけた厚紙の円盤をフラスコの首の付け根にかぶせる。1 時間後フラスコを油浴から取り出し、冷後、漏斗から水 1 mL を加えて振り動かし無水酢酸を分解する。再びフラスコを油浴中で 10 分間加熱する。冷後、漏斗及びフラスコの首部を中和エタノール 5 mL で洗い込み、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定 (2.50) する (指示薬: フェノールフタレイン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

$$\text{水酸基価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の量 (g)}} + \text{酸価}$$

a : 空試験における 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量 (mL)

b : 試料を用いたときの 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量 (mL)



数字は mm を示す

図 1.13-1 水酸基価測定用フラスコ

不けん化物

不けん化物とは、試料を次の方法で操作するとき、けん化されずジエチルエーテルに溶け、水に溶けない物質の量から、混入脂肪酸の量をオレイン酸に換算して差し引いたものをいい、医薬品各条にはその限度を % で示す。

操作法 試料約 5 g を精密に量り、250 mL のフラスコに入れ、水酸化カリウム・エタノール試液 50 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上でしばしば振り混ぜながら 1 時間穏やかに煮沸し、第 1 の分液漏斗に移す。フラスコは温水 100 mL で洗い、洗液は第 1 の分液漏斗に入れ、更に水 50 mL

を加えて室温になるまで放冷する。次にジエチルエーテル 100 mL でフラスコを洗い、洗液を第 1 の分液漏斗に加え、1 分間激しく振り混ぜて抽出した後、明らかに二層に分かれるまで放置する。水層を第 2 の分液漏斗に移し、ジエチルエーテル 50 mL を加え、同様に振り混ぜた後、放置し、水層は更に第 3 の分液漏斗に移し、ジエチルエーテル 50 mL を加え、再び同様に振り混ぜ抽出する。第 2 及び第 3 の分液漏斗中のジエチルエーテル抽出液は、第 1 の分液漏斗に移し、それぞれの分液漏斗は少量のジエチルエーテルで洗い、洗液は第 1 の分液漏斗に合わせる。第 1 の分液漏斗に水 30 mL ずつを加え、洗液がフェノールフタレイン試液 2 滴によって淡赤色を呈しなくなるまで洗う。ジエチルエーテル液は無水硫酸ナトリウム少量を加え、1 時間放置した後、乾燥ろ紙を用いて質量既知のフラスコにろ過する。第 1 の分液漏斗はジエチルエーテルでよく洗い、洗液は先のろ紙を用いてフラスコ中に合わせる。ろ液及び洗液を水浴上でほとんど留去した後、アセトン 3 mL を加え、再び水浴上で蒸発乾固し、70 ~ 80 °C で 30 分間減圧 (約 2.67 kPa) で乾燥した後、デシケーター (減圧, シリカゲル) に移して 30 分間放冷し、質量を精密に量る。フラスコにジエチルエーテル 2 mL と中和エタノール 10 mL を加えてよく振り混ぜ、抽出物を溶解した後、フェノールフタレイン試液数滴を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で 30 秒間持続する淡赤色を呈するまで混入脂肪酸を滴定 (2.50) する。

$$\text{不けん化物 (\%)} = \frac{a - (b \times 0.0282)}{\text{試料の量 (g)}} \times 100$$

a : 抽出物の質量 (g)

b : 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量 (mL)

ヨウ素価

ヨウ素価とは、次の条件で測定するとき、試料 100 g と結合するハロゲンの量をヨウ素 (I) に換算した g 数である。

操作法 別に規定するもののほか、試料のヨウ素価に応じて、表 1.13-2 の試料採取量を小ガラス容器に正確に量り、500 mL の共栓フラスコ中に容器と共に入れ、シクロヘキサン 20 mL を加えて溶かし、正確にウイス試液 25 mL を加え、よく混和する。密栓して遮光し、20 ~ 30 °C で 30 分間 (ヨウ素価が 100 以上のときは 1 時間) 時々振り混ぜて放置する。次にヨウ化カリウム溶液 (1 → 10) 20 mL 及び水 100 mL を加えて振り混ぜた後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

$$\text{ヨウ素価} = \frac{(a - b) \times 1.269}{\text{試料の量 (g)}}$$

a : 空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

b : 試料を用いたときの 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

表 1.13-2 試料採取量

ヨウ素価	試料採取量 (g)
30 未満	1.0
30 以上 50 未満	0.6
50 以上 100 未満	0.3
100 以上	0.2

1.14 硫酸塩試験法

硫酸塩試験法は、医薬品中に混在する硫酸塩の限度試験である。

医薬品各条には、硫酸塩 (SO₄) としての限度をパーセント (%) で () 内に付記する。

操作法

別に規定するもののほか、医薬品各条に規定する量の試料をネスラー管にとり、水適量に溶かし 40 mL とする。これに希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に医薬品各条で規定する量の 0.005 mol/L 硫酸をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。この場合、検液が澄明でないときは、両液を同条件でろ過する。

検液及び比較液に塩化バリウム試液 2 mL ずつを加えて混和し、10 分間放置した後、黒色の背景を用い、ネスラー管の上方又は側方から観察して混濁を比較する。

検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くない。

1.15 硫酸呈色物試験法

硫酸呈色物試験法は、医薬品中に含まれる微量の不純物で硫酸によって容易に着色する物質を試験する方法である。

操作法

あらかじめネスラー管を硫酸呈色物用硫酸でよく洗う。別に規定するもののほか、試料が固体的場合にはネスラー管に硫酸呈色物用硫酸 5 mL を入れ、試料を粉末とし、医薬品各条に規定する量を少量ずつ加え、ガラス棒でかき混ぜて完全に溶かす。試料が液体の場合には医薬品各条に規定する量を取り、ネスラー管に入れ、硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加えて振り混ぜる。この間、発熱し温度が上昇するものは冷却し、温度の影響のあるものは標準温度に保ち、15 分間放置した後、液を白色の背景を用い、ネスラー管に入れた医薬品各条に規定する色の比較液と側方から観察して比色する。

2. 物理的試験法

クロマトグラフィー

2.01 液体クロマトグラフィー

液体クロマトグラフィーは、適当な固定相を用いて作られたカラムに試料混合物を注入し、移動相として液体を用い、固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、液体試料又は溶液にできる試料に適用でき、物質の確認、純度の試験又は定量などに用いる。

与えられたカラムに注入された混合物は各成分に固有の比率 k で、移動相と固定相に分布する。

$$k = \frac{\text{固定相に存在する量}}{\text{移動相に存在する量}}$$

この比率 k は、液体クロマトグラフィーでは質量分布比 k' などと呼ばれる。この比率 k と移動相のカラム通過時間 t_0 ($k = 0$ の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間) 及び保持時間 t_R (測定試料の注入時からピークの頂点までの時間) との間には次の関係があるので、同一条件では、保持時間は物質に固有の値となる。

$$t_R = (1 + k) t_0$$

装置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入装置、カラム、検出器及び記録装置からなり、必要に応じて移動相組成制御装置、カラム恒温槽、反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽などを用いる。ポンプは、カラム及び連結チューブなどの中に移動相及び反応試薬を一定流量で送ることができるものである。試料導入装置は、一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである。カラムは、一定の大きさにそろえた液体クロマトグラフィー用充てん剤を内面が平滑で不活性な金属などの管に均一に充てんしたものである。なお、充てん剤の代わりに固定相を管壁に保持させたものを用いることができる。検出器は、試料の移動相とは異なる性質を検出するもので、紫外又は可視吸光度計、蛍光光度計、示差屈折計、電気化学検出器、化学発光検出器、電気伝導度検出器及び質量分析計などがあり、通例、数 μg 以下の試料に対して濃度に比例した信号を出すものである。記録装置は、検出器により得られる信号の強さを記録するものである。必要に応じて記録装置としてデータ処理装置を用いてクロマトグラム、保持時間、又は成分定量値などを記録あるいは出力させることができる。移動相組成制御装置は、段階的制御(ステップワイズ方式)と濃度勾配制御(グラジエント方式)があり、移動相組成を制御できるものである。

操作法

装置をあらかじめ調整した後、医薬品各条に規定する操作条件の検出器、カラム、移動相を用い、移動相を規定の流量で流し、カラムを規定の温度で平衡にした後、医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を試料導入装置を用いて試料導入部より注入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置を用いてクロマトグラムとして記録させる。分析される成分が検出器で検出されるのに適した吸収、蛍光などの物性を持

たない場合には、適当な誘導体化を行い検出する。誘導体化は、通例、プレラベル法又はポストラベル法による。

確認及び純度の試験

確認は、試料の被検成分と標準被検成分の保持時間が一致すること、又は試料に標準被検成分を添加しても試料の被検成分のピークの形状が崩れないことにより試験を行う。

純度は、通例、試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法、又は面積百分率法により試験を行う。別に規定するもののほか、試料の異性体比は面積百分率法により求める。

面積百分率法は、クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める。ただし、正確な組成比を得るためには混在物の主成分に対する感度比に基づくピーク面積の補正を行う。

定量

(1) 内標準法 内標準法においては、一般に、被検成分になるべく近い保持時間を持ち、いずれのピークとも完全に分離する安定な物質を内標準物質として選ぶ。医薬品各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検試料を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する。この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量、又は内標準物質質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に医薬品各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、検量線を用いて被検成分量を求める。

医薬品各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、医薬品各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。通例、標準溶液の規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、その相対標準偏差(変動係数)を求めて再現性を確かめる。

(2) 絶対検量線法 標準被検試料を段階的にとり、標準溶液を調製し、この一定量ずつを正確に、再現性よく注入する。得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ、横軸に標準被検成分量をとる。検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に医薬品各条に規定する方法で試料溶液を調製する。次に検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し、検量線を用いて被検成分量を求める。

医薬品各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、医薬品各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。この方法は、注入操作など測定操作のすべてを厳密に一定の条件

に保って行う。通例、標準溶液の規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから、標準被検成分のピーク面積又はピーク高さを求め、その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる。

ピーク測定法

通例、次の方法を用いる。

(1) ピーク高さ測定法

(i) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線（基線）との交点から頂点までの長さを測定する。

(ii) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する。

(2) ピーク面積測定法

(i) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。

(ii) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク面積として測定する。

用語

試験の再現性 試験操作は医薬品各条の設定時とは異なる状況のもとで行われる。このために試験の再現性は、得られる結果が初期の試験方法の目的に適合していることを検証する方法として用いる。試験の再現性は、相対標準偏差 S_R (%) で規定する。

シンメトリー係数 クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すものでシンメトリー係数 S として次の式で定義する。

$$S = \frac{W_{0.05h}}{2f}$$

$W_{0.05h}$: ピークの基線からピーク高さの 1/20 の高さにおけるピーク幅。

f : $W_{0.05h}$ のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したときのピークの立ち上がり側の距離。

ただし、 $W_{0.05h}$, f は同じ単位を用いる。

相対標準偏差 通例、次の式により定義される相対標準偏差 S_R (%) で規定する。

$$S_R (\%) = \frac{100}{\bar{X}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

x_i : 測定値

\bar{X} : 測定値の平均値

n : 測定回数

ピークの完全分離 ピークが完全に分離するとは、分離度 1.5 以上を意味する。

分離係数 クロマトグラム上のピーク相互の保持時間の関係を示すもので分離係数 α として、次の式で定義される。分離係数 α は、二つの物質の分配の熱力学的な差違の指標で、基本的には、二つの物質の分配平衡係数の比又は二つの物質の質量分布比の比であるが、二つの物質の保持時間の比としてクロマトグラムから求める。

$$\alpha = \frac{t_{R2} - t_0}{t_{R1} - t_0}$$

t_{R1} , t_{R2} : 分離度測定に用いる二つの物質の保持時間。ただし、

$$t_{R1} < t_{R2}$$

t_0 : 移動相のカラム通過時間 ($k = 0$ の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間)

分離度 クロマトグラム上のピーク相互の保持時間とそれぞれのピーク幅との関係を示すもので分離度 R_s として、次の式で定義する。

$$R_s = 1.18 \times \frac{t_{R2} - t_{R1}}{W_{0.5h1} + W_{0.5h2}}$$

t_{R1} , t_{R2} : 分離度測定に用いる二つの物質の保持時間。ただし、

$$t_{R1} < t_{R2}$$

$W_{0.5h1}$, $W_{0.5h2}$: それぞれのピークの高さの midpoint におけるピーク幅。

ただし、 t_{R1} , t_{R2} , $W_{0.5h1}$, $W_{0.5h2}$ は同じ単位を用いる。

理論段数 カラム中における物質のバンドの広がり具合を示すもので、通例、次の式で定義する。

$$N = 5.54 \times \frac{t_R^2}{W_{0.5h}^2}$$

t_R : 物質の保持時間

$W_{0.5h}$: ピーク高さの midpoint におけるピーク幅。

ただし、 t_R , $W_{0.5h}$ は同じ単位を用いる。

注意：標準被検試料、内標準物質、試験に用いる試薬及び試液は測定妨げとなる物質を含まないものを用いる。

医薬品各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充てん剤の粒径、カラム温度、移動相の組成比、移動相の緩衝液組成、移動相の pH、移動相のイオン対形成剤濃度、移動相の塩濃度、切り替え回数、切り替え時間、グラジエントプログラム及びその流量、誘導体化試薬の組成及び流量、移動相の流量並びに反応時間及び化学反応槽温度は、規定された溶出順序、分離度、シンメトリー係数及び相対標準偏差が得られる範囲内で一部変更することができる。

2.02 ガスクロマトグラフィー

ガスクロマトグラフィーは、適当な固定相を用いて作られたカラムに、試料混合物を注入し、移動相として気体（キャリアーガス）を用い、固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、気体試料又は気化できる試料に適用でき、物質の確認、純度の試験又は定量などに用いる。

与えられたカラムに注入された混合物は各成分に固有の比率 k で、移動相と固定相に分布する。

$$k = \frac{\text{固定相に存在する量}}{\text{移動相に存在する量}}$$

この比率 k と移動相のカラム通過時間 t_0 ($k = 0$ の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間) 及び保持時間 t_R (測定試料の注入時からピークの頂点までの時間) との間には次の関係があるので、同一条件では、保持時間は物質に固有の値となる。

$$t_R = (1 + k) t_0$$

装置

通例、キャリアーガス導入部及び流量制御装置、試料導入装置、カラム、カラム恒温槽、検出器及び記録装置からなり、必要ならば燃焼ガス、助燃ガス及び付加ガスなどの導入装置並びに流量制御装置、ヘッドスペース用試料導入装置などを用いる。キャリアーガス導入部及び流量制御装置は、キャリアーガスを一定流量でカラムに送るもので、通例、調圧弁、流量調節弁及び圧力計などで構成される。試料導入装置は、一定量の試料を正確に再現性よくキャリアーガス流路中に導入するための装置で、充てんカラム用とキャピラリーカラム用がある。なお、キャピラリーカラム用試料導入装置には、分割導入方式と非分割導入方式の装置がある。通例、カラムは、充てんカラム及びキャピラリーカラムの二種類に分けられる。充てんカラムは、一定の大きさにそえたガスクロマトグラフィー用充てん剤を不活性な金属、ガラス又は合成樹脂などの管に均一に充てんしたものである。なお、充てんカラムのうち、内径が 1 mm 以下のものは、充てんキャピラリーカラム (マイクロパックドカラム) ともいう。キャピラリーカラムは、不活性な金属、ガラス、石英又は合成樹脂などの管の内面にガスクロマトグラフィー用の固定相を保持させた中空構造のものである。カラム恒温槽は、必要な長さのカラムを取容できる容積があり、カラム温度を一定の温度に保つための温度制御機構を持つものである。検出器は、カラムで分離された成分を検出するもので、アルカリ熱イオン化検出器、炎光光度検出器、質量分析計、水素炎イオン化検出器、電子捕獲検出器、熱伝導度検出器などがある。記録装置は検出器により得られる信号の強さを記録するものである。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。装置をあらかじめ調整した後、医薬品各条に規定する操作条件の検出器、カラム及びキャリアーガスを用い、キャリアーガスを一定流量で流し、カラムを規定の温度で平衡にした後、医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を試料導入装置を用いて系内に注入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置を用いてクロマトグラムとして記録させる。

確認及び純度の試験

確認は、試料の被検成分と標準被検成分の保持時間が一致すること又は試料に標準被検成分を添加しても、試料の被検成分のピークの形状が崩れないことにより試験を行う。

純度は、通例、試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法又は面積百分率法により試験を行う。別に規定するもののほか、試料の異性体比は面積百分率法により求める。

面積百分率法は、クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める。ただし、正確な組成比を得るためには、混在物の主成分に対する感度比に基づくピーク面積の補正を行う。

定量

通例、内標準法によるが、適当な内標準物質が得られない場合は絶対検量線法による。定量結果に対して被検成分以外の成分の影響が無視できない場合は標準添加法による。

(1) 内標準法 内標準法においては、一般に、被検成分になるべく近い保持時間を持ち、いずれのピークとも完全に分離する安定な物質を内標準物質として選ぶ。医薬品各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検試料を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する。この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量、又は内標準物質質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に医薬品各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、検量線を用いて被検成分量を求める。

医薬品各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、医薬品各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件でガスクロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。通例、標準溶液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、その相対標準偏差 (変動係数) を求めて再現性を確かめる。

(2) 絶対検量線法 標準被検試料を段階的にとり、標準溶液を調製し、この一定量ずつを正確に再現性よく注入する。得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ、横軸に標準被検成分量ととり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に医薬品各条に規定する方法で試料溶液を調製する。次に検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し、検量線を用いて被検成分量を求める。

医薬品各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、医薬品各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件でガスクロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。この方法は全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う。通例、標準溶液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積又はピーク高さを求め、その相対標準偏差 (変動係数) を求めて再現性を確かめる。

(3) 標準添加法 試料の溶液から 4 個以上の一定量の液を正確にとる。このうちの 1 個を除き、採取した液に被検成分の標準溶液を被検成分の濃度が段階的に異なるように正確に加える。これらの液及び先に除いた 1 個の液をそれぞれ正確に一定量に希釈し、それぞれ試料溶液とする。この液の一定量ずつを正確に再現性よく注入して得られたクロマトグラムから、それぞれのピーク面積を求める。それぞれの試料溶液に加えられた被検成分の濃度を算出し、横軸に標準溶

液の添加による被検成分の増加量、縦軸にピーク面積をとり、グラフにそれぞれの値をプロットし、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から被検成分量を求める。通例、標準溶液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積を求め、その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる。なお、本法は、絶対検量線法で被検成分の検量線を作成するとき、検量線が、原点を通る直線であるときに適用できる。また、全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う。

ピーク測定法

通例、次の方法を用いる。

(1) ピーク高さ測定法

(i) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線（基線）との交点から頂点までの長さを測定する。

(ii) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する。

(2) ピーク面積測定法

(i) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。

(ii) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク面積として測定する。

用語

液体クロマトグラフィー (2.01) の用語の定義を準用する。

注意：標準被検試料、内標準物質、試験に用いる試薬及び試液は測定妨げとなる物質を含まないものを用いる。

医薬品各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充てん剤の粒径、固定相の濃度、カラム温度、キャリアーガスの流量は、規定された流出順序、分離度、シンメトリー係数及び相対標準偏差が得られる範囲内で一部変更することができる。また、ヘッドスペース用試料導入装置及びその操作条件は、規定の方法以上の真度及び精度が得られる範囲内で変更することができる。

2.03 薄層クロマトグラフィー

薄層クロマトグラフィーは、適当な固定相で作られた薄層を用い、混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認又は純度の試験などに用いる。

薄層板の調製

通例、次の方法による。

50 mm × 200 mm 又は 200 mm × 200 mm の平滑で均一な厚さのガラス板を用い、その片面に、医薬品各条に規定する固定相固体の粉末を水で懸濁した液を適当な器具を用いて 0.2 ~ 0.3 mm の均一の厚さに塗布する。風乾後、105 ~ 120 °C の間の一定温度で 30 ~ 60 分間加熱、乾燥して調製し、薄層板とする。ガラス板の代わりに適当なプラスチック板を使うことができる。薄層板は湿気を避けて保存する。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

薄層板の下端から約 20 mm の高さの位置を原線とし、左右両側から少なくとも 10 mm 離し、原線上に医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を、マイクロピペットなど

を用いて約 10 mm 以上の適当な間隔で直径 2 ~ 6 mm の円形状にスポットし、風乾する。次に別に規定するもののほか、あらかじめ展開用容器の内壁に沿ってろ紙を巻き、ろ紙を展開溶媒で潤し、更に展開溶媒を約 10 mm の深さに入れ、展開用容器を密閉し、常温で約 1 時間放置し、これに先の薄層板を器壁に触れないように入れ、容器を密閉し、常温で展開を行う。

展開溶媒の先端が原線から医薬品各条に規定する距離まで上昇したとき、薄層板を取り出し、直ちに溶媒の先端の位置に印を付け、風乾した後、医薬品各条に規定する方法によって、それぞれのスポットの位置及び色などを調べる。R_f 値は次の式によって求める。

$$R_f = \frac{\text{原線からスポットの中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$

分光学的測定法

2.21 核磁気共鳴スペクトル測定法

核磁気共鳴 (以下「NMR」という。) スペクトル測定法は、静磁場に置かれた物質の構成原子核がその核に特有の周波数のラジオ波に共鳴して低エネルギーの核スピン状態から高エネルギーの核スピン状態に遷移することに伴ってラジオ波を吸収する現象を利用したスペクトル測定法であり、測定対象とする核は主に ¹H, ¹³C, ¹⁵N, ¹⁹F, ³¹P などである。

原子核の核スピン I は、0, 1/2, 1, 3/2, …, $n/2$ (ただし、 n は整数) などの値 (¹H 及び ¹³C では $I = 1/2$) をとる。核を磁場の中に置くと、核モーメントは磁気量子数 m_I に従って $2I + 1$ (¹H, ¹³C などでは 2) 個の方向に配向する。配向したエネルギー準位間に遷移を起こさせるには次式の周波数 ν のラジオ波を与える必要がある。すなわち、磁気回転比 γ の核を外部磁場 H_0 の中に置いたとき

$$\nu = \gamma \cdot \frac{H_0}{2\pi}$$

γ : 磁気回転比

H_0 : 外部磁場

であるから、周波数 ν のラジオ波の照射によって共鳴条件が満たされ、その周波数のラジオ波の吸収 (NMR シグナル) が観測される。どのような環境の核に対しても吸収の係数 (遷移の確率) は一定であるので、得られた NMR シグナル強度は基本的に共鳴核の数に比例する。このような遷移によって高エネルギー準位に偏った核スピンは、一定時間後に再び熱平衡分布にもどる (緩和する) が、これに要する時間を緩和時間という。

分子を磁場の中に置くと分子内の電子が核を外部磁場から遮蔽する。分子内での核の環境が異なるとその遮蔽の度合も異なるので、それぞれの異なる環境の核の共鳴周波数も異なることになり、別々のシグナルとして観測される。このシグナルの位置は化学シフト δ として表現される。共鳴周波数は磁場に比例して変化するので、磁場によらない量として、化学シフト

を次式のとおり定義する。

$$\delta = \frac{\nu_S - \nu_R}{\nu_R} + \delta_R$$

ν_S : 試料核の共鳴周波数

ν_R : 基準核の共鳴周波数

δ_R : 基準核の化学シフト (0 でない場合)

化学シフトは、通例、基準物質 (基準核) のシグナルの位置を 0 とした ppm 単位で表すが、基準物質のシグナル位置が 0 とできない場合は、その基準物質のあらかじめ定められている化学シフトを用いて補正する。

分子内の各核における磁場は、周囲の電子の寄与 (核遮蔽) だけでなく分子中の他の核磁石 (核スピンを持っている核は、それ自身が一つの磁石である) の影響下にもあるので、核磁石間の化学結合によるカップリングによってシグナルは分裂する。この分裂の間隔をスピン-スピン結合定数 J という。 J はヘルツ (Hz) 単位で表す。 J は外部磁場の大きさに依存せず、分裂のパターンは相互作用する核の数が増すにつれ複雑になる。

NMR スペクトルからは基本的には化学シフト、スピン-スピン結合定数、シグナル面積強度 (H 核では数に比例するが、 ^{13}C 核などでは核オーバーハウザー効果 (NOE) 及び緩和などの影響を受ける)、緩和時間の 4 つのパラメータが得られ、これらを利用して物質の構造解析、確認又は定量を行うことができる。

構造解析のために、デカップリング、NOE、二次元 NMR などの種々の手法を用いることができる。

装置

NMR スペクトルの測定は次のいずれかの装置による。

(1) パルスフーリエ変換 NMR (FT-NMR) スペクトル測定装置

強力なラジオ周波数パルスで観測核を全周波数領域にわたって同時に励起する。パルスを切った後の FID (free induction decay, 自由誘導減衰) を観測し、強度の時間関数である FID をフーリエ変換により周波数関数に変換してスペクトルを得る (図 2.21-1)。FT-NMR では、観測周波数に応じたデータポイント数、パルス角、取り込み時間、遅延時間及び積算回数などを適切に設定する。

最近では、(2) に示す連続波 NMR スペクトル測定装置

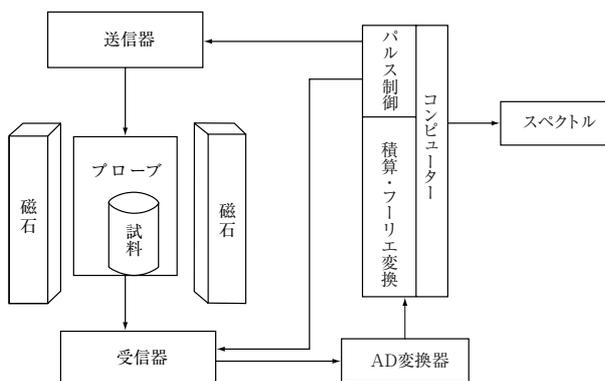


図 2.21-1 FT-NMR 装置

よりも、高感度及び高度な測定が可能である FT-NMR が通常使用される。

(2) 連続波 NMR (CW-NMR) スペクトル測定装置

CW 法は、磁場又はラジオ周波数を連続的に変化させて、観測核の化学シフトの範囲を掃引する (図 2.21-2)。

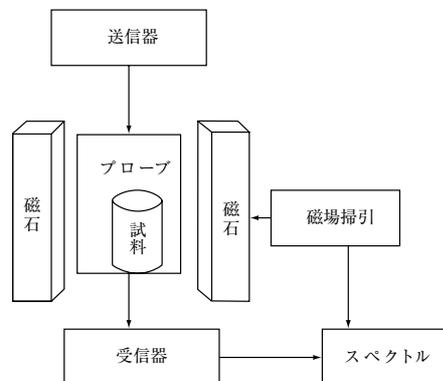


図 2.21-2 CW-NMR 装置

操作法

装置の感度及び分解能をエチルベンゼン、1,2-ジクロロベンゼン又はアセトアルデヒドの NMR 測定用重水素化溶媒溶液などを用いて至適条件に調整した後、通例、次の方法でスペクトルを測定する。

(1) 試料を溶媒に溶かし、少量の基準物質を加え、その溶液を NMR 試料管に注入する内部基準法、又は基準物質の溶液を封入した細管を試料溶液とともに NMR 試料管に入れる外部基準法のいずれかの方法で用意した試料管を NMR プローブに設置して測定する。試料溶液は完全に均一な溶液であることが望ましい。特に、固形の異物の混入があると良いスペクトルが得られない。測定溶媒としては、通例 NMR 測定用重水素化溶媒を用いる。溶媒の選択に当たっては、(i) 試料のシグナルと重なるシグナルを示さないこと、(ii) 試料をよく溶かすこと、(iii) 試料と反応しないことなどを考慮する必要がある。更に、溶媒の種類、溶液の濃度、重水素イオン濃度などにより化学シフトが変化することがあり、また、試料溶液の粘度が高い場合には分解能が低下するので注意する。

(2) 基準物質としては、NMR 測定用試薬を用いる。通例、 ^1H 、 ^{13}C いずれも測定溶媒として有機溶媒を用いた場合はテトラメチルシラン (TMS) を、重水を用いた場合は 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム (DSS) 又は 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム- d_4 (TSP) を用いる。その他の核では、 ^{15}N はニトロメタン、 ^{19}F はトリクロロフルオロメタン、 ^{31}P はリン酸などを用いる。また、基準物質を入れずに、重水素化溶媒中の残留プロトンや測定溶媒の ^{13}C の化学シフトを用いることもできる。

装置及び測定条件の記載

測定条件の違いによりスペクトルは異なるので、スペクトルの比較などを適切に行うために、測定に用いた装置名、装置の周波数、測定溶媒、測定温度、試料濃度、基準物質、測定手法などの測定条件を記載する。

確認方法

医薬品各条に規定する方法により試料溶液を調製し、操作法

の項に規定する方法により試験を行う。通例、 ^1H NMR の場合、次に示す方法により確認を行う。

(1) 化学シフト、多重度及び面積強度比による確認

確認しようとする物質の化学シフト、多重度、各シグナルの面積強度比が医薬品各条で定められている場合、規定されたすべてのシグナルの化学シフト、多重度及び各シグナルの面積強度比が適合するとき、試料と確認しようとする物質の同一性が確認される。

(2) 標準品による確認

同一測定条件での試料スペクトルと標準品スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一化学シフトのところに同様の多重度のシグナルを与え、同様の各シグナルの面積強度比を与え、試料と標準品の同一性が確認される。

^1H NMR 及び ^{13}C NMR の各種測定法

NMR 測定法には一次元 NMR 及び二次元 NMR 更には三次元以上の多次元 NMR があり、種々の目的に応じて使われている。

一次元 ^1H NMR では、カップリングの相関を帰属できるスピンドカップリング及び空間的に近接する ^1H 間の相関が観測され、立体配置や立体配座を解析できる NOE がある。

一次元 ^{13}C NMR では、スペクトルを単純化するとともに、NOE による感度向上を得ることができる広帯域デカップリング、観測核に直接結合している磁気モーメントの大きい ^1H からの分極移動を利用して感度を向上させる INEPT (分極移動による低感度核の感度増大法) 及び DEPT (分極移動による無歪感度増大法) が通常用いられ、1 級、2 級、3 級及び 4 級炭素の決定に利用できる。

二次元 NMR では、スピン結合又は NOE により相関している核間の相関ピークを一度の測定ですべて観測することが可能であり、同核種間、異核種間で多くの測定法がある。代表的な測定法を以下に示す。

COSY (相関分光法)、HOHAHA (Hartmann-Hahn 効果分光法) 又は TOCSY (全相関分光法) : スピン結合している ^1H 間の相関が得られ、分子内の水素の化学結合関係がわかる。

NOESY (二次元 NOE 及び化学交換分光法) : NOE 効果を二次元で測定し、空間的に近い距離にある水素原子間のおおよその距離が得られ、立体構造の知見を得ることができる。

INADEQUATE (天然存在比での二量子遷移分光法) : 天然存在比での ^{13}C - ^{13}C のスピン結合による二量子遷移によるので、感度が非常に悪いが、隣接した ^{13}C 核間の相関が得られ、炭素骨格を直接解析できる。

HMQC (異核種間多量子コヒーレンス分光法) : 直接スピン結合した ^1H と ^{13}C 間の相関を ^1H 検出で高感度に観測する測定法であり、分子内の水素と炭素の直接の化学結合がわかる。

HMBC (異核種間遠隔相関分光法) : 遠隔スピン結合している ^1H と ^{13}C 間の相関を ^1H 検出で高感度に観測でき、水素と炭素の化学結合関係がわかる。

その他に、J 分解二次元スペクトル、DQF-COSY (二量子フィルター相関分光法)、HSQC (異核種間一量子コヒーレンス分光法) 等数多くの手法があり、更に、高分子化合物では多次元 NMR も利用される。

2.22 蛍光光度法

蛍光光度法は、蛍光物質の溶液に特定波長域の励起光を照射するとき、放射される蛍光の強度を測定する方法である。この方法はリン光物質にも適用される。

蛍光強度 F は、希薄溶液では、溶液中の蛍光物質の濃度 c 及び層長 l に比例する。

$$F = kI_0\phi\epsilon cl$$

k : 比例定数

I_0 : 励起光の強さ

ϕ : 蛍光又はリン光の量子収率

$$\text{量子収率 } \phi = \frac{\text{発光した蛍光又はリン光量子の数}}{\text{吸収した励起光量子の数}}$$

ϵ : 励起光の波長におけるモル吸光係数

装 置

通例、蛍光分光光度計を用いる。

光源としてはキセノンランプ、レーザー、アルカリハライドランプなど励起光を安定に放射するものを用いる。蛍光測定には、通例、層長 1 cm × 1 cm の四面透明で無蛍光の石英製セルを用いる。

操 作 法

励起スペクトルは、蛍光分光光度計の蛍光波長を適切な波長に固定しておき、励起波長を変化させて試料溶液の蛍光強度を測定し、励起波長と蛍光強度との関係を示す曲線を描くことによって得られる。また、蛍光スペクトルは、適切な波長に固定した励起光を蛍光物質の希薄溶液に照射して得られる蛍光を、少しずつ異なった波長で測定し、波長と蛍光強度との関係を示す曲線を描くことによって得られる。必要ならば、装置の分光特性を加味したスペクトルの補正を行う。

蛍光強度は、通例、蛍光物質の励起及び蛍光スペクトルの極大波長付近において測定するが、蛍光強度はわずかな条件の変化に影響されるので比較となる標準の溶液を用いる。

別に規定するもののほか、医薬品各条に規定する方法で調製した標準溶液及び試料溶液並びに対照溶液につき、次の操作を行う。励起光及び蛍光波長を規定する測定波長に固定し、次にゼロ点を合わせた後、標準溶液を入れた石英セルを試料室の光路に置き、蛍光強度が 60 ~ 80 % 目盛りを示すように調整する。次に、試料溶液及び対照溶液の蛍光強度 (% 目盛り) を同じ条件で測定する。波長幅は、特に規定するもののほか適当に定める。

注意：蛍光強度は溶液の濃度、温度、pH、溶媒又は試薬の種類及びそれらの純度などによって影響されることが多い。

2.23 原子吸光光度法

原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき、基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試料中の被検元素量 (濃度) を測定する方法である。

装 置

通例、光源部、試料原子化部、分光部、測光部及び表示記録

部からなる。また、バックグラウンド補正部を備えたものもある。光源部には中空陰極ランプ又は放電ランプなどを用いる。試料原子化部はフレーム方式、電気加熱方式及び冷蒸気方式があり、冷蒸気方式は更に還元気化法、加熱気化法に分けられる。フレーム方式はバーナー及びガス流量調節器、電気加熱方式は電気加熱炉及び電源部、冷蒸気方式は還元気化器や加熱気化器などの水銀発生部及び吸収セルからなる。分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部にはディスプレイ、記録装置などがある。バックグラウンド補正部はバックグラウンドを補正するためのもので、方式には連続スペクトル光源方式、ゼーマン方式、非共鳴近接線方式、自己反転方式がある。

その他の特殊な装置として、水素化物発生装置及び加熱吸収セルがあり、セレンなどの分析に用いることができる。水素化物発生装置には、貯留式又は連続式があり、加熱吸収セルには、フレームによる加熱用又は電気炉による加熱用のものがある。

操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。

(1) フレーム方式 別に規定する光源ランプを装着し、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に別に規定する支燃性ガス及び可燃性ガスを用い、これらの混合ガスに点火してガス流量、圧力を調節し、溶媒をフレーム中に噴霧してゼロ合わせを行う。別に規定する方法で調製した試料溶液をフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

(2) 電気加熱方式 別に規定する光源ランプを装着し、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に別に規定する方法で調製した試料溶液の一定量を電気加熱炉（発熱体）に注入し、適当な流量のフローガスを流し、温度、時間、加熱モードを適当に設定して、乾燥、灰化、原子化を行い、その吸光度を測定する。

(3) 冷蒸気方式 低圧水銀ランプを装着し、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に還元気化法では、別に規定する方法で調製した試料溶液を密閉器にとり、適当な還元剤を加えて元素になるまで還元した後、気化させる。また、加熱気化法では試料を加熱して気化させる。これらの方法によって生じた原子蒸気の吸光度を測定する。

定量法

通例、次のいずれかの方法による。なお、定量に際しては、干渉及びバックグラウンドを考慮する必要がある。

(1) 検量線法 3種以上の濃度の異なる標準溶液を調製し、それぞれの標準溶液につき、その吸光度を測定し、得られた値から検量線を作成する。次に測定可能な濃度範囲に調製した試料溶液の吸光度を測定した後、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

(2) 標準添加法 同量の試料溶液 3個以上をとり、それぞれに被検元素が段階的に含まれるように標準溶液を添加し、更に溶媒を加えて一定容量とする。それぞれの溶液につき、吸光度を測定し、横軸に添加した標準被検元素量（濃度）、縦軸に吸光度をとり、グラフにそれぞれの値をプロットする。

プロットから得られた回帰線を延長し、横軸との交点と原点との距離から被検元素量（濃度）を求める。ただし、この方法は、(1)による検量線が原点を通る直線の場合にのみ適用できる。

(3) 内標準法 内標準元素の一定量に対し、標準被検元素の既知量をそれぞれ段階的に加え、標準溶液を調製する。それぞれの溶液につき、各元素の分析線波長で標準被検元素による吸光度及び内標準元素による吸光度を同一条件で測定し、標準被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求める。横軸に標準被検元素量（濃度）、縦軸に吸光度の比をとり、検量線を作成する。次に試料溶液の調製には、あらかじめ標準溶液の場合と同量の内標準元素を加える。次に検量線を作成したときと同一条件で得た被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求め、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

注意：試験に用いる試薬、試液及びガスは測定の妨げとならないものを用いる。

2.24 紫外可視吸光度測定法

紫外可視吸光度測定法は、通例、波長 200 nm から 800 nm までの範囲の光が、物質により吸収される度合いを測定し、物質の確認、純度の試験及び定量などを行う方法である。ただし、原子吸光度計を用いる方法は、別に規定する方法による。

単色光が、ある物質の溶液を通過するとき、透過光の強さ I の入射光の強さ I_0 に対する比率を透過度 t といい、これを百分率で表したものを透過率 T という。また透過度の逆数の常用対数を吸光度 A という。

$$t = \frac{I}{I_0} \quad T = \frac{I}{I_0} \times 100 = 100t \quad A = \log \frac{I_0}{I}$$

吸光度 A は溶液の濃度 c 及び層長 l に比例する。

$$A = kcl \quad (k \text{ は定数})$$

l を 1 cm、 c を吸光物質の濃度 1 mol/L の溶液に換算したときの吸光度をモル吸光係数 ϵ という。吸収極大波長におけるモル吸光係数は ϵ_{\max} で表す。

物質の溶液に光を通すとき、吸光度はその光の波長によって異なる。したがって、少しずつ波長の異なった光について吸光度を測定し、それらの吸光度と波長との関係を示す曲線を描くことにより、紫外可視吸収スペクトル（以下「吸収スペクトル」という）が得られる。この吸収スペクトルから、その物質の吸収極大波長 λ_{\max} 及び吸収極小波長 λ_{\min} を知ることができる。また、吸収スペクトルはその物質の化学構造によって定まる。したがって、特定の波長範囲の吸収スペクトルを測定して参照スペクトルあるいは標準品の吸収スペクトルと比較するか、吸収極大波長などを測定するか、又は特定の二つの波長における吸光度の比を測定することなどによって、物質の確認を行うことができる。更に吸収極大波長における一定濃度の溶液などの吸光度を測定し、一定濃度の標準溶液などの吸光度と比較することによって、定量を行うことができる。

装置及び調整法

測定装置として分光光度計又は光電光度計を用いる。

あらかじめ分光光度計又は光電光度計に添付されている操作方法により装置を調整した後、波長及び透過率が以下の試験に適合することを確認する。

波長は、波長校正用光学フィルターを用い、それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長付近における透過率を測定し、透過率が極小値を示す波長を読み取る試験を行うとき、その測定波長と基準値の波長のずれは ± 0.5 nm 以内で、測定を 3 回繰り返して行うとき、測定値はいずれも平均値 ± 0.2 nm 以内である。なお、低圧水銀ランプの 253.65 nm, 365.02 nm, 435.84 nm, 546.07 nm 又は重水素放電管の 486.00 nm, 656.10 nm の輝線を用いて試験を行うことができる。このときの測定波長と輝線の波長とのずれは ± 0.3 nm 以内で、測定を 3 回繰り返して行うとき、測定値はいずれも平均値 ± 0.2 nm 以内である。

透過率又は吸光度は、透過率校正用光学フィルターを用い、それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長における透過率を読み取る試験を行うとき、その測定透過率と基準透過率のずれは試験成績書に示された相対精度の上限値及び下限値にそれぞれ 1 % を加えた値以内で、測定を 3 回繰り返して行うとき、吸光度の測定値（あるいは透過率の測定値を吸光度に換算した値）は、吸光度が 0.500 以下のとき、いずれも平均値 ± 0.002 以内にあり、吸光度が 0.500 を超えるとき、いずれも平均値 ± 0.004 以内にある。なお、同一波長において透過率の異なる透過率校正用光学フィルターの複数枚を用い、透過率の直線性の確認を行うことが望ましい。

操作方法

あらかじめ装置及び調整法の項に規定する方法により調整した装置を用い、光源、検出器、装置の測定モード、測定波長又は測定波長範囲、スペクトル幅及び波長走査速度などを選択し、設定する。装置を作動させ一定時間放置し、装置が安定に作動することを確認する。次に、通例、試料光路にシャッターを入れて光を遮り、測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値がゼロ%になるように調整する。更にシャッターを除き、測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値が 100 %（又は吸光度がゼロ）になるように調整する。

対照液などを入れたセルを光路に入れる。通例、対照液などを入れたセルを試料光路及び対照光路に置き、透過率の指示値を 100 %（又は吸光度をゼロ）に調整する。

対照液には、別に規定するもののほか、試験に用いた溶媒を用いる。

次に測定しようとする溶液などを入れたセルを試料光路に入れ、目的とする測定波長における吸光度又は目的とする測定波長範囲における吸収スペクトルを測定する。

なお、紫外部の吸収測定には石英製、可視部の吸収測定にはガラス製又は石英製のセルを用い、別に規定するもののほか、層長は 1 cm とする。また紫外部の吸収測定に用いる溶媒の吸収については特に考慮し、測定の妨げにならないものを用いる。

比吸光度

日本薬局方では、 l を 1 cm, c を薬品の濃度 1 w/v% の溶液に換算したときの吸光度を比吸光度といい、 $E_{1cm}^{1\%}$ で表す。

$$E_{1cm}^{1\%} = \frac{A}{c \times l}$$

l : 層長 (cm)

A : 吸光度

c : 溶液の濃度 (w/v%)

医薬品各条に、例えば、 $E_{1cm}^{1\%}$ (241 nm) : 500 ~ 530 (乾燥後, 2 mg, メタノール, 200 mL) と規定するものは、本品を乾燥減量の項に規定する条件で乾燥し、その約 2 mg をマイクロ化学はかりを用いて精密に量り、メタノールに溶かして正確に 200 mL とし、この液につき、層長 1 cm で波長 241 nm における吸光度を操作法の項に規定する方法により測定するとき、 $E_{1cm}^{1\%}$ が 500 ~ 530 であることを示す。

確認試験

医薬品各条に規定する方法により試料溶液を調製し、操作法の項に規定する方法により試験を行う。試料溶液から得た吸光度又は吸収スペクトルを用い、通例、次に示す方法を単独又は組み合わせた方法により確認を行う。ただし、装置の器差により生じると推定されるスペクトルの微少な差は無視できるものとする。

(1) 参照スペクトルによる確認

試料から得られた吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波長のところに同様の強度の吸収を与えるとき、互いの同一性が確認される。なお、比較する波長範囲は、参照スペクトルに示される範囲とする。

参照スペクトル

紫外可視吸光度測定法による確認試験において、この参照スペクトルによる試験の方法が設定された医薬品各条品目について、比較の際の対象となる参照スペクトルが「参照紫外可視吸収スペクトル」の項に規定されている。

(2) 標準品による確認

試料から得られた吸収スペクトルと確認しようとする物質の標準品から得られた吸収スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波長のところに同様の強度の吸収を与えるとき、互いの同一性が確認される。なお、比較する波長範囲は、参照スペクトルに示される範囲とする。ただし、参照スペクトルが示されていないときは医薬品各条に規定する波長範囲で比較する。

(3) 吸収波長による確認

試料から得られた吸収スペクトルの吸収極大波長が確認しようとする物質の医薬品各条に規定される吸収極大波長範囲に含まれるかどうかを検討し、試料から得られた吸収極大波長が医薬品各条の規定に合致するとき、試料と医薬品各条医薬品の同一性が確認される。

(4) 特定の二つ以上の波長における吸光度の比による確認

試料から得られた吸収スペクトルの特定の二つ以上の波長における吸光度の比を求め、確認しようとする物質の医薬品各条に規定される吸光度の比の値と比較し、試料から得られた吸光度の比が医薬品各条の規定に合致するとき、試料と医薬品各条医薬品の同一性が確認される。

定 量

医薬品各条に規定する方法で対照液、試料溶液及び標準溶液

を調製し、操作法の項に規定する方法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液の吸光度を求め、両者の吸光度を比較することにより定量しようとする物質の量を求める。

2.25 赤外吸収スペクトル測定法

赤外吸収スペクトル測定法は、赤外線が試料を通過するとき吸収される割合を、各波数について測定する方法である。赤外吸収スペクトルは通例、横軸に波数を、縦軸に透過率又は吸光度をとったグラフで示される。吸収ピークの波数及び透過率（又は吸光度）はグラフ上で読み取ることができるほか、データ処理装置による算出値を用いることができる。赤外吸収スペクトルの吸収波数とその強度は、対象とする物質の化学構造によって定まることから、物質の確認又は定量のために用いることができる。

装置及び調整法

分散形赤外分光光度計又はフーリエ変換形赤外分光光度計を用いる。

あらかじめ分光光度計を調整した後、分解能、透過率の再現性及び波数の再現性が以下の試験に適合することを確認する。厚さ約 0.04 mm のポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定するとき、得られた吸収スペクトルの 2870 cm^{-1} 付近の極小と 2850 cm^{-1} 付近の極大における透過率 (%) の差は 18 % 以上である。また、 1589 cm^{-1} 付近の極小と 1583 cm^{-1} 付近の極大の透過率 (%) の差は 12 % 以上である。

波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数 (cm^{-1}) のうち、いくつかを用いて補正する。なお、() 内の数値はこれらの値の許容範囲を示す。

3060.0 (±1.5)	2849.5 (±1.5)	1942.9 (±1.5)
1601.2 (±1.0)	1583.0 (±1.0)	1154.5 (±1.0)
1028.3 (±1.0)		

ただし、分散形装置を用いる場合の許容範囲は、 $1601.2\pm 2.0\text{ cm}^{-1}$ 、 1028.3 cm^{-1} における吸収波数が $1601.2\pm 2.0\text{ cm}^{-1}$ 、 $1028.3\pm 2.0\text{ cm}^{-1}$ の範囲内にあることとする。

透過率及び波数の再現性は、ポリスチレン膜の $3000\sim 1000\text{ cm}^{-1}$ における数点の吸収を 2 回繰り返し測定するとき、透過率の差は 0.5 % 以内とし、波数の差は 3000 cm^{-1} 付近で 5 cm^{-1} 以内、 1000 cm^{-1} 付近で 1 cm^{-1} 以内とする。

試料の調製及び測定

試料は別に規定するもののほか、医薬品各条に「乾燥し」とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものをを用いる。試料は主な吸収帯の透過率が 5 ~ 80 % の範囲になるように次のいずれかの方法によって調製する。窓板は塩化ナトリウム、臭化カリウムなどを使用する。対照は、通例、複光束型の装置では補償光路側に置かれて試料と同時に測定され、単光束型の装置では試料と同一光路に置かれて別に測定される。対照のとり方は試料調製法により異なり、測定雰囲気バックグラウンド吸収が用いられることもある。

医薬品各条で特に規定されるもののほか、通例、試料の吸収スペクトルは波数 $4000\sim 400\text{ cm}^{-1}$ の範囲で測定する。なお、吸収スペクトルの測定は装置の分解能、波数目盛り及び波数精度の確認を行ったときと同一の操作条件の下で行う。

(1) 臭化カリウム錠剤法又は塩化カリウム錠剤法 固体試料 1 ~ 2 mg をめのう製乳鉢で粉末とし、これに赤外吸収スペクトル用臭化カリウム又は赤外吸収スペクトル用塩化カリウム 0.10 ~ 0.20 g を加え、湿気を吸わないように注意し、速やかによくすり混ぜた後、錠剤成型器に入れて加圧製錠する。通例、同様にして対照臭化カリウム錠剤又は対照塩化カリウム錠剤を製する。ただし、必要ならば、0.67 kPa 以下の減圧下に錠剤の単位面積 (cm^2) 当たり 50 ~ 100 kN (5000 ~ 10000 kg) の圧力を 5 ~ 8 分間加えて透明な錠剤を製する。

(2) 溶液法 医薬品各条に規定する方法で調製した試料溶液を液体用固定セルに注入し、通例、試料の調製に用いた溶媒を対照として測定する。なお、本法に用いる溶媒としては、試料との相互作用又は化学反応がなく、窓板を侵さないものを用いる。固定セルの厚さは、通例、0.1 mm 又は 0.5 mm とする。

(3) ペースト法 固体試料 5 ~ 10 mg をめのう製乳鉢で粉末とし、別に規定するもののほか、流動パラフィン 1 ~ 2 滴を加えてよく練り合わせ、試料ペーストを製する。調製した試料ペーストを一枚の窓板の中心部に薄く広げた後、空気が入らないように注意しながら別の窓板で挟んで測定する。

(4) 液膜法 液体試料 1 ~ 2 滴を 2 枚の窓板の間に挟み、測定する。液層を厚くする必要がある場合はアルミニウム箔などを 2 枚の窓板の間に挟み、その中に液体試料がたまるようにする。

(5) 薄膜法 試料を薄膜のまま、又は医薬品各条に規定する方法によって薄膜を調製した後、測定する。

(6) 気体試料測定法 試料を排気した 5 又は 10 cm の長さの光路を持つ気体セルに医薬品各条に規定する圧力で導入し、測定する。必要に応じて 1 m 以上の光路を持つ長光路セルを用いることもある。

(7) ATR 法 ATR (減衰全反射) プリズム面に試料を密着させ、その反射スペクトルを測定する。

(8) 拡散反射法 固体試料 1 ~ 3 mg をめのう製乳鉢で数十マイクロメートル (μm) 以下の微粉末とし、これに赤外吸収スペクトル用臭化カリウム又は赤外吸収スペクトル用塩化カリウム 0.05 ~ 0.10 g を加え、湿気を吸わないように注意し、速やかによくすり混ぜた後、試料皿に盛り、その反射スペクトルを測定する。

確認方法

試料の吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき、互いの同一性を確認することができる。また、確認しようとする物質の特性吸収波数が医薬品各条に規定されている場合、吸収の波数が一致していることにより、試料と確認しようとする物質の同一性を確認することができる。

(1) 標準品による確認

試料の吸収スペクトルと標準品の吸収スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき、試料と標準品の同一性が確認される。なお、固体試料の吸収スペクトルが標準品の吸収スペクトルと異なった場合の取り扱いが、医薬品各条に規定されているとき、試

料と標準品を同一の条件で処理した後、再測定を行う。

(2) 参照スペクトルによる確認

試料の吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき、試料と確認しようとする物質の同一性が確認される。なお、固体試料の吸収スペクトルが参照スペクトルと異なった場合の取り扱いが、医薬品各条に規定されているとき、規定された条件で試料を処理した後、再測定を行う。

(3) 吸収波数による確認

確認しようとする物質の特性吸収波数が医薬品各条に規定されている場合、試料による吸収が、規定されたすべての吸収波数で明確に認められるとき、試料と確認しようとする物質の同一性が確認される。

参照スペクトル

医薬品各条において赤外吸収スペクトル測定法による確認試験が規定される各品目につき、通例、波数 $4000 \sim 400 \text{ cm}^{-1}$ における参照スペクトルを、「参照赤外吸収スペクトル」の項に掲げる。ただし、吸収波数による確認法が規定された品目を除く。

その他の物理的試験法

2.41 乾燥減量試験法

乾燥減量試験法は、試料を医薬品各条に規定する条件で乾燥し、その減量を測定する方法である。この方法は乾燥することによって失われる試料中の水分、結晶水の全部又は一部及び揮発性物質などの量を測定するために用いる。

医薬品各条に、例えば 1.0 % 以下 (1 g, 105°C , 4 時間) と規定するものは、本品約 1 g を精密に量り、 105°C で 4 時間乾燥するとき、その減量が本品 1 g につき 10 mg 以下であることを示し、また、0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間) と規定するものは、本品約 1 g を精密に量り、酸化リン (V) を乾燥剤としたデシケーターに入れ、4 時間減圧乾燥するとき、その減量が本品 1 g につき 5 mg 以下であることを示す。

操作法

はかり瓶をあらかじめ、医薬品各条に規定する方法に準じて 30 分間乾燥し、その質量を精密に量る。試料は医薬品各条に規定する量の $\pm 10\%$ の範囲内で採取し、はかり瓶に入れ、別に規定するもののほか、その層が 5 mm 以下になるように広げた後、その質量を精密に量り、これを乾燥器に入れ、医薬品各条に規定する条件で乾燥する。試料が大きいときは、手早く粉碎して径 2 mm 以下としたものを用いる。乾燥後、乾燥器から取り出し、質量を精密に量る。加熱して乾燥する場合は、加熱温度を医薬品各条に規定する温度の $\pm 2^\circ\text{C}$ の範囲とし、乾燥後、デシケーター (シリカゲル) で放冷する。

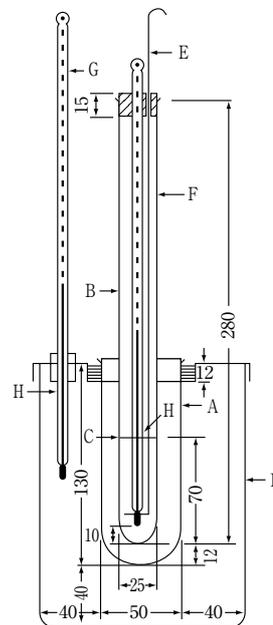
医薬品各条に規定する乾燥温度よりも低温で融解する試料は、融解温度より $5 \sim 10^\circ\text{C}$ 低い温度で、1 ~ 2 時間乾燥した後、医薬品各条に規定する条件で乾燥する。乾燥剤は医薬品各条に規定するものを用い、しばしば取り替える。

2.42 凝固点測定法

凝固点は、次の方法で測定する。

装置

図 2.42-1 に示すものを用いる。



数字は mm を示す

- A : ガラス製円筒 (内外の両壁に曇り止めのためシリコン油を塗る.)
- B : 試料容器 (硬質ガラス製試験管で、管の両壁に曇り止めのためシリコン油を塗る。ただし、試料に接する部分には塗らない。A 中にさし込み、コルク栓で固定する。)
- C : 標線
- D : ガラス製又はプラスチック製浴
- E : ガラス製又はステンレス製かき混ぜ棒 (径 3 mm, 下端を外径 18 mm の輪状にしたもの。)
- F : 浸線付温度計
- G : 浸線付温度計又は全没式温度計
- H : 浸線

図 2.42-1

操作法

試料を試料容器 B の標線 C まで入れる。試料が固体の場合には、予想した凝固点よりも 20°C 以上高くならないように注意して加温して溶かし、B に入れる。ガラス製又はプラスチック製浴 D に予想した凝固点よりも 5°C 低い温度の水をほぼ全満する。試料が常温で液体の場合には、D の水を予想した凝固点より $10 \sim 15^\circ\text{C}$ 低くする。

試料を B に入れ、A 中にさし込み、浸線付温度計 F の浸線 H を試料のメニスカスに合わせた後、試料の温度が予想した凝固点よりも 5°C 高い温度まで冷却されたとき、かき混ぜ棒 E を毎分 60 ~ 80 回の割合で上下に動かし、30 秒ごとに温度を読む。温度は徐々に下がるが、結晶を析出し始めて温度が一定になるか、又はやや上がり始めたとき、かき混ぜをやめる。通例、温度上昇の後にしばらく維持された最高温度 (F の示度) を読み取る。温度上昇の起こらない場合には、しばらく静止した温度を読み取る。連続 4 回以上の読み取り温度の範囲が 0.2°C 以内のとき、その平均値をとり、凝固点とする。注意：過冷の状態が予想されるときは、B の内壁をこするが、

温度が予想される凝固点に近づいたとき、固体試料の小片を投入して凝固を促進させる。

2.43 強熱減量試験法

強熱減量試験法は、試料を医薬品各条に規定する条件で強熱し、その減量を測定する方法である。この方法は、強熱することによって、その構成成分の一部又は混在物を失う無機薬品について用いる。

医薬品各条に、例えば 40.0 ~ 52.0 % (1 g, 450 ~ 550 °C, 3 時間) と規定するものは、本品約 1 g を精密に量り、450 ~ 550 °C で 3 時間強熱するとき、その減量が本品 1 g につき 400 ~ 520 mg であることを示す。

操作法

あらかじめ、白金製、石英製又は磁製のるつぼ又は皿を医薬品各条に規定する温度で恒量になるまで強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。

試料は医薬品各条に規定する量の $\pm 10\%$ の範囲内で採取し、前記の容器に入れ、その質量を精密に量る。これを医薬品各条に規定する条件で強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。放冷はデシケーター（シリカゲル）で行う。

2.44 強熱残分試験法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

◆強熱残分試験法は、試料を次の操作法によって硫酸の存在下において強熱するとき、揮発せずに残留する物質の量を測定する方法である。この試験法は、通例、有機物中に不純物として含まれる無機物の含量を知るために用いる。

医薬品各条に、例えば 0.1 % 以下 (1 g) と規定するものは、本品約 1 g を精密に量り、次の操作法によって強熱するとき、その残分が本品 1 g につき 1 mg 以下であることを示す。また、乾燥後とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥した後、試料を採取する。◆

操作法

あらかじめ、適切なるつぼ（例えば、シリカ製、白金製、石英製又は磁製）を $600 \pm 50^\circ\text{C}$ で 30 分間強熱し、デシケーター（シリカゲル又は他の適切な乾燥剤）中で放冷後、その質量を精密に量る。

医薬品各条に規定する量の試料を採取してこのるつぼに入れ、その質量を精密に量る。

次に、試料に硫酸少量、通例、1 mL を加えて潤し、なるべく低温で徐々に加熱して、試料を完全に炭化させる。いったん放冷した後、再び硫酸少量、通例、1 mL で潤して、白煙が生じなくなるまで徐々に加熱し、更に $600 \pm 50^\circ\text{C}$ で強熱して、残留物を灰化する。操作中は、炎をあげて燃焼しないように注意する。るつぼをデシケーター（シリカゲル又は他の適切な乾燥剤）中で放冷し、その質量を精密に量り、残分の百分率を計算する。

残分の百分率が各条に規定された限度値を超える場合には、

別に規定するもののほか、更に上記と同様の硫酸による湿潤、加熱及び 30 分間の強熱操作を繰り返し、前後の秤量差が 0.5 mg 以下になるか、又は残分の百分率が各条に規定する限度値以下になったときに試験を終了する。

2.45 屈折率測定法

屈折率測定法は、試料の空気に対する屈折率を測定する方法である。一般に、光が一つの媒質から他の媒質に進むとき、その境界面で進行方向を変える。この現象を屈折という。光が等方性の第 1 の媒質から第 2 の媒質に入るとき、入射角 i の正弦と屈折角 r の正弦との比は、入射角によらずに、この二つの媒質間では一定で、これを第 2 の媒質の第 1 の媒質に対する屈折率又は相対屈折率といい、 n で表す。

$$n = \frac{\sin i}{\sin r}$$

第 1 の媒質が特に真空である場合の屈折率を第 2 の媒質の絶対屈折率といい、 N で表す。

等方性の物質において、波長、温度及び圧力が一定のとき、その屈折率は物質に固有の定数である。したがって、物質の純度の試験又は均質な 2 物質の混合物の組成の決定などに用いられる。

通例、温度は、 20°C 、光線はナトリウムスペクトルの D 線を用い、 n_D^{20} で表す。

操作法

屈折率の測定には、通例、アッペ屈折計を用い、医薬品各条に規定する温度の $\pm 0.2^\circ\text{C}$ の範囲内で行う。アッペ屈折計では、白色光を用いて n_D を直接読むことができ、測定のできる n_D の範囲は 1.3 ~ 1.7、精密度は 0.0002 である。

2.46 残留溶媒試験法

残留溶媒試験法は、患者の安全のために「医薬品の残留溶媒ガイドライン」により勧告された残留溶媒の許容量を遵守するため、ガスクロマトグラフィーにより医薬品中に残留する有機溶媒の量を測定する方法である。

医薬品各条には、別に規定するもののほか、医薬品中に残留する有機溶媒の限度を ppm で示す。また規格値は、別に規定するもののほか「医薬品の残留溶媒ガイドライン」に示された許容量を超えてはならない。

装置、操作方法及び試験方法

試料溶液及び標準溶液を調製し、ガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。

ただし、医薬品各条に試料及び標準品（基準物質）の採取量、試料溶液及び標準溶液の調製方法及びガスクロマトグラフへの注入量、ヘッドスペース装置の操作条件、ガスクロマトグラフィーの試験条件及びシステム適合性並びに計算式など試験に必要な事項を規定する。

2.47 浸透圧測定法（オスモル濃度測定法）

浸透圧測定法は、試料のオスモル濃度を凝固点降下法を用いて測定する方法である。

ある溶液につき、溶媒は自由に通すが溶質は通さない半透膜を隔てて、純溶媒をおくとき、溶媒の一部はこの膜を透過して溶液内に浸透する。この溶媒の浸透によって半透膜の両側に生じる圧力差が、浸透圧 Π (Pa) と定義される。浸透圧は溶液中の分子及びイオンなど粒子の総濃度に依存する物理量であり、溶質の種類によらない。浸透圧、凝固点降下、沸点上昇など、溶質の種類によらず、分子及びイオンなど総粒子濃度に依存する性質を溶液の束一的性質という。

高分子溶液の浸透圧は、セルロース膜などの半透膜を介しての静水圧の変化から直接測定されるが、低分子溶液の浸透圧測定のために用いられる適当な半透膜はない。低分子溶液の浸透圧を直接に測定することはできないが、ある溶液中の分子及びイオンなどの総粒子濃度を知れば、その溶液が生理的条件下に置かれたとき、細胞膜を隔てての溶媒（水）の移動の方向と大きさを知ることができる。純溶媒に対する溶液の凝固点降下、沸点上昇、蒸気圧降下など、他の束一的性質は、温度又は圧力などの直接測定から容易に求められる。溶液のこれらの束一的性質は、浸透圧と同様に総粒子濃度に依存する量であり、これらの性質を利用して測定される総粒子濃度をオスモル濃度と定義する。オスモル濃度は、質量基準で表すとき質量オスモル濃度 (osmolality, mol/kg)、容量基準で表すとき、容量オスモル濃度 (osmolarity, mol/L) と定義されるが、実用的には容量オスモル濃度が用いられる。

別に規定するもののほか、オスモル濃度の測定には凝固点降下法を用いる。凝固点降下法は、溶媒に溶質を溶かした溶液の凝固点が低下する現象を利用し、得られた凝固点降下度 ΔT (°C) と質量オスモル濃度 m の間にある次式の関係を用いて、凝固点降下度から質量オスモル濃度 m を求める方法である。

$$\Delta T = K \cdot m$$

ここで K はモル凝固点降下定数であり、溶媒が水の場合 $1.86^\circ\text{C kg/mol}$ である。モル凝固点降下定数は、質量モル濃度で定義されるため、上式の関係からは質量オスモル濃度が得られることになるが、希薄濃度領域では数値的にこの値を容量オスモル濃度 c (mol/L) に等しいものとみなすことができる。本測定法では実用的な容量オスモル濃度を採用するものとし、その単位として Osm (osmol/L) を用いる。1 Osm は、溶液 1 L 中にアボガドロ数 ($6.022 \times 10^{23}/\text{mol}$) に等しい個数の粒子が存在する濃度を表し、1 Osm の 1000 分の 1 を 1 mOsm とする。

オスモル濃度は、通例、mOsm の単位を用いて示す。

装置

通例、水の凝固点（氷点）降下度の測定から、オスモル濃度を求める。浸透圧測定装置は、一定量の溶液を入れる試料セル、温度制御用の冷却装置と冷却槽及びサーミスター温度計からなる。

操作法

測定には、装置により定められた一定容量の試料溶液を用いる。

あらかじめ二点校正法により浸透圧（オスモル濃度）測定装

置の校正を行う。予想される試料のオスモル濃度を扶む、高低二種の装置校正用オスモル濃度標準液を用いて凝固点温度を測定し、装置の校正を行う。なお、測定する試料のオスモル濃度が 100 mOsm 以下の場合、二種のオスモル濃度標準液のうち一種は、水 (0 mOsm) を用いることができる。次に、試料セル及びサーミスターを装置指定の方法により清浄にした後、試料溶液について凝固点温度を測定し、凝固点降下度の濃度依存性より質量オスモル濃度を求め、これを容量オスモル濃度に読み替える。

なお、オスモル濃度が 1000 mOsm を超える場合、蒸留水を用いて試料を n 倍希釈し ($1 \rightarrow n$)、この液につき同様な測定を行うことができる。この場合、 n 倍希釈溶液を用いて測定され、希釈倍数を掛けて得られたみかけのオスモル濃度であることを明示する。なお、希釈測定を行う場合、生理食塩液のオスモル濃度に近くなるよう、希釈倍数を選択する。

また、凍結乾燥品など試料が固体の場合、指定された溶解液に溶かして試料溶液とする。

装置の適合性

測定しようとする試料溶液のオスモル濃度に近い濃度を有する標準液の一つを選び、6 回以上の繰り返し測定を行って、装置の適合性を試験するとき、試験の再現性は、2.0 % 以内であり、規定のオスモル濃度からのずれは、3.0 % 以内である。これに適合しないとき、再度、二点校正を行った後、装置の適合性試験を繰り返す。

装置校正用オスモル濃度標準液の調製

塩化ナトリウム（標準試薬）を $500 \sim 650^\circ\text{C}$ で $40 \sim 50$ 分間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷する。下表に示した各オスモル濃度標準液に対応する量の塩化ナトリウムを正確に量り、水 100 g を正確に加えて溶かし、各オスモル濃度標準液とする。

表 2.47-1 装置校正用オスモル濃度標準液

装置校正用オスモル濃度標準液	塩化ナトリウムの量
100 mOsm 標準液	0.309 g
200 mOsm 標準液	0.626 g
300 mOsm 標準液	0.946 g
400 mOsm 標準液	1.270 g
500 mOsm 標準液	1.593 g
700 mOsm 標準液	2.238 g
1000 mOsm 標準液	3.223 g

浸透圧比

本測定法では生理食塩液の与えるオスモル濃度に対する試料溶液のオスモル濃度の比を浸透圧比と定義し、等張性の尺度とする。生理食塩液 (0.900 g/100 mL) のオスモル濃度 c_s (mOsm) は、一定 (286 mOsm) であることから、試料溶液のオスモル濃度 c_T (mOsm) を測定すれば、次式より試料溶液の浸透圧比を計算することができる。

$$\text{浸透圧比} = \frac{c_T}{c_s}$$

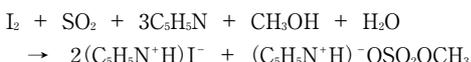
$$c_s : 286 \text{ mOsm}$$

なお、1000 mOsm を超える試料につき、希釈溶液を調製して、測定を行った場合には、希釈倍数を n 、測定されるオス

モル濃度を c'_T とするとき、溶質濃度に対するオスモル濃度の直線性を仮定して、 $n \cdot c'_T = c_T$ より、みかけの浸透圧比（オスモル比）を求める。ただし、希釈測定を行った場合、どのような希釈が行われたか、(1 → n) のように明示する必要がある。

2.48 水分測定法（カールフィッシャー法）

水分測定法は、メタノールなどの低級アルコール及びピリジンなどの有機塩基の存在で、水がヨウ素及び二酸化イオウと次の式に示すように定量的に反応することを利用して水分を測定する方法である。



測定法には、容量滴定法と電量滴定法がある。容量滴定法は、反応に必要なヨウ素を水分測定用試液中に溶解させ、試料中の水と反応して消費されたヨウ素の滴定量より、水分を測定する方法である。電量滴定法は、ヨウ化物イオンを混合した水分測定用試液を用い、電解によりヨウ素を発生させる。ヨウ素が定量的に水と反応することに基づき、電解に要した電流量より、水分を測定する方法である。



1. 容量滴定法

装置

通例、自動ビュレット、滴定フラスコ、かき混ぜ機及び定電圧分極電流滴定装置又は定電流分極電位差滴定装置からなる。

水分測定用試液は吸湿性が非常に強いので、装置は外部からの吸湿を防ぐようにする。防湿には、シリカゲル又は水分測定用塩化カルシウムなどを用いる。

試薬

(1) 水分測定用クロロホルム

クロロホルム 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約 8 時間放置し、更に約 16 時間静置後、澄明なクロロホルムを分取する。湿気を避けて保存する。本品 1 mL 中の水分は 0.1 mg 以下とする。

(2) 水分測定用メタノール

メタノール 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約 8 時間放置し、更に約 16 時間静置後、澄明なメタノールを分取する。湿気を避けて保存する。本品 1 mL 中の水分は 0.1 mg 以下とする。

(3) 水分測定用炭酸プロピレン

炭酸プロピレン 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約 8 時間放置し、更に約 16 時間静置した後、澄明な炭酸プロピレンを分取する。湿気を避けて保存する。本品 1 mL 中の水分は 0.3 mg 以下とする。

(4) 水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル
ジエチレングリコールモノエチルエーテル 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し、時々穏やかに

振り混ぜ、約 8 時間放置し、更に約 16 時間静置後、澄明なジエチレングリコールモノエチルエーテルを分取する。湿気を避けて保存する。本品 1 mL 中の水分は 0.3 mg 以下とする。

(5) 水分測定用ピリジン

ピリジンに水酸化カリウム又は酸化バリウムを加え、密栓して数日間放置した後、そのまま湿気をさえぎって蒸留し、湿気を避けて保存する。本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする。

(6) 水分測定用イミダゾール

薄層クロマトグラフィー用イミダゾール。ただし、本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする。

(7) 水分測定用 2-メチルアミノピリジン

2-メチルアミノピリジンをそのまま湿気をさえぎって蒸留し、湿気を避けて保存する。本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする。

試液及び標準液の調製法

(1) 水分測定用試液

調製 (i), (ii) 又は (iii) のいずれかの方法により調製する。

(i) 調製法 1

ヨウ素 63 g を水分測定用ピリジン 100 mL に溶かし、水冷し、乾燥二酸化イオウを通じ、その増量が 32 g に達したとき、水分測定用クロロホルム又は水分測定用メタノールを加えて 500 mL とし、24 時間以上放置した後用いる。

(ii) 調製法 2

水分測定用イミダゾール 102 g を水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル 350 mL に溶かし、水冷し、液温を 25 ~ 30°C に保ちながら、乾燥二酸化イオウを通じ、その増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 50 g を加えて溶かし、24 時間以上放置した後用いる。

(iii) 調製法 3

水分測定用炭酸プロピレン 220 mL に乾燥二酸化イオウを通じ、その増量が 32 g に達したとき、水分測定用 2-メチルアミノピリジン 81 g を水分測定用炭酸プロピレン又は水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル 180 mL に溶かして水冷した液に加え、更にヨウ素 36 g を加えて溶かし、24 時間以上放置した後用いる。

これらの試液は日時の経過とともに変化するので用時標定する。遮光して湿気を避け、冷所に保存する。

標定 操作法に従い、水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとる。これにあらかじめ水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく。次に水約 30 mg を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する。水分測定用試液の 1 mL に対応する水 (H₂O) のミリグラム数 f (mg/mL) を次の式によって求める。

f (mg/mL)

$$= \frac{\text{水 (H}_2\text{O) の採取量 (mg)}}{\text{水 (H}_2\text{O) の滴定に要した水分測定用試液の量 (mL)}}$$

(2) 水・メタノール標準液

調製 水分測定用メタノール 500 mL を 1000 mL の乾

燥フラスコにとり、水 2.0 mL を加え、水分測定用メタノールを加えて 1000 mL とする。

この標準液の標定は、水分測定用試液の標定に続いて行う。遮光して湿気を避け、冷所に保存する。

標定 操作法に従い、水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとり、これにあらかじめ水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく。次に水分測定用試液 10 mL を正確に加え、調製した水・メタノール標準液で終点まで滴定する。水・メタノール標準液 1 mL 中の水 (H₂O) のミリグラム数 f' (mg/mL) を次の式によって求める。

$$f' \text{ (mg/mL)} = \frac{f \text{ (mg/mL)} \times 10 \text{ (mL)}}{\text{滴定に要した水・メタノール標準液の量 (mL)}}$$

操作法

水分測定用試液による滴定は湿気を避けて行い、原則として、これを標定したときの温度と同一の温度で行う。被滴定液中に一对の白金電極又は双白金電極を浸し、可変抵抗器を適当に調節して電極間に微小電圧を加え、水分測定用試液を滴加するとき変化する電流 (μ A) を測定し（定電圧分極電流滴定法）、滴定の進むにつれて回路中の電流が大きく変化し、数秒で再び元の位置に戻る。滴定の終点に達すると、この電流の変化が一定時間持続する（通例、30 秒間以上）。この状態になったときを滴定の終点とする。又は電極間に微小電流を流しておき、水分測定用試液を滴加するとき、変化する電位差 (mV) を測定し（定電流分極電位差滴定法）、滴定の進むにつれて回路中の電圧計の値が数百ミリボルトの分極状態から急に減少し、消極状態となり、数秒で再び元の位置に戻る。滴定の終点に達すると、消極状態が一定時間持続する（通例、30 秒間以上）。この状態になったときを滴定の終点とする。ただし、逆滴定により定電圧分極電流滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に存在する間は電流計の針が振り切れ、終点に達すると急に元の位置に戻る。定電流分極電位差滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に存在する間は電圧計の値が元の位置にあり、終点に達すると一定の電圧がかかる。

水分測定用試液による滴定は、別に規定するもののほか、次のいずれの方法によってもよい。終点は、通例、逆滴定を行う場合の方が明瞭に判別できる。

(1) 直接滴定

別に規定するもののほか、次の方法による。

水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとり、水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく。次に水分 5 ~ 30 mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する。試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし、水分 5 ~ 30 mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、湿気を避けて 5 ~ 30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定を行う。別に、試料が溶剤に溶けないとき、又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、窒素をキャリアーとして試料中の水分を滴定フラスコに導入することができる。

なお、滴定は湿度の低い雰囲気下で行う必要があるが、滴

定に長時間を要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は、試料を測定したときと同様の操作により空試験を行い、補正する。

水 (H₂O) %

$$= \frac{\text{試料の滴定に要した水分測定用試液の量 (mL)} \times f \text{ (mg/mL)}}{\text{試料の質量 (mg)}} \times 100$$

(2) 逆滴定

別に規定するもののほか、次の方法による。

水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとり、水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく。次に水分 5 ~ 30 mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の一定量を加え、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら水・メタノール標準液で終点まで滴定する。試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし、その質量を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の一定量を加え、湿気を避けて 5 ~ 30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定する。

水 (H₂O) %

$$= \frac{\left[\begin{array}{l} \text{水分測定} \\ \text{用試液の} \\ \text{量 (mL)} \end{array} \right] \times f' \text{ (mg/mL)} - \left[\begin{array}{l} \text{滴定に要} \\ \text{した水・} \\ \text{メタノール} \\ \text{標準液} \\ \text{の量 (mL)} \end{array} \right] \times f \text{ (mg/mL)}}{\text{試料の質量 (mg)}} \times 100$$

2. 電量滴定法

装置

通例、ヨウ素発生用電解槽を備えた滴定フラスコ、かき混ぜ機及び定電流分極電位差滴定装置からなる。ヨウ素発生用装置は、隔膜で隔てられた陽極及び陰極より構成され、陽極は水分測定用陽極液（発生液）中に、陰極は水分測定用陰極液（対極液）中に浸される。通例、両極とも白金網が用いられる。

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は吸湿性が非常に強いので、装置は外部からの吸湿を防ぐようにする。防湿には、シリカゲル又は水分測定用塩化カルシウムなどを用いる。

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液の調製法

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は、一組の試薬として次に示す。

調製 (1)、(2) 又は (3) のいずれかの方法により調製する。

(1) 調製法 1

水分測定用陽極液 水分測定用イミダゾール 102 g を水分測定用メタノール 900 mL に溶かし、氷冷し、液温を 30 °C 以下に保ちながら、乾燥二酸化イオウを通じ、その増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 12 g を加えて溶かし、かき混ぜながら、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加し、水分測定用メタノールを加えて 1000 mL とする。

水分測定用陰極液 塩酸ジエタノールアミン 24 g を水分測定用メタノール 100 mL に溶かす。

(2) 調製法 2

水分測定用陽極液 1,3-ジ-(4-ピリジル)プロパン 40 g 及びジエタノールアミン 30 g を水分測定用メタノール約

200 mL に溶かし、乾燥二酸化イオウを増量が 25 g になるまで通じる。炭酸プロピレン 50 mL を加え、ヨウ素 6 g を溶かした後、水分測定用メタノールを加えて 500 mL とし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。

水分測定用陰極液 塩化コリン 30 g を水分測定用メタノールに溶かし 100 mL とする。

(3) 調製法 3

水分測定用陽極液 ジエタノールアミン 100 g を水分測定用メタノール又は水分測定用メタノール/水分測定用クロロホルム混液 (3:1) 900 mL に溶かし、冷却しながら、乾燥二酸化イオウを通じ、増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 20 g を加えて溶かし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。

水分測定用陰極液 塩化リチウム 25 g を水分測定用メタノール/ニトロメタン混液 (4:1) 1000 mL に溶かす。

操作法

滴定フラスコ中に水分測定用陽極液を入れた後、この液中に定電流分極電位差滴定装置の一对の白金電極又は双白金電極を浸す。別に、水分測定用陰極液を満したヨウ素発生用装置を水分測定用陽極液中に浸す。あらかじめ電解電流を流して、滴定フラスコ内を無水の状態にしておく。次に水分 0.2 ~ 5 mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら終点まで滴定する。試料が陽極液に溶けないときは、手早く粉末とし、水分 0.2 ~ 5 mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、湿気を避けて 5 ~ 30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定する。別に、試料が溶剤に溶けないとき、又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、窒素をキャリアーとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。

滴定開始より終点に至るまでのヨウ素の発生に要した電気量 (C) [電流 (A) × 時間 (秒)] を測定し、次の式より試料中の水分量 (%) を求める。

なお、滴定は湿度の低い雰囲気で行う必要があるが、滴定に長時間要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は、試料を測定したときと同様の操作により空試験を行い、補正する。

$$\text{水 (H}_2\text{O) \%} = \frac{\text{ヨウ素の発生に要した電気量 (C)}}{10.72 \times \text{試料の質量 (mg)}} \times 100$$

10.72: 水 (H₂O) 1 mg に対応する電気量 (C/mg)

2.49 旋光度測定法

旋光度測定法は、試料の旋光度を旋光計によって測定する方法である。

一般に光線の振動は、進行の方向に垂直に起こるが、通常の光線では、その振動方向は限定されない。しかし、一般に偏光といわれる平面偏光では、振動は進行方向を含む一平面内のみ起こり、このような光線は、偏光面を有するという。薬品又はその溶液には、偏光面を右又は左に回転させる性質を持つもの

がある。この性質を光学活性又は旋光性といい、物質の化学構造に関係がある。

旋光度は、光学活性物質又はその溶液が偏光面を回転する角度で、旋光計によって測定する。この値は測定管の層長に比例し、溶液の濃度、温度及び波長に關係する。旋光の性質は、偏光の進行方向に向き合って、偏光面を右に回転するものを右旋性、左に回転するものを左旋性とし、偏光面を回転する角度を示す数字の前に、それぞれ、記号 + 又は - をつけて示す。例えば、+20° は右に 20°、-20° は左に 20° 回転することを意味する。

旋光度 α'_t とは、特定の単色光 x (波長又は名称で記載する) を用い、温度 t °C で測定したときの旋光度を意味し、その測定は、通例、温度は 20 °C、層長は 100 mm、光線はナトリウムスペクトルの D 線で行う。

比旋光度 $[\alpha]_t^x$ は、次の式で表す。

$$[\alpha]_t^x = \frac{100 \alpha}{lc}$$

t : 測定時の温度

x : 用いたスペクトルの特定の単色光の波長又は名称 (D 線を用いたときは、D と記載する。)

α : 偏光面を回転した角度

l : 試料溶液の層、すなわち、測定に用いた測定管の長さ (mm)

c : 日本薬局方では、溶液 1 mL 中に存在する薬品の g 数である。液状薬品を溶液としないでそのまま用いたときは、その密度である。ただし、別に規定するものほか、この密度の代わりに、その比重を用いる。

医薬品各条で、例えば $[\alpha]_D^{20}$: -33.0 ~ -36.0° (乾燥後、1 g、水、20 mL、100 mm) とは、本品を乾燥減量の項に規定する条件で乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水に溶かし正確に 20 mL とし、この液につき、層長 100 mm で測定するとき、 $[\alpha]_D^{20}$ が -33.0 ~ -36.0° であることを示す。

2.50 滴定終点検出法

滴定とは、容量分析を行うために用いられる方法又はその操作をいい、被滴定液と滴定液 (容量分析用標準液) との間に生じる化学量論的な反応の種類又は現象の差異により、酸塩基滴定 (中和滴定又は pH 滴定)、沈殿滴定、錯滴定及び酸化還元滴定などがある。また、非水溶媒系で行われる滴定は一般に非水滴定と通称され、弱酸、弱塩基又はこれらの塩類の滴定にしばしば用いられる。反応の終点は、指示薬の色調の変化又は電氣的信号 (電位差又は電流) の変化により知ることができる。

指示薬法は、被滴定液中に溶解させた指示薬の色調が、当量点の近傍で劇的に変化する性質を利用して、滴定の終点を検出しようとする方法であり、通例、目視により行う。どのような指示薬を用い、どのような色調の変化をとらえて終点とするかは、医薬品各条において定めることとし、当量点の前後における pH など、被滴定液の液性 (物理化学的性質) のわずかな変化に鋭敏に反応して、その色調を変化させる指示薬を選択する必要がある。

電氣的終点検出法には電位差法と電流法があり、これらの検出法が用いられる滴定法をそれぞれ電位差滴定法、電流滴定法といい、両者を総称して電気滴定法という。電位差滴定法においては、通例、滴加量に対する起電力の変化が最大となる点をとらえ、滴定の終点を検出する。また、電流滴定法においては、別に規定するもののほか、定電圧分極電流滴定法が用いられ、滴定の進行に伴って変化する微小電流の変化をとらえ、滴定の終点を検出する。別に、化学反応の変化を電氣的に追跡する手段として、電氣量（電流×時間）が用いられることもあり、水分測定法（2.48）の電量滴定法として規定されている。

なお、滴定系の構成（試料採取量、溶解溶媒、容量分析用標準液、終点検出法、標準液 1 mL 当たりの被滴定物質の当量（mg））は、医薬品各条で規定される。容量分析用標準液の標定及び試料の滴定は、測定温度など同一条件の下で行うことが望ましい。両者の測定温度に著しい差がある場合、標準液の容量変化に対して適切な補正を行う必要がある。

指示薬法

医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定された量の試料を三角フラスコなど適切な容器に量り、規定量の溶媒を加えて溶かす。この液に規定された指示薬を加えて被滴定液とした後、ビュレットより容量分析用標準液を滴加して滴定を行う。終点の前後では 0.1 mL 又はそれ以下の容量の滴定液を注意深く加え、色調の変化を観察する。滴定の開始から、医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定された色調変化が観察されるまでに要した滴定量をビュレットの目盛りより読み取る。通例、ビュレットからの容量分析用標準液の滴加は手動により行うが、自動ビュレットを用いることもできる。

医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで、「同様の方法で空試験を行い、補正する」とは、通例、次の方法による。

医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定する容量の溶媒を量り、これを試料溶液として試験を行い、規定された色調変化を与える点までの容量分析用標準液の滴加量を求め、これを空試験の量とする。ただし、空試験値が非常に小さく、正確に求められないときには、空試験値=0 (mL) とみなすことができる。

電氣的終点検出法

1. 電位差滴定法

(1) 装置

試料を入れるビーカー、容量分析用標準液を滴加するビュレット、指示電極と参照電極、両電極間の電位差を測定する電位差計又は適当な pH 計、記録装置及びビーカー内の溶液を穏やかにかき混ぜることのできるかき混ぜ機よりなる。なお、滴定に必要とされる装置及び部品又はデータ処理装置などを組み入れた自動滴定装置を用いることもできる。

本滴定法では別に規定するもののほか、滴定の種類により表 2.50-1 に示す指示電極を用いる。また、参照電極としては、通例、銀-塩化銀電極を用いる。ただし、参照電極及び指示電極は複合型のものを用いることができる。

なお、pH を測定して電位差滴定法を行うときは、pH 計の調整は pH 測定法（2.54）による。

(2) 操作法

医薬品各条に規定する試料をビーカーに量り、規定する容量の溶媒を加えて溶かす。電極はあらかじめ使用する溶媒でよく洗い、滴定する溶媒中に浸して電位差 E (mV) 又は

表 2.50-1 滴定の種類と指示電極

滴定の種類	指示電極
酸塩基滴定（中和滴定、pH 滴定）	ガラス電極
沈殿滴定（硝酸銀によるハロゲンイオンの滴定）	銀電極。ただし、参照電極は銀-塩化銀電極を用い、参照電極と被滴定溶液との間に飽和硝酸カリウム溶液の塩橋を挿入する。
酸化還元滴定（ジアゾ滴定など）	白金電極
錯滴定（キレート滴定）	水銀-塩化水銀（II）電極
非水滴定（過塩素酸滴定、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド滴定）	ガラス電極

pH の指示を安定させた後、参照電極及び指示電極を滴定ビーカー内の試料溶液中に浸す。試料溶液を穏やかにかき混ぜながら容量分析用標準液（滴定液）で滴定する。ビュレットの先端は試料溶液中に浸し、終点の前後では 0.1 mL 又はそれ以下の容量の滴定液を滴加したときの電位差の変化を測定する。電位差をグラフの縦軸に、滴加量 V (mL) を横軸にプロットして滴定曲線を描き、 $\Delta E/\Delta V$ の極大又は極小となる点、又は当量点に相当する起電力又は pH を与える滴加量 V を求め、これを滴定の終点とする。

なお、電位差滴定法における空試験は、通例、次の方法による。医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定する容量の溶媒を量り、これを試料溶液として試験を行い、終点を与える点までの容量分析用標準液の滴加量を求め、これを空試験の量とする。ただし、空試験値が非常に小さく、正確に求められないときには、空試験値=0 (mL) とみなすことができる。

別に規定するもののほか、滴定の終点は、次のいずれかの方法により求める。

(i) 作図法

得られた滴定曲線に対し、通例、勾配約 45° の互いに平行な二つの接線を引く。次に、これらの互いに平行な 2 本の直線から等距離の位置に第 3 の平行線を引き、滴定曲線との交点を求め、この点より横軸に垂線を下ろしたときの滴加量を読み取り、滴定の終点とする。別に、微分曲線 ($\Delta E/\Delta V$ の滴加量による変化) を求め、その極大又は極小を与える点の滴加量より、滴定の終点を求めることもできる。

(ii) 自動検出法

自動滴定装置を用いて滴定を行う場合、それぞれの装置の指示に従って、自動的に終点を決定することができる。終点の決定は、電位差の変化率が最大になる点を検出し、これを終点とするか又は終点電位をあらかじめ設定しておき、指示電位差が終点電位に達したときの滴加量を滴定の終点とするか、いずれかの方法による。

2. 電流滴定法

(1) 装置

試料を入れるビーカー、容量分析用標準液を滴加するビュレット、指示電極として二つの小さな同形の白金板又は白金線、両電極間に微小直流電圧を加えるための加電圧装置、電極間を流れる指示電流を測定する電流計、記録装置及びビーカー内の溶液を穏やかにかき混ぜることのできるかき混ぜ機

よりなる。なお、滴定に必要とされる装置及び部品又はデータ処理装置などを組み入れた自動滴定装置を用いることもできる。

(2) 操作法

医薬品各条に規定する量の試料をビーカーに量り、規定する量の溶媒を加えて溶かした後、あらかじめ水でよく洗った2本の指示電極を試料溶液中に浸す。次に、加電圧装置を用いて測定に適した一定の電圧を電極間に加え、容量分析用標準液(滴定液)を用いて試料溶液を滴定する。ビュレットの先端を試料溶液中に浸し、終点の前後では0.1 mL又はそれ以下の容量の滴定液を注意深く加え、そのときの電流値の変化を測定する。電流値をグラフの縦軸に、滴加量(mL)を横軸にプロットして滴定曲線を描き、通例、滴定曲線の折れ曲がり点(折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点)を与える滴加量を滴定の終点とする。

別に規定するもののほか、滴定の終点は、次のいずれかの方法により求める。

(i) 作図法

通例、滴定曲線の折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点を求め、この点を与える滴加量を滴定の終点とする。

(ii) 自動検出法

自動滴定装置を用いて滴定を行う場合、それぞれの装置の指示に従って、自動的に終点を決定することができる。終点の決定は、終点電流をあらかじめ設定しておき、指示電流が設定電流値に達したときの滴加量を滴定の終点とする。

なお、指示薬法及び電気的終点検出法のいずれの終点検出法を用いる場合も、空気中の二酸化炭素又は酸素などの影響がある場合は、滴定ビーカーはふた付きのものを用い、窒素などの不活性ガス気流中で操作し、光によって変化する場合は直射日光を避け、遮光した容器を用いる。

2.51 導電率測定法

導電率測定法は、水溶液中での電流の流れやすさ(電気伝導性)を導電率計又は抵抗率計を用いて測定する方法であり、純度試験などに用いられる。本測定法は、医薬品各条で規定される導電率(電気伝導率)の試験に用いるほか、高純度の水を製造する際の水質監視用の試験法としても用いることができる。ただし、水質監視用に本測定法を用いる場合、その細部は本測定法に準じて利用者がそれぞれ定めることとする。

溶液の導電率(電気伝導率) κ ($\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$) は、抵抗率 ρ ($\Omega\cdot\text{m}$) の逆数により定義される量であり、液性導電体におけるイオン伝導性の強弱の指標となる。抵抗率は単位面積、単位長さ当たりの電気抵抗を意味し、抵抗率 ρ 、断面積 A (m^2)、長さ l (m) とするとき、抵抗 R (Ω) は、

$$R = \rho (l/A)$$

で表される。したがって、導電率 κ は、

$$\kappa = 1/\rho = (1/R) (l/A)$$

で表され、 l/A が既知であれば、抵抗 R 又はコンダクタンス

(電気伝導度) G ($= R^{-1}$) を測定することにより求めることができる。

国際単位系(SI)によれば、導電率の単位はジーメンズ毎メートル ($\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$) であるが、通例、溶液の導電率は $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ で、抵抗率は $\Omega\cdot\text{cm}$ で表される。

別に規定するもののほか、導電率又は抵抗率の表示は、20°Cを基準温度とする。

装置

導電率計又は抵抗率計は、指示部(操作部、表示部、記録部等)と検出部より構成され、検出部とは導電率測定用セルを意味する。導電率測定用セルには一対の白金電極が組み込まれており、二つの電極間に挟まれた液柱の電気抵抗又はコンダクタンスが測定される。この装置では、電極の分極による影響を避けるため交流電流が用いられる。また、通例、導電率の温度変化に対する温度補償機能が内蔵されている。

導電率の測定は、通例、浸漬形セルを用いて行う。セル内には平行に置かれた一対の白金電極があり、その表面は、通例、白金黒でコーティングされており、セル内の電極部分は、物理的衝撃を避けるためにガラス管で保護されている。

電極表面積 A (cm^2)、電極間距離 l (cm) とするとき、セル定数 C (cm^{-1}) は次式により与えられる。

$$C = \alpha \cdot (l/A)$$

ここで、 α はセルのデザインにより定まる無次元の数値係数である。

なお、浸漬形セルと別に、液液形セル又は配管挿入形セルがあるが、これらのセルは高純度の水を製造する際に、流路系の適当な位置に設置又は挿入され、連続的又は間欠的な水質監視を行うために用いられる。

塩化カリウム標準液

導電率測定用塩化カリウムを粉末とし、500 ~ 600°Cで4時間乾燥する。表2.51-1に記載した量の乾燥した導電率測定用塩化カリウムをとり、新たに煮沸して冷却した蒸留水又は精製水(導電率 $2 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下)に溶かして全量を1000.0 gとし、それぞれの塩化カリウム標準液を調製する。これらの液の20°Cにおける導電率及び抵抗率は、表2.51-1のとおりである。これらの塩化カリウム標準液は、ポリエチレン瓶又は硬質ガラス瓶に密栓して保存する。

表 2.51-1 塩化カリウム標準液の導電率及び抵抗率 (20°C)

濃度 (g/1000.0 g)	導電率 κ ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)	抵抗率 ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)
0.7455	1330	752
0.0746	133.0	7519
0.0149	26.6	37594

20°Cでの測定が行えない場合、表2.51-1中に示した塩化カリウム標準液の導電率を次式を用いて補正する。ただし、次式は $20 \pm 5^\circ\text{C}$ の温度範囲においてのみ有効である。

$$\kappa_T = \kappa_{20} [1 + 0.021 (T - 20)]$$

T : 医薬品各条で規定される測定温度

κ_T : $T^\circ\text{C}$ における塩化カリウム標準液の導電率

κ_{20} : 20°C における塩化カリウム標準液の導電率

操作法

(1) セル定数

導電率測定用セルは、予想される試料溶液の導電率に合わせて適切なものを選択する。予想される導電率が高いほど、電気抵抗 R が用いる装置の測定可能範囲に入るよう、大きなセル定数を持つセルを選択する必要がある。通例、 0.1 cm^{-1} 、 1 cm^{-1} 又は 10 cm^{-1} のオーダーのセル定数を持つセルが用いられる。

セル定数の決定又は確認に当たっては、予想される試料溶液の導電率に合わせて適切な塩化カリウム標準液を選択し、調製する。セルを蒸留水を用いて数回洗う。次に、セル定数の決定に用いようとする塩化カリウム標準液を用いて 2 ~ 3 回洗った後、測定容器中に入れた塩化カリウム標準液にセルを浸漬する。塩化カリウム標準液の温度が $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 又は医薬品各条に規定される温度に保たれていることを確認した後、この溶液の与える電気抵抗 R_{KCl} 又はコンダクタンス G_{KCl} を測定するとき、セル定数 C (cm^{-1}) は次式によって与えられる。

$$C = R_{\text{KCl}} \cdot \kappa_{\text{KCl}} \text{ 又は}$$

$$C = \kappa_{\text{KCl}} / G_{\text{KCl}}$$

R_{KCl} : 測定された電気抵抗 (mega Ω)

G_{KCl} : 測定されたコンダクタンス (μS)

κ_{KCl} : 用いた塩化カリウム標準液の導電率 ($\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$)

測定されたセル定数は、あらかじめ定められた値に 5 % 以内で一致しなければならない。一致しない場合、白金黒メッキの再生を行うか又はセルを交換する。

(2) 装置の適合性

予想される試料溶液の導電率に合わせて適切な塩化カリウム標準液を選択し、次のように装置の適合性試験を行う。導電率測定用セルを蒸留水を用いて数回洗浄し、次に選択した標準液を用いて 2 ~ 3 回洗浄を繰り返した後、測定容器中に標準液を満たす。測定系の温度が $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ の範囲にあることを確認した後、この標準液の導電率を測定する。この測定操作を数回繰り返すとき、その平均値は表 2.51-1 に掲げた数値に 5 % 以内で一致し、相対標準偏差は 2 % 以下でなければならない。

(3) 測定

装置の適合性を確認した後、試料溶液の導電率測定を行う。別に規定するもののほか、試料溶液の調製法は医薬品各条で規定する。蒸留水を用いて数回セルを洗浄し、次に、試料溶液を用いて 2 ~ 3 回洗浄を繰り返した後、測定容器に入れた試料溶液中にセルを浸漬し、必要ならば、ゆるやかにかき混ぜる。試料溶液の温度が $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 又は医薬品各条で規定された温度になっていることを確認した後、試料溶液のコンダクタンス G_T (μS) 又は電気抵抗 R_T (mega Ω) を測定し、次式よりセル定数 C を用いて導電率 κ_T を求める。

$$\kappa_T = CG_T \text{ 又は}$$

$$\kappa_T = C / R_T$$

なお、試料溶液の調製法、ブランク補正の必要性、計算方法、規格値、測定温度等は、必要に応じて医薬品各条で規定する。

2.52 熱分析法

熱分析法は、物質の温度を一定の温度プログラムに従って変化させながら、その物理的性質を温度又は時間の関数として測定する分析法の総称である。

種々の物理的性質のうち、結晶などの固相/液相転移（融解、凝固）又は多形転移などの相変化、熱分解又は化学反応などに伴う、発熱又は吸熱の熱的挙動を観測する方法を示差熱分析法 (DTA: Differential Thermal Analysis) 又は示差走査熱量測定法 (DSC: Differential Scanning Calorimetry) という。

DTA は、試料の熱的挙動を温度変化として検出する方法であり、DSC は、熱量 (エンタルピー) 変化として検出する方法である。一方、試料の温度変化に伴う、脱水、吸着又は脱離、酸化等による質量変化を観測する方法を熱質量測定法 (TG: Thermogravimetry) という。

なお、本法における 3 種の異なる測定法のうち、TG は、乾燥減量試験法 (2.41) 又は水分測定法 (2.48) の別法として用いることができる。ただし、水分測定法の別法として用いる場合、水以外に揮発性成分がないことを確認しておく必要がある。第 1 法 示差熱分析法 (DTA) 又は示差走査熱量測定法 (DSC) 装置

DTA 又は DSC 装置は、通例、加熱炉部、温度制御部、検出部、雰囲気調節部及び表示記録部から構成される。

示差熱分析法 (DTA) では、加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し、試料と基準物質との間に生じる温度差を熱電対などを用いて、時間又は温度に対して連続的に測定し、記録できるように装置が設計されている。基準物質としては、通例、熱分析用 α -アルミナが用いられる。

示差走査熱量測定法 (DSC) では、測定原理の異なる次の二つの方法がある。

1. 入力補償示差走査熱量測定 (入力補償 DSC)

加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し、試料と基準物質との間に生じる温度差を白金抵抗温度計などで検出し、その温度差をゼロに保つよう補償回路を作動させる。両者に加えられた単位時間当たりの熱エネルギーの入力差を時間又は温度に対して連続的に測定し、記録できるように装置が設計されている。

2. 熱流束示差走査熱量測定 (熱流束 DSC)

加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱し、試料と基準物質との間に生じる温度差を熱流束の差としてモニターし、DSC 信号として記録する。熱流束 DSC では、試料と熱源の間の熱流束が試料と熱源の温度差に比例するように熱伝導体が用いられている。また、基準物質と熱源の間についても同様である。

入力補償 DSC 及び熱流束 DSC のいずれの測定法においても、基準物質としては、通例、熱分析用 α -アルミナが用いられるが、単に空容器を基準とすることもある。

操作法

試料及び基準物質を試料容器に充てんした後、一定の温度制御プログラムに従って、加熱炉部を加熱又は冷却し、この温度変化の過程で試料と基準物質間に発生する温度差 (DTA) 又は熱量変化 (DSC) を連続的に測定し、記録する。なお、データ処理を含む装置の取扱いは、各装置で指示された方法及び手順どおりに行うものとする。

あらかじめ、融解又は多形転移など、予想される物理的変化がどのような温度範囲にあるかを知り、かつ予想外の熱的変化が起こっていないことを確認するために、広い温度範囲（室温～分解開始温度）を速い加熱速度（10～20℃/分）で走査して予備的実験を行い、測定温度範囲を定める。定められた温度範囲につき、緩やかな加熱速度、通例、約2℃/分で試験を行う。ただし、ガラス転移など微少な熱変化しか観測されないような場合、加熱速度を上げるなど、観察しようとする物理的変化に対応した加熱速度の設定が必要となることがある。得られたDTA曲線又はDSC曲線の発熱又は吸熱ピークを解析し、融解又は多形転移など、観察しようとする物理的変化に伴う熱量の変化量及び温度（開始温度、ピーク温度及び終了温度など）を求める。

装置の校正

1. 温度校正

DTA又はDSCにおける装置の温度校正は、高純度な金属又は有機物質の融点、あるいは無機塩類又は酸化物の結晶転移点などを用いて行う。通例、熱分析用インジウム、熱分析用スズの融点などが用いられる。

2. 熱量校正

試料の温度変化に伴う熱量の出入り（エンタルピー変化）を正しく評価するため、熱量標準物質を用いて装置を校正しておく必要がある。熱量標準物質としては、温度校正の場合と同様に、高純度の金属又は有機物の融解熱、あるいは無機塩類の結晶転移熱などを用いて、装置の熱量校正が行われる。通例、熱分析用インジウム、熱分析用スズの融解熱などが用いられる。

操作条件の記載事項

DTA又はDSC測定を行った場合、その測定条件に関し、次のことを記録しておく必要がある：試料量、試料容器の開放・密閉の区別、加熱又は冷却速度、測定温度範囲及び雰囲気ガスの種類と流量など。

第2法 熱質量測定法（TG）

装置

TG装置の構成は、基本的にDTA又はDSC装置と同様である。ただし、検出部は天秤であり、熱天秤と通称され、吊り下げ型、上皿型、水平型がある。熱天秤の所定の位置にセットされた試料を一定の温度制御プログラムに従って加熱しながら、質量の温度又は時間に対する変化を連続的に測定し、記録できるように装置が設計されている。

操作法

試料を試料容器に充てんし、熱天秤の所定の位置に設定した後、一定の温度制御プログラムに従って、加熱炉部を加熱し、この温度変化の過程での試料の質量変化を連続的に測定し、記録する。なお、データ処理を含む装置の取扱いは、各装置で指示された方法及び手順どおりに行うものとする。

乾燥減量試験法又は水分測定法の別法としてTGを用いる場合、測定は室温から開始し、乾燥又は水分の揮散による質量変化が終了するまでを測定温度範囲とする。加熱速度は、通例、5℃/分を標準的な速度とし、直線的に加熱するが、試料及び測定温度範囲の広さにより、適宜、変更することができる。また、測定中、試料から発生する水その他の揮発性成分を速やかに除去し、あるいは試料の酸化等による化学反応を防ぐため、通例、乾燥空気又は乾燥窒素を一定流量で加熱炉中に流す。得られたTG曲線の質量-温度又は質量-時間曲線を解析し、乾

燥に伴う質量変化の絶対値又は採取量に対する相対値（%）を求める。

酸化又は分解反応に伴う質量変化を求めようとする場合、反応の開始と終了後において安定した基線の得られる温度範囲を別途定め、以下、乾燥減量を測定する場合と同様に操作する。

装置の校正

1. 温度校正

TGにおける装置の温度校正は、熱分析用ニッケルなどのキューリー温度を用いて行う。

ただし、DSC又はDTAとの同時測定が可能なTGにおいては、第1法におけると同様な温度校正を行えば、別途、TG装置のための温度校正を行う必要はない。

2. 目盛り校正と確認

TGにおいては、測定しようとする質量の計量範囲につき、化学はかり用又はセミマイクロ化学はかり用分銅を用いて目盛り校正を行うものとし、これを第一次校正とする。この第一次校正は常温常圧下で行うものとし、装置の立ち上げ又は定期点検に際してこれを行うものとする。

試料の測定に際し、測定状態での雰囲気ガスによる浮力及び対流などの質量測定への影響を除くために、シュウ酸カルシウム一水和物標準品を用いて、目盛りの校正又は確認を行うものとし、これを第二次校正とする。第二次校正においては、下記に示す標準的なTG測定条件又は別途設定された測定条件下で、シュウ酸カルシウム一水和物標準品の水分を測定する。測定値と標準品の水分値（保証水分値）のずれが0.3%未満であるとき、装置の正常な作動が確認されたものとする。測定値と標準品の水分値のずれが0.3%以上あるとき、標準品の水分値に基づく目盛り校正を行うものとする。

標準的な測定条件は、次のとおりとする。

シュウ酸カルシウム一水和物標準品の量：0.01 g

加熱速度：5℃/分

測定温度範囲：室温～250℃

雰囲気ガス：乾燥窒素又は乾燥空気

雰囲気ガスの流量：吊り下げ型又は上皿型天秤では

40 mL/分

水平型天秤では 100 mL/分

操作条件の記載事項

TG測定を行った場合、その測定条件として、試料量、加熱速度、測定温度範囲、雰囲気ガスの種類と流量などを記録しておく必要がある。

2.53 粘度測定法

粘度測定法は、試料の粘度を粘度計によって測定する方法である。

液体が一定方向に運動し、その流れに垂直な方向に速度の差があるとき、その流れに平行な平面の両側に内部摩擦力が生じる。その性質を粘性という。流れに平行な平面の単位面積当たりの内部摩擦力をずり応力又はせん断応力といい、流れに垂直な方向の速度勾配をずり速度又はせん断速度という。ずり応力がずり速度に比例する液体をニュートン液体といい、その比例定数 η は一定温度においてその液体に固有の定数で、粘度という。その単位は、パスカル秒（Pa·s）を用いるが、通例、

ミリパスカル秒 (mPa·s) で示す。

また、ずり応力がずり速度に比例しない液体を非ニュートン液体といい、これらの液体の粘度はずり速度に応じてさまざまに変化することから、みかけの粘度という。この場合、ずり応力をこれに対応するずり速度で除した値がみかけの粘度であり、ずり速度とみかけの粘度の関係が得られれば、これら非ニュートン液体の流動特性を知ることができる。

粘度 η を同温度のその液体の密度で除した値を動粘度 ν といい、その単位として平方メートル毎秒 (m^2/s) を用いるが、通例、平方ミリメートル毎秒 (mm^2/s) で示す。

液体の粘度は、次に記載する方法のいずれかにより測定する。

第1法 毛細管粘度計法

この測定法は、ニュートン液体の粘度を測定する方法で、一定体積の液体が、毛細管を通して流下するのに要する時間 t (s) を測定し、次式によって動粘度 ν を算出する。

$$\nu = K t$$

粘度 η を求めるには、更にその温度における液体の密度 ρ (g/mL) を測定し、次式によって算出する。

$$\eta = \nu \rho = K t \rho$$

K (mm^2/s^2) は粘度計の定数で、粘度計校正用標準液を用いてあらかじめ定めておく。水の粘度に近い粘度を測定する粘度計では、標準液として水を用いる。水の動粘度は 20°C で $1.0038 \text{ mm}^2/\text{s}$ である。比較的高い粘度を測定する粘度計では、標準液として粘度計校正用標準液を用いる。

高分子物質を含む液体の粘度の濃度依存性を測定し、得られた直線の濃度を 0 に外挿することにより、高分子物質の極限粘度 $[\eta]$ (dL/g) を求めることができる。極限粘度は液体 (試料溶液) 中における高分子の拡がりの度合いを示すものであり、分子量の目安ともなる。極限粘度は、濃度 c (g/dL) の試料溶液の流下時間 t 及び溶媒の流下時間 t_0 の測定値から次式により算出する。

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\left(\frac{t}{t_0}\right) - 1}{c} \quad \text{又は} \quad [\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\ln \frac{t}{t_0}}{c}$$

ただし、 $\{(t/t_0) - 1\}/c$ の濃度依存性があまり大きくない場合、医薬品各条で規定された試料濃度について得られた $\{(t/t_0) - 1\}/c$ の値を極限粘度とすることができる。

次の装置及び操作法を用いて流下時間を測定する。

装置

$1 \sim 100000 \text{ mm}^2/\text{s}$ の液体の動粘度の測定には、図 2.53-1 に示すウベローデ型粘度計を用いる。毛細管の内径と測定に適する動粘度の範囲とのおよその関係を表 2.53-1 に示す。なお、この表に示した以外の粘度計を用いることができるが、その場合、毛細管の内径として、試料溶液の流下時間が $200 \sim 1000$ 秒になるような粘度計を選ぶ。

操作法

試料溶液を管 1 から静かに入れ、粘度計を垂直に静置したとき、試料溶液の液面が球 A の二つの標線の間にくるようにする。この粘度計を、医薬品各条に規定する温度 ($\pm 0.1^\circ\text{C}$) の恒温槽中に、球 C が水の中に没するまで入れ、垂直に保持し、試料溶液が規定の温度になるまで約 20 分間放置する。管

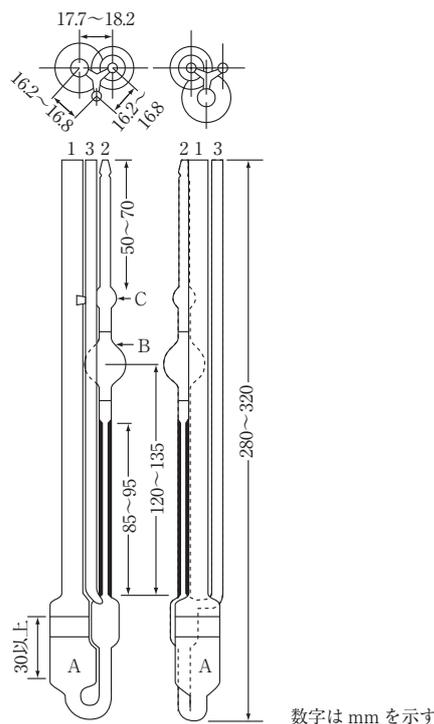


図 2.53-1 毛細管粘度計の概略図

表 2.53-1 ウベローデ型粘度計の規格

粘度計の概略 の定数 (K) (mm^2/s^2)	毛細管の内径 (mm) [許容差: $\pm 10\%$]	球 B の 容量 (mL) [許容差: $\pm 10\%$]	動粘度の測定範囲 (mm^2/s)
0.005	0.46	3.0	1 ~ 5
0.01	0.58	4.0	2 ~ 10
0.03	0.73	4.0	6 ~ 30
0.05	0.88	4.0	10 ~ 50
0.1	1.03	4.0	20 ~ 100
0.3	1.36	4.0	60 ~ 300
0.5	1.55	4.0	100 ~ 500
1.0	1.83	4.0	200 ~ 1000
3.0	2.43	4.0	600 ~ 3000
5.0	2.75	4.0	1000 ~ 5000
10.0	3.27	4.0	2000 ~ 10000
30.0	4.32	4.0	6000 ~ 30000
50.0	5.20	5.0	10000 ~ 50000
100	6.25	5.0	20000 ~ 100000

3 を指で閉じて空気の泡が管 2 中に入らないようにし、管 2 の上端から弱く吸引して液面を球 C の中心部まで引き上げた後、吸引をやめ、管 3 の管口を開き、直ちに管 2 の管口を閉じる。毛細管の最下端で液柱が切れていることを確認した後、管 2 の管口を開き、液面が球 B の上の標線から下の標線まで流下するのに要する時間 t (s) を測定する。

K の値は、あらかじめ、粘度計校正用標準液で同様な実験を行って定めておく。ただし、このときの温度は、医薬品各条で規定された温度に合わせる必要がある。

第2法 回転粘度計法

この測定法は、ニュートン液体あるいは非ニュートン液体に対して適用する方法であり、液体中を一定の角速度で回転するローターに作用する力（トルク）をバネのねじれ度で検出し、粘度に換算する原理等を応用した測定法である。

次の装置及び操作法を用いて粘度を測定する。

装置

粘度測定は次のいずれかの装置による。

(1) 共軸二重円筒形回転粘度計（クエット型粘度計）

共軸二重円筒形回転粘度計は、同一中心軸を持つ外筒及び内筒のすきまに液体を満たし、内筒又は外筒を回転させるとき、液体を介して円筒間に伝わるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である。

図 2.53-2a に示すように、内筒をねじり定数 k の針金で吊る。内筒及び外筒の半径をそれぞれ R_i , R_o とし、内筒が液体に浸る部分の長さを l とする。外筒中に液体を入れ、一定の角速度 ω で回転させるとき、液体の粘性のために内筒も回転を始めるが、針金にトルク T が生じるため、内筒は θ だけ回転して釣り合う。このとき $T = k\theta$ であり、 ω と θ との関係測定することにより、液体の粘度 η を次式によって算出する。内筒を回転させた場合にも、同様の式が成り立つ。

$$\eta = \frac{100 T}{4\pi l \omega} \left[\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_o^2} \right]$$

η : 液体の粘度 (mPa·s)

π : 円周率

l : 円筒（内筒）の長さ (cm)

ω : 角速度 (rad/s)

T : 円筒面に作用するトルク (10^{-7} N·m)

R_i : 内筒の外径の 1/2 (cm)

R_o : 外筒の内径の 1/2 (cm)

(2) 単一円筒形回転粘度計（ブルックフィールド型粘度計）

単一円筒形回転粘度計は、液体中の円筒を一定角速度で回転させたときのトルクを測定する粘度計である。装置の概略を図 2.53-2b に示す。あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて実験的に装置定数 K_B を定めることにより、液体の粘度 η を次式によって算出する。

$$\eta = K_B \frac{T}{\omega}$$

η : 液体の粘度 (mPa·s)

K_B : 装置定数 (rad/cm²)

ω : 角速度 (rad/s)

T : 円筒面に作用するトルク (10^{-7} N·m)

(3) 円すい - 平板形回転粘度計（コンプレート型粘度計）

円すい - 平板形回転粘度計は、同一回転軸を持つ円すい及び頂角の大きい円すいの隙間に液体を挟んで、一方を回転させ、他方の受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である。装置の概略は図 2.53-2c に示す。

円すいと平板の角度 α の隙間に液体を入れ、円すい又

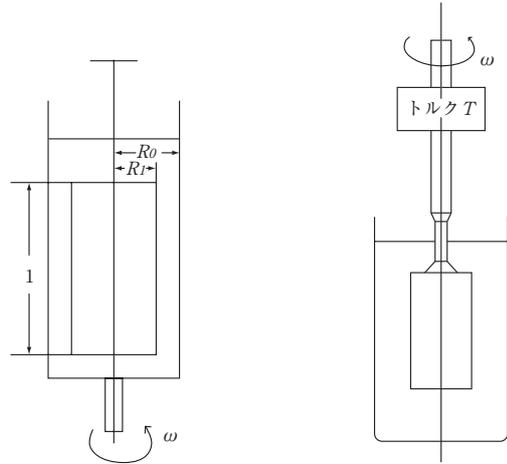


図 2.53-2a
共軸二重円筒形回転粘度計

図 2.53-2b
単一円筒形回転粘度計

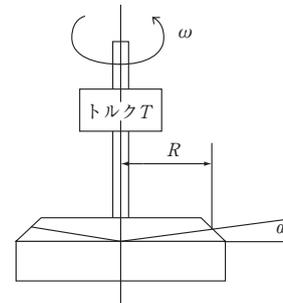


図 2.53-2c 円すい - 平板形回転粘度計

は平板を一定の角速度若しくは一定のトルクで回転させ、定常状態に達したときの円すい又は円すいが受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定することにより、液体の粘度 η を次式によって算出する。

$$\eta = \frac{3\alpha}{2\pi R^3} \cdot \frac{100T}{\omega}$$

η : 液体の粘度 (mPa·s)

π : 円周率

R : 円すいの半径 (cm)

α : 円すいと平板とがなす角度 (rad)

ω : 角速度 (rad/s)

T : 円すい又は円すい面に作用するトルク (10^{-7} N·m)

操作法

粘度計は、その回転軸が水平面に対し垂直になるように設置する。測定に必要な量の試料溶液を装置に充てんした後、医薬品各条に規定する温度になるまで放置する。粘度の測定精度を 1% 以内とする必要がある場合、測定系の温度制御は $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 以内に保つ必要がある。次に、試料溶液が、規定の温度にあることを確認した後、装置を動作させる。回転が定常状態に達し、回転数又はトルクに対応する粘度計の指示目盛が安定した後、指示値を読み取り、各々の装置に対応した計算式を用いて粘度 η を算出する。また、あらかじめ粘度計校正用標準液を用い

て測定を行い、装置定数の決定又は確認及び操作法の妥当性の確認を行う。

なお、非ニュートン液体の場合、一定の回転速度又は一定のトルクを負荷してみかけの粘度を得る操作を、回転速度又はトルクを変えながら繰り返し、これら一連の測定から試料溶液のずり速度とずり応力の関係（流動曲線）を得る。

粘度計の校正は、水及び粘度計校正用標準液を用いて行う。これらは、回転粘度計の装置定数を決定又は確認するために用いる。また、粘度計の定期的な校正に用い、規定された測定精度が確保されていることを確認する。

2.54 pH 測定法

pH は、水溶液中の水素イオン濃度の値に活動度係数を乗じた値、すなわち水素イオン活量の逆数の常用対数で定義され、実用的には、試料溶液中の水素イオン濃度の尺度として用いられる。

試料溶液の pH は、標準溶液の pH (pH_s) と関連づけて次の式で表され、ガラス電極を用いて pH 計により測定される。

$$pH = pH_s + \frac{E - E_s}{2.3026 RT/F}$$

pH_s : pH 標準液の pH

E : 試料溶液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力 (V) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | 試料溶液 | 参照電極

E_s : pH 標準液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力 (V) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | pH 標準液 | 参照電極

R : 気体定数

T : 熱力学的温度

F : ファラデー定数

式中の $2.3026 RT/F$ は、単位 pH 当たりの起電力 (V) の大きさを表し、表 2.54-1 に示すような温度依存性がある。

表 2.54-1 起電力の温度依存性

液温 (°C)	2.3026 RT/F (V)	液温 (°C)	2.3026 RT/F (V)
5	0.05519	35	0.06114
10	0.05618	40	0.06213
15	0.05717	45	0.06313
20	0.05817	50	0.06412
25	0.05916	55	0.06511
30	0.06015	60	0.06610

pH 標準液

pH 標準液は pH の基準として用いる。pH 標準液の調製に用いる水は、精製水を蒸留し、留液を 15 分以上煮沸した後、二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けて冷却する。表 2.54-2 に示す 6 種類の pH 標準液を定めるが、それぞれの pH 標準液は、規定された方法により調製する。

表 2.54-2 6 種の pH 標準液の pH の温度依存性

温度 (°C)	シュウ酸塩 pH 標準液	フタル酸塩 pH 標準液	リン酸塩 pH 標準液	ホウ酸塩 pH 標準液	pH 標準液 炭酸塩	水酸化カルシウム pH 標準液
0	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32	13.43
5	1.67	4.01	6.95	9.39	10.25	13.21
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18	13.00
15	1.67	4.00	6.90	9.27	10.12	12.81
20	1.68	4.00	6.88	9.22	10.07	12.63
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02	12.45
30	1.69	4.01	6.85	9.14	9.97	12.30
35	1.69	4.02	6.84	9.10	9.93	12.14
40	1.70	4.03	6.84	9.07		11.99
50	1.71	4.06	6.83	9.01		11.70
60	1.73	4.10	6.84	8.96		11.45

これらの pH 標準液は、硬質ガラス瓶又はポリエチレン瓶中に密閉して保存する。なお、塩基性の pH 標準液の保存には、二酸化炭素吸収管を付けての保存が有効である。また、長期間の保存によって pH 値が変化することがあるので、調製後長期にわたるものは新たに調製したものと比較して、pH 値が同一であることを確認してから使用する必要がある。

(1) シュウ酸塩 pH 標準液 pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物を粉末とし、デシケーター（シリカゲル）で乾燥した後、その 12.71 g (0.05 mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000 mL とする。

(2) フタル酸塩 pH 標準液 pH 測定用フタル酸水素カリウムを粉末とし、110°C で恒量になるまで乾燥し、その 10.21 g (0.05 mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000 mL とする。

(3) リン酸塩 pH 標準液 pH 測定用リン酸二水素カリウム及び pH 測定用リン酸水素二ナトリウムを粉末とし、110°C で恒量になるまで乾燥し、リン酸二水素カリウム 3.40 g (0.025 mol) 及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.55 g (0.025 mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000 mL とする。

(4) ホウ酸塩 pH 標準液 pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物をデシケーター（臭化ナトリウム飽和溶液）中に放置し、恒量とした後、その 3.81 g (0.01 mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000 mL とする。

(5) 炭酸塩 pH 標準液 pH 測定用炭酸水素ナトリウムをデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥したものの 2.10 g (0.025 mol) 及び pH 測定用炭酸ナトリウムを 300 ~ 500°C で恒量になるまで乾燥したものの 2.65 g (0.025 mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000 mL とする。

(6) 水酸化カルシウム pH 標準液 pH 測定用水酸化カルシウムを粉末とし、その 5 g をフラスコにとり、水 1000 mL を加え、よく振り混ぜ、23 ~ 27°C とし、十分に飽和した後、その温度で上澄液をろ過し、澄明なろ液（約 0.02 mol/L）を用いる。

これらの pH 標準液の各温度における pH 値を表 2.54-2

に示す。この表にない温度の pH 値は表の値から内挿法により求める。

装置

pH 計は、通例、ガラス電極及び参照電極からなる検出部、検出された起電力を増幅する増幅部及び測定結果を表示する指示部からなる。指示部には、ゼロ校正用つまみ及びスパン（感度）校正用つまみがある。その他、装置によっては温度補償用つまみなどを備えたものがある。

pH 計は、次の操作法に従い、任意の種類の pH 標準液の pH を毎回検出部を水でよく洗った後、5 回繰り返し測定するとき、指示値の再現性が ± 0.05 pH 単位以内のものを用いる。

操作法

ガラス電極は、あらかじめ水に数時間以上浸しておく。pH 計に電源を入れ、装置が安定したことを確認した後、使用する。検出部をよく水で洗い、付着した水はろ紙などで軽くふきとる。

pH 計の校正は、二種類の pH 標準液を用いて、通例、次のように行う。電極をリン酸塩 pH 標準液に浸し、ゼロ校正用つまみを用いて表に掲げた pH に一致させる。次に、予想される試料溶液の pH 値を挟むような pH 値をもつ pH 標準液を第二の標準液として、同様の条件でその pH を測定する。得られた pH が表に掲げた pH に一致しないとき、スパン校正用つまみを用いて、規定の pH に一致させる。二つの pH 標準液の pH が、調整操作なしに規定された pH に ± 0.05 pH 単位以内で一致するまで同様の操作を繰り返す。なお、温度補償用つまみがある装置を用いる場合、目盛値を pH 標準液の温度に合わせた後、校正を行う。

なお、自動化された装置において、以上の操作を自動的に行う機能を有している場合、二つの pH 標準液の pH が、規定された pH に ± 0.05 pH 単位以内で一致することを定期的に確認する必要がある。

装置の校正が終了した後、検出部をよく水で洗い、付着した水はろ紙などで軽くふきとる。検出部を試料溶液に浸し、安定な指示値を与えていることを確認した後、その値を読み取る。測定に当たり、必要ならば、試料溶液を緩やかにかき混ぜることができる。

なお、試料溶液の温度は、校正に用いた pH 標準液の温度と等しくさせる必要がある ($\pm 2^\circ\text{C}$ 以内)。また、試料溶液がアルカリ性であるとき、必要ならば、測定用の容器はふた付きのものを用い、窒素などの不活性ガス気流中で測定を行う。また、pH 11 以上で、アルカリ金属イオンを含む液は誤差が大きいの、アルカリ誤差の少ない電極を用い、更に必要な補正をする。

注意：pH 計の構造及び操作法の細部はそれぞれの pH 計によって異なる。

2.55 ビタミン A 定量法

ビタミン A 定量法は、「レチノール酢酸エステル」、「レチノールバルミチン酸エステル」、「ビタミン A 油」、「肝油」及びその他の製剤中のビタミン A を定量する方法である。第 1 法は、合成のエステル型ビタミン A の定量法として用いられるものであり、紫外可視吸光度測定法（第 1 法-1）又は液体クロマトグラフィー（第 1 法-2）が適用される。第 2 法は、通例、多数の幾何異性体を含む天然のビタミン A の定量法として用いられるものであり、アルカリ溶液中でけん化・抽出後、アルコール型ビタミン A として紫外可視吸光度測定法により測定する。

ビタミン A 1 単位（ビタミン A 1 国際単位と同じ）はアルコール型ビタミン A $0.300 \mu\text{g}$ に相当する。

操作法

操作は速やかに行い、光、空気、酸化剤、酸化触媒（例えば、銅、鉄）、酸類及び熱に曝すことを避ける。また、必要ならば、着色容器を用いることができる。

通例、合成のエステル型ビタミン A に対しては、第 1 法-1 又は第 1 法-2 を用いるが、天然のビタミン A 又は第 1 法-1 で測定できる条件に適合しないエステル型ビタミン A 等には第 2 法を用いる。

第 1 法-1

試料約 0.1 g を精密に量り、ビタミン A 定量用 2-プロパノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液につき、 1 mL 中にビタミン A $10 \sim 15$ 単位となるようにビタミン A 定量用 2-プロパノールを用いて正確に希釈して試料溶液とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行う。波長 $220 \sim 400 \text{ nm}$ の範囲で吸収スペクトルを測定し、吸収極大の波長を求める。また、波長 300 nm , 310 nm , 320 nm , 326 nm , 330 nm , 340 nm 及び 350 nm における吸光度を測定し、波長 326 nm の吸光度 (A_{326}) に対する各波長における吸光度 (A_{λ_i}) の比、 A_{λ_i}/A_{326} を求める。

吸収極大波長が $325 \sim 328 \text{ nm}$ の範囲にあり、各波長における吸光度の比 (A_{λ_i}/A_{326}) が、それぞれ表 2.55-1 に示した値の ± 0.030 の範囲内にあるとき、次式を用いて試料 1 g 中のビタミン A 単位を算出する。

$$1 \text{ g 中のビタミン A 単位数} = \frac{A_{326}}{W} \times \frac{V}{100} \times 1900$$

A_{326} ：波長 326 nm における吸光度

V ：調製した試料溶液の体積 (mL)

W ：試料溶液 $V \text{ mL}$ 中の試料量 (g)

1900：エステル型レチノールの比吸光度の国際単位への変換係数 (単位/ g)

なお、本法は合成のエステル型ビタミン A (レチノール酢酸エステル又はレチノールバルミチン酸エステル) を主成分とする原薬又は製剤の定量法として用いるが、吸収極大波長が $325 \sim 328 \text{ nm}$ の範囲にないとき、又はそれぞれのエステル型ビタミン A の吸光度比 (A_{λ_i}/A_{326}) が表 2.55-1 に示した値の ± 0.030 の範囲にないときには第 2 法を用いる。

表 2.55-1 レチノール酢酸エステル又はレチノールパルミチン酸エステルの吸光度比, A_{λ_i}/A_{326}

λ_i (nm)	A_{λ_i}/A_{326}	
	レチノール酢酸エステル	レチノールパルミチン酸エステル
300	0.578	0.590
310	0.815	0.825
320	0.948	0.950
330	0.972	0.981
340	0.786	0.795
350	0.523	0.527

第1法-2

適量の試料をとり、液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。

ただし、レチノール酢酸エステルの定量にはレチノール酢酸エステル標準品を、レチノールパルミチン酸エステルの定量にはレチノールパルミチン酸エステル標準品をそれぞれ用いる。また、本法による操作手順、試験条件及びシステム適合性は、分析対象となる試料の特性、共存物質の種類と量、いずれのエステル型ビタミン A を定量しようとするのか等に応じて、適切に設定する。

第2法

別に規定するもののほか、ビタミン A 500 単位以上に相当し、油脂 1 g 以下を含む試料を精密に量り、フラスコに入れ、無アルデヒドエタノール 30 mL 及びピロガロールのエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 1 mL を加える。次に水酸化カリウム溶液 (9 → 10) 3 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱し、けん化する。速やかに常温まで冷却し、水 30 mL を加え、分液漏斗 A に移し、フラスコは水 10 mL、次いでジエチルエーテル 40 mL で洗い、洗液を分液漏斗 A に入れ、よく振り混ぜて放置する。水層を分液漏斗 B に分取し、ジエチルエーテル 30 mL でフラスコを洗った後、洗液を分液漏斗 B に入れ、振り混ぜて抽出する。水層はフラスコに分取し、ジエチルエーテル層は分液漏斗 A に合わせ、分取した水層は分液漏斗 B に入れ、ジエチルエーテル 30 mL を加え、振り混ぜて抽出する。ジエチルエーテル層は分液漏斗 A に合わせる。これに水 10 mL を加え、静かに 2 ~ 3 回倒立した後、静置し、分離した水層を除く。更に水 50 mL ずつで 3 回洗い、回の進むにつれて次第に強く振る。更に洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 50 mL ずつで洗った後、10 分間放置する。水をできるだけ除き、ジエチルエーテル抽出液を三角フラスコに移し、ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い込む。次に無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜた後、傾斜してジエチルエーテル抽出液をナス型フラスコに移す。残った硫酸ナトリウムはジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回以上洗い、洗液をフラスコに合わせる。ジエチルエーテル抽出液を 45°C の水浴中で振り動かしながら、アスピレーターを用い、濃縮して約 1 mL とし、直ちにビタミン A 定量用 2-プロパノールを加えて溶かし、1 mL 中にビタミン A 6 ~ 10 単位となるように正確に薄め、試料溶液とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 310 nm, 325 nm 及び 334 nm における吸光度 A_{310} , A_{325} 及び A_{334} をそれぞれ測定する。

$$1 \text{ g 中のビタミン A 単位数} = \frac{A_{325}}{W} \times \frac{V}{100} \times f \times 1830$$

$$f = 6.815 - 2.555 \times \frac{A_{310}}{A_{325}} - 4.260 \times \frac{A_{334}}{A_{325}}$$

A_{325} : 波長 325 nm における吸光度

V : 調製した試料溶液の体積 (mL)

W : 試料溶液 V mL 中の試料量 (g)

f : 補正係数

1830: アルコール型レチノールの比吸光度の国際単位への変換係数 (単位/g)

2.56 比重及び密度測定法

密度 ρ (g/mL 又は g/cm³) とは物質の単位体積あたりの質量であり、比重 d とは、ある体積を有する物質の質量とそれと等体積の標準物質の質量との比であり、相対密度ともいう。

比重 d_t^t とは、試料と水 (H₂O) とのそれぞれの温度 t' °C 及び t °C における等体積の質量の比をいう。別に規定するもののほか、測定には第 1 法、第 2 法又は第 4 法を用い、数値に「約」を付記してあるときは第 3 法を用いてもよい。

第1法 比重瓶による測定法

比重瓶は、通例、内容 10 ~ 100 mL のガラス製容器で、温度計付きのすり合わせの栓と標線及びすり合わせのふたのある側管とがある。あらかじめ清浄にし、乾燥した比重瓶の質量 W を量る。次に栓及びふたを除き、試料を満たして規定温度 t' °C より 1 ~ 3°C 低くし、泡が残らないように注意して栓をする。徐々に温度を上げ、温度計が規定温度を示したとき、標線の上部の試料を側管から除き、側管にふたをし、外部をよくふいた後、質量 W_1 を量る。同じ比重瓶で水を用いて同様に操作し、その規定温度 t °C における質量 W_2 を量り、次の式より比重 d_t^t を求める。

$$d_t^t = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

また、試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき ($t' = t$)、温度 t' °C における試料の密度 ρ_t^t を別表に示した温度 t' °C における水の密度 ρ_{s1}^t 及び測定された比重 d_t^t を用いて、次の式より計算することができる。

$$\rho_t^t = \rho_{s1}^t d_t^t$$

第2法 シュブレンゲル・オストワルドピクノメーターによる測定法

シュブレンゲル・オストワルドピクノメーターは、通例、内容 1 ~ 10 mL のガラス製容器で、図 2.56-1 のように両端は肉厚細管 (内径 1 ~ 1.5 mm, 外径 3 ~ 4 mm) となっており、一方の細管 A には標線 C がある。あらかじめ清浄にし、乾燥したピクノメーターを白金又はアルミニウムなどの線 D で化学はかりの腕のかぎにかけて質量 W を量る。次に規定温度より 3 ~ 5°C 低い試料中に細管 B を浸す。A にはゴム管又はすり合わせの細管を付け、泡が入らないように注意し、試料を C の上まで吸い上げる。次に規定温度 t' °C の

水浴中に約 15 分間浸した後、B の端にろ紙片を当て、試料の先端を C に一致させる。水浴から取り出し、外部をよくふいた後、質量 W_1 を量る。同じピクノメーターで水を用いて同様に操作し、その規定温度 $t^\circ\text{C}$ における質量 W_2 を量る。第 1 法の式により比重 d_t^f を計算する。

また、試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき ($t' = t$)、第 1 法の式により温度 $t^\circ\text{C}$ における試料の密度 ρ_t^f を計算することができる。

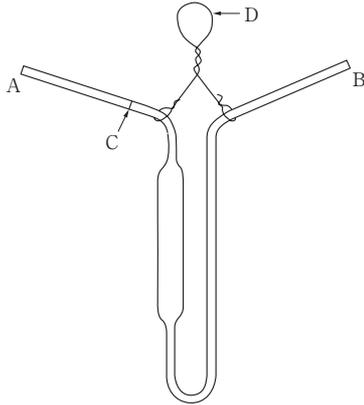


図 2.56-1 シュプレングル・オストワルドピクノメーター

第 3 法 浮きばかりによる測定法

浮きばかりをエタノール (95) 又はジエチルエーテルで清浄にした後、試料をガラス棒でよくかき混ぜ、浮きばかりを入れ、それを規定された温度 $t^\circ\text{C}$ にし、静止したとき、メニスカスの上縁で比重 d_t^f 又は密度 ρ_t^f を読む。ただし、温度 $t^\circ\text{C}$ はメニスカスが検定されたときの温度を示す。なお、読み方が表示してある浮きばかりでは、その方法に従う。また、試料の測定が行われた温度 $t^\circ\text{C}$ がメニスカスが検定されたときの温度に等しいとき ($t' = t$)、第 1 法の式を用いて比重 d_t^f より温度 $t^\circ\text{C}$ における試料の密度 ρ_t^f を計算することができる。

第 4 法 振動式密度計による測定法

振動式密度計による密度の測定は、液体又は気体試料を含むセルの固有振動周期 T (s) を測定することにより、試料の密度を求める方法である。密度を測定しようとする液体又は気体を導入された試料セルに振動を与えるとき、試料セルは試料の質量に依存した固有振動周期をもって振動する。試料セルの振動する部分の体積を一定とすれば、そのときの固有振動周期の 2 乗と試料の密度との間には直線関係が成立する。

本法によって試料の密度を測定するためには、あらかじめ、規定温度 $t^\circ\text{C}$ において 2 種類の標準物質 (密度 ρ_{S1} 、 ρ_{S2}) につき、それぞれの固有振動周期 T_{S1} 及び T_{S2} を測定し、試料セル定数 K_f ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}\text{s}^2$) を次式より定めておく必要がある。

$$K_f = \frac{\rho_{S1}^f - \rho_{S2}^f}{T_{S1}^2 - T_{S2}^2}$$

通例、標準物質として水及び乾燥空気を用いられる。温度 $t^\circ\text{C}$ における水の密度 ρ_{S1}^f は別表より求め、乾燥空気の密度 ρ_{S2}^f は次式より計算する。ただし、乾燥空気の気圧を p kPa とする。

$$\rho_{S2}^f = 0.0012932 \times \{273.15 / (273.15 + t')\} \times (p / 101.325)$$

次にセル定数が定められた試料セルに試料を導入し、同様にして試料の固有振動周期 T_T を測定すれば、先に求めた標準物質の固有振動周期 T_{S1} 及び規定温度 $t^\circ\text{C}$ における水の密度 ρ_{S1}^f を用い、次式より試料の密度 ρ_t^f を求めることができる。

$$\rho_t^f = \rho_{S1}^f + K_f (T_T^2 - T_{S1}^2)$$

温度 $t^\circ\text{C}$ の水に対する試料の比重 d_t^f は、別表に示した温度 $t^\circ\text{C}$ の水の密度 ρ_{S1}^f を用いて次式より求められる。

$$d_t^f = \frac{\rho_t^f}{\rho_{S1}^f}$$

装 置

振動式密度計は、通例、内容積約 1 mL の管状でその一端を固定したガラス製の試料セル、試料セルに初期振動を与える発振器、固有振動周期の検出部及び温度調節部から構成される。振動式密度計の試料セル室周辺の構造を図 2.56-2 に示す。

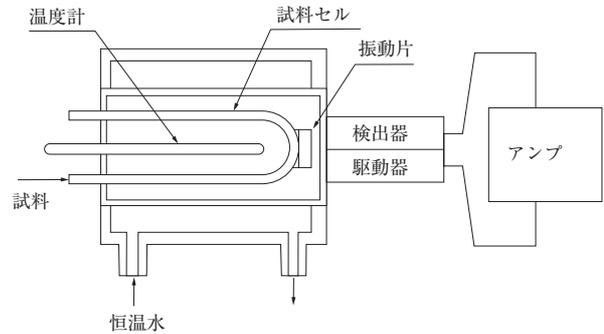


図 2.56-2 振動式密度計

操作 法

試料セルと水及び試料を測定しようとする温度 $t^\circ\text{C}$ にあらかじめ調整しておく。試料セルを水又は適当な溶媒を用いて洗浄した後、乾燥空気を通気して十分に乾燥する。乾燥空気の流れを止め、一定温度が保持されていることを確認した後、乾燥空気との固有振動周期 T_{S2} を測定する。別に、測定場所の大気圧 p kPa を測定しておく。次に試料セルに水を導入し、水との固有振動周期 T_{S1} を測定する。水及び乾燥空

表 2.56-1 水の密度

温度 (°C)	密度 (g/mL)						
0	0.99984	10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565
1	0.99990	11	0.99961	21	0.99799	31	0.99534
2	0.99994	12	0.99950	22	0.99777	32	0.99503
3	0.99996	13	0.99938	23	0.99754	33	0.99470
4	0.99997	14	0.99924	24	0.99730	34	0.99437
5	0.99996	15	0.99910	25	0.99704	35	0.99403
6	0.99994	16	0.99894	26	0.99678	36	0.99368
7	0.99990	17	0.99877	27	0.99651	37	0.99333
8	0.99985	18	0.99860	28	0.99623	38	0.99297
9	0.99978	19	0.99841	29	0.99594	39	0.99259
10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565	40	0.99222

気についてのこれらの値を用いて試料セル定数 K_f を定める。

次に試料セル中に試料を導入し、一定温度が保持されていることを確認した後、試料の与える固有振動周期 T_T を測定する。水及び試料の固有振動周期、水の密度 ρ_{s1} 及び試料セル定数 K_f より、試料の密度 ρ_f を求める。また、必要があれば、温度 t °C の水に対する試料の比重 d_f は、表 2.56-1 に示した水の密度 ρ_{s1} を用いて計算される。

なお、試料セル中に試料又は水を導入するとき、気泡が入らないよう注意する必要がある。

2.57 沸点測定法及び蒸留試験法

沸点の測定及び蒸留試験は、別に規定するもののほか、次の第 1 法又は第 2 法による。沸点は、最初の留液 5 滴が冷却器の先端から留出したときから、最後の液がフラスコの底部から蒸発するときまでの温度とする。また、蒸留試験は規定の温度範囲の留分の容量を量るものである。

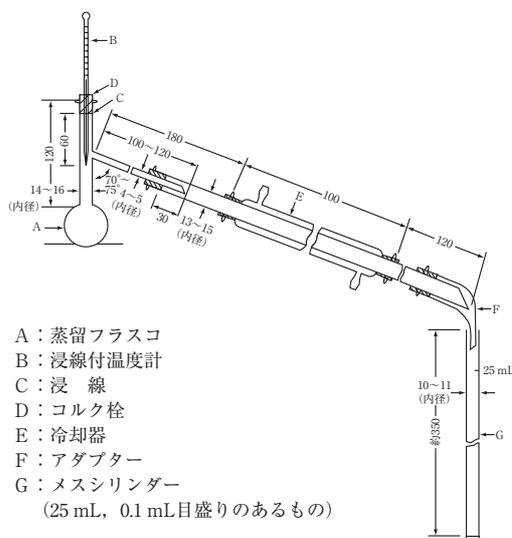
第 1 法 規定の温度範囲が 5 °C 未満のとき

(1) 装置

図 2.57-1 に示すものを用いる。

(2) 操作法

あらかじめ液温を測定した試料 25 mL を 0.1 mL の目盛りのあるメスシリンダー G を用いて量り、内容 50 ~ 60 mL の蒸留フラスコ A に入れ、このメスシリンダーを洗わずに受器とし、A に沸騰石を入れ、浸線付温度計 B は浸線 C がコルク栓 D の下端にくるように、また、水銀球の上端が留出口の中央部にくるように付け、A に冷却器 E を連結し、E にはアダプター F を接続し、F の先端は受器のメスシリンダー G の口にわずかに空気が流通するようにしてさし込む。A を覆う高さの風よけを付け、適当な熱源を用いて A を加熱する。ただし、直火で加熱するときは、A を耐熱性断熱材料の板 [150 mm × 150 mm、厚さ約 6



数字は mm を示す

図 2.57-1

mm の耐熱性断熱材料製の板 (又は 150 mm × 150 mm の金網に厚さ約 6 mm の耐熱性断熱材料を固着したもの) の中央に直径 30 mm の円形の穴をあけたもの] の穴のせて加熱する。

別に規定するもののほか、測定温度 200 °C 未満のものは 1 分間 4 ~ 5 mL、200 °C 以上のものは 1 分間 3 ~ 4 mL の留出速度で蒸留し、沸点を読み取り、また、蒸留試験では留液の温度を初めの試料の液温と等しくし、留分の容量を量る。

80 °C 以下で蒸留し始める液では、あらかじめ試料を 10 ~ 15 °C に冷却してその容量を量り、蒸留中はメスシリンダーの上部から 25 mm 以下を氷冷する。

気圧に対する温度の補正は 0.36 kPa につき 0.1 °C とし、気圧 101.3 kPa 未満のときはこれに加え、101.3 kPa を超えるときはこれを減じる。

第 2 法 規定の温度範囲が 5 °C 以上のとき

(1) 装置

第 1 法と同様の装置を用いる。ただし、蒸留フラスコ A は内容 200 mL、首の内径 18 ~ 24 mm で内径 5 ~ 6 mm の留出管が付いているものを用いる。また、直火で加熱するとき用いる耐熱性断熱材料製の板は中央部に直径 50 mm の円形の穴をあけたものとする。

(2) 操作法

あらかじめ液温を測定した試料 100 mL を 1 mL の目盛りのあるメスシリンダーを用いて量り、第 1 法と同様に操作する。

2.58 粉末 X 線回折測定法

粉末 X 線回折測定法は、原則として無配向化した粉末試料に X 線を照射し、その物質中の電子を強制振動させることにより生じる干渉性散乱 X 線による回折強度を、各回折角について測定する方法である。結晶性物質の X 線回折パターンは各化合物の各結晶形に固有かつ特徴的である。したがって、本測定法は結晶、結晶多形及び溶媒和結晶の同定、判定又は定量、結晶性の定性的評価、結晶化度の測定などに用いることができる。一方、非晶質は明確な構造の規則性を持たず、ランダムな分子配列のため、干渉性 X 線散乱強度が小さく、その X 線回折パターンは散漫性の極大を持つハローパターンを示す。このため非晶質、結晶性の著しく低下した試料に対する本測定法の適用は限られる。

結晶性物質では、構成分子や原子が一定の周期性をもって規則正しく三次元配列して立体的な格子を形成しており、この格子の最小単位が単位格子である。単位格子中の任意の三格子点で規定される平面は、多くの平行な面の群を形成し、その面に特有な一定の面間隔が存在する。これらの面の群を結晶面と呼び、通例、ミラー指数 hkl で表す。この指数は、各単位格子の三主軸の長さを各主軸上のある結晶面の切片の長さで割った各値を一組の最も小さい整数に変換したものである。ある一組の平行な面 (hkl) の面間隔は d_{hkl} で表す。

ある結晶面により X 線回折が生じる可能性及び干渉性散乱 X 線の回折方向は、ブラッグの法則で規定される。入射 X 線の波長を λ 、結晶面に対する X 線の入射角及び反射角を θ 、

反射次数を n とすると、

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$$

を満たす角度でのみ X 線回折が生じる。したがって、面 (hkl) の回折角 2θ は面間隔を規定する結晶系、格子定数及び入射 X 線の波長によって決定される。

一方、干渉性散乱 X 線の回折強度は、構造因子、温度因子、結晶化度、入射 X 線強度、粉末試料の体積と密度、偏光因子、多重度因子、ローレンツ因子、吸収因子などの影響を受ける。この中で、偏光因子は入射 X 線の単色化方法に、ローレンツ因子は測定装置の幾何学的条件に、多重度因子は結晶系に、吸収因子は構成原子に、温度因子及び結晶化度は実験温度及び測定試料の結晶性に、また、構造因子は構成原子の種類及び単位格子中の位置にそれぞれ依存する。

装 置

通例、計数管を検出器としたディフラクトメーターを粉末 X 線回折装置として用いる。ディフラクトメーターは X 線発生装置、ゴニオメーター、計数装置、制御演算装置等からなる。

X 線発生装置は、X 線管球内で加熱された陰極から出た熱電子を電場により加速し、対陰極に照射することで X 線を発生させる。粉末 X 線回折装置では波長に分布のある連続 X 線部分を除き、単色化した特性 X 線のみを用いる。特性 X 線の波長は対陰極に使用する金属の種類で決定されるので、測定試料に適した波長の X 線が得られるように対陰極の種類を選択する。

ゴニオメーターは X 線の入射する方向と試料面及び試料面と計数装置との角度を走査する装置である。通例、両角度が等しくなるように走査する対称反射法で測定する。ゴニオメーターには特性 X 線を取り出すためのフィルター又はモノクロメーターを取り付ける。更に、付属装置として試料の加熱、冷却装置を取り付けることができる。

計数装置は粉末試料により回折した X 線を電気的な信号に交換する検出器と、得られた電気的信号を回折強度に換算する部分よりなる装置である。通例、検出器としては比例計数管又はシンチレーション計数管を用いる。

制御演算装置はゴニオメーターの角度の制御及び得られた回折強度の記録、データ処理を行う装置である。

操 作 法

測定前の対陰極の種類、X 線管球の管電流と管電圧、走査速度、走査範囲、時定数等を測定の目的に合致するように調整する。通例、有機化合物、高分子化合物の測定には銅を対陰極として用いる。

通例、測定試料はアルミニウム又はガラス製の平板試料ホルダーの充てん部に粉末試料を充てん成形することにより調製する。このとき、粉末試料粒子は原則として無配向化されたものを用いる。通例、試料粉末を無配向化する方法として試料をめのう製乳鉢等で粉砕し、微細結晶とする方法を用いる。しかし、試料の物性あるいは測定目的によりこの方法が不適当な場合があり、粉砕操作が試料結晶の結晶性等に影響を与えることがあるので注意する。また、試料面は試料ホルダーと一致した平面を形成し、試料ホルダーを対称反射の位置に正しく設置する必要がある。試料結晶を試料ホルダー充てん部に押し付けて成形することにより結晶面が配向することがあるので注意する。

同定及び判定

同定は測定した試料の粉末 X 線回折パターンを標準試料のそれと比較することにより行う。結晶多形、溶媒和結晶の判定はそれぞれの結晶形が示す固有の特徴的な X 線回折パターンを測定した試料間で相互に比較するか、又は標準試料のそれと比較することにより行う。

回折 X 線の相対強度（ある回折角でのピーク強度と基準ピークの強度、通例、X 線回折パターン中最も強いピーク強度との比）と面間隔 d を比較に用いる。ただし、同一の X 線波長を用いて測定された試料間の同定には、面間隔の代わりに回折角を比較に用いることができる。医薬品各条で別に規定するもののほか通例、有機化合物の結晶では、回折角の走査範囲は $5^\circ \sim 40^\circ$ である。同定又は判定しようとする X 線回折パターンを比較するとき、両者の X 線回折パターンが同一の面間隔のところと同様の相対強度の回折ピークを与えるならば、両者の同一性が確認される。同一結晶形では通例、回折角は $\pm 0.2^\circ$ の範囲内で一致する。

定 量

粉末 X 線回折測定法による定量は精度が高くない。そのため通例、本測定法で定量を行うのは結晶多形、溶媒和結晶の量的評価及び結晶化度の測定に限られる。

結晶多形、溶媒和結晶の示す特徴的回折ピークから適当なピークを選択してそれら結晶形の定量を行う。通例、一定質量の分析する試料について、特徴的なピークの強度を測定し、あらかじめ標準試料を種々の割合で含む試料から作成した検量線を用いて分析する。又は、分析する試料に一定割合の内標準物質を加え、試料の特徴的な回折ピークと内標準物質のそれとの回折強度比を測定し、あらかじめ標準試料と内標準物質の種々の割合の混合物から作成した検量線を用いて分析する。このとき、結晶面方向の異なる 2 つ以上の回折ピークを用いて定量を行うことで配向の影響がないことを確認できる。内標準物質は試料と同程度の密度を持ち、X 線に対する吸収の性質が類似し、試料の特徴的回折ピークと重ならない回折ピークを持つものを選択する。

X 線照射の際、不適切な使用が健康を害する可能性があるため注意が必要である。

2.59 有機体炭素試験法

有機体炭素試験法は、水中に存在する有機物を構成する炭素（有機体炭素）の量を測定する方法である。通例、有機物を燃焼により分解する乾式分解法や、有機物を紫外線照射又は酸化剤を添加することにより分解する湿式分解法で二酸化炭素に分解した後、赤外線分析法、電気伝導率測定法又は比抵抗測定法などの適当な方法で二酸化炭素の量を定量し、その値から水中に存在する有機体炭素の量を求める方法である。

水中に存在する炭素には有機体の炭素と無機体の炭素があり、測定に際しては水中の総炭素量を測定した後、無機体の炭素の量を差し引くか、あらかじめ水中の無機体の炭素を除去した後、残った有機体炭素の量を測定する。

装 置

試料導入部、分解部、二酸化炭素分離部、検出部及びデータ処理装置又は記録装置よりなる有機体炭素測定装置で、有機体

炭素を 0.050 mg/L 以下まで測定可能な装置を用いる。

試料導入部は試料をマイクロシリンジを用いて注入するか、又は適当なサンプリング装置により一定量の試料を注入できる構造を持つ。分解部は乾式分解法による装置においては、各装置により規定された一定温度に調節された燃焼管及び加熱用電気炉などからなり、また、湿式分解法による装置においては、酸化反应用容器、紫外線ランプ、分解助剤注入装置及び加熱装置などからなる。なお、分解部はドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム溶液 (0.806 mg/L) の有機体炭素量を測定するとき、炭素として 0.450 mg/L 以上を検出できる装置を用いる。二酸化炭素分離部は、分解により生じた二酸化炭素中の水分を除去する装置又は試料分解物から二酸化炭素を分離する装置である。検出器は赤外線ガス分析計、電気伝導率計又は比抵抗計などが用いられ、二酸化炭素分離部より導入された二酸化炭素をその濃度に比例した電気信号に変換するものである。データ処理装置は、検出器により変換された電気信号から試料中の有機体炭素濃度を算出するもので、記録装置は検出器により変換された電気信号の強さを記録するものである。

試薬、標準液

有機体炭素の測定に用いる水 (測定用水)：標準液又は分解助剤などの調製及び試験器具の最終すすぎなどに用いる水で、その有機体炭素値は、容器に採取して有機体炭素の測定を行うとき、その炭素値が 0.250 mg/L 以下のものを用いる。

フタル酸水素カリウム標準液：標準液の濃度は各装置の指定による。フタル酸水素カリウム (標準試薬) を 105 °C で 4 時間乾燥し、デシケーター (シリカゲル) で放冷した後、その一定量を正確に量り、測定用水を加えて調製する。

無機体炭素測定用標準液：標準液の濃度は各装置の指定による。炭酸水素ナトリウムをデシケーター (硫酸) で 18 時間以上乾燥する。別に、炭酸ナトリウム (標準試薬) を 500 ~ 600 °C で 30 分間乾燥し、デシケーター (シリカゲル) で放冷する。これらの一定量を、その炭素量が 1:1 になるように正確に量り、測定用水を加えて調製する。

分解助剤：ペルオキシ二硫酸カリウム又はこれと同一の目的に使用し得る物質の一定量に測定用水を加えて溶かし、各装置で規定された濃度に調整する。

無機体炭素除去用ガス及びキャリヤーガス：窒素、酸素又はこれと同一の目的に使用し得る物質を用いる。

無機体炭素除去用酸：塩酸、リン酸又はこれと同一の目的に使用し得る物質に測定用水を加えて希釈し、各装置で指定された濃度に調整する。

試験器具

試料採取用容器及び試薬調製用容器：容器表面から有機体炭素を溶出しないような材質、例えば硬質ガラス製の容器を用い、薄めた過酸化水素 (30) (1 → 3)/希硝酸混液 (1:1) に浸漬し、測定用水で十分に洗浄したものを用いる。

マイクロシリンジ：水酸化ナトリウム溶液 (1 → 20)/エタノール (99.5) 混液 (1:1) 又は薄めた塩酸 (1 → 4) で洗浄し、測定用水で十分に洗浄したものを用いる。

操作法

測定の方法はそれぞれの装置に適する方法による。装置はフタル酸水素カリウム標準液を用いて、使用する装置が指定する操作方法により、校正を行う。

装置は試験対象とする水の製造ライン内に組み込んで設置す

ることが望ましい。試料を容器に採取した後、測定を行うとき、試料採取及び測定は有機溶媒及びこれと同様に本試験の結果に影響を与える物質の使用を禁止した、できるだけ清浄な環境のもとで行い、できるだけ大きい容器に大量の試料を採取して行うことが望ましい。また、測定は試料採取後できるだけ速やかに行うことが望ましい。

(1) 総炭素量から無機体炭素量を差し引き、有機体炭素量を測定する方法

各装置の操作法に従い、予想される総炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する。試料中の有機体炭素及び無機体炭素を分解し、生成した二酸化炭素を検出部で検出し、データ処理装置又は記録装置を用いて試料中の総炭素量を測定する。次に試料中の無機体炭素量のみを測定するように装置を設定し、総炭素量の測定と同様に操作し、無機体炭素の量を測定する。この値を総炭素量から差し引くことにより、試料中の有機体炭素の量を測定する。

(2) あらかじめ無機体炭素を除去した後、有機体炭素量を測定する方法

試料に無機体炭素除去用酸を添加し、窒素などの無機体炭素除去用ガスを吹き込み、無機体炭素を除去した後、各装置の操作法に従い、予想される有機体炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する。試料を分解し、生成した二酸化炭素を検出部で検出してデータ処理装置又は記録装置により有機体炭素の量を測定する。また、装置内において無機体炭素を除去した後、有機体炭素を測定する装置にあっては、各装置の操作法に従い、予想される有機体炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する。装置の分解部において試料に無機体炭素除去用酸を添加し、無機体炭素除去用ガスを吹き込み、無機体炭素を除去した後、有機体炭素を分解し、生成した二酸化炭素を検出部で検出してデータ処理装置又は記録装置により有機体炭素の量を測定する。

2.60 融点測定法

融点とは、通例、結晶性物質が加熱により融解し、固相と液相が平衡状態にあるときの温度と定義されるが、実用的には試料の加熱昇温過程での状態変化を観察し、融け終わりの温度を測定して、これを融点とする。融点は、純物質においてはそれぞれの物質に固有の値を示すことから、物質の同定、確認に用いられるほか、純度の指標ともなる。

融点は、次のいずれかの方法で測定する。比較的純度が高く、粉末状に試料を調製できる物質の融点は第 1 法により、水に不溶性で粉末にしにくい物質の融点は第 2 法により、ワセリン類の融点は第 3 法により測定する。

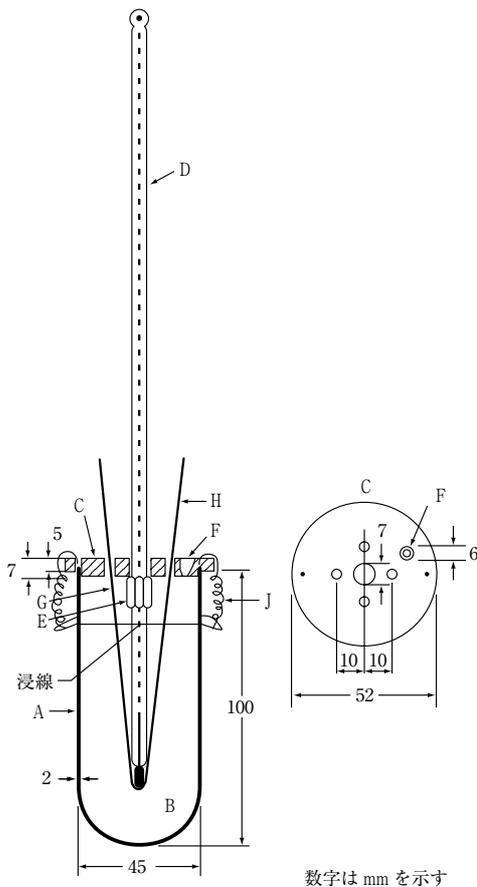
測定は、別に規定するもののほか、第 1 法により行う。

第 1 法 通例、比較的純度が高く、粉末状に試料を調製できる物質に適用する。

装置

図 2.60-1 に示すものを用いる。ただし、攪拌、加温及び冷却操作等が自動化された装置を用いることができる。

溶液：通例、常温における動粘度 50 ~ 100 mm²/s の澄명한シリコン油を用いる。



数字は mm を示す

- A : 加熱容器 (硬質ガラス製)
 B : 溶液
 C : テフロン製ふた
 D : 浸線付温度計
 E : 温度計固定ばね
 F : 浴液量加減用小孔
 G : コイルスプリング
 H : 毛細管
 J : テフロン製ふた固定ばね

図 2.60-1 融点測定装置

浸線付温度計：測定温度範囲により、1号～6号の温度計がある。融点が50℃未満のときは1号、40℃以上100℃未満のときは2号、90℃以上150℃未満のときは3号、140℃以上200℃未満のときは4号、190℃以上250℃未満のときは5号、240℃以上320℃未満のときは6号を用いる。

毛細管：内径0.8～1.2 mm、長さ120 mm、壁の厚さ0.2～0.3 mmで一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる。

操作法
 試料を微細の粉末とし、別に規定するもののほか、デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥する。また、乾燥後とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したのものを用いる。

この試料を乾燥した毛細管Hに入れ、閉じた一端を下にしてガラス板又は陶板上に立てた長さ約70 cmのガラス管の内部に落とし、はずませて固く詰め、層厚が2.5～3.5 mmとなるようにする。

溶液Bを加熱し、予想した融点の約10℃下の温度まで徐々に上げ、浸線付温度計Dの浸線を溶液のメニスカスに合

わせ、試料を入れた毛細管をコイルスプリングGに挿入し、試料を詰めた部分が温度計の水銀球の中央にくるようにする。次に1分間に約3℃上昇するように加熱して温度を上げ、予想した融点より約5℃低い温度から1分間に1℃上昇するように加熱を続ける。

試料が毛細管内で液化して、固体を全く認めなくなったときの温度計の示度を読み取り、融点とする。

装置適合性 装置適合性の確認は、融点標準品を用いて定期的に行う。融点標準品は、2号～5号温度計を用いる場合の装置適合性評価のために調製されたものであり、異なる融点を持つ6種の高純度物質(アセトアニリド、アセトフェネチジン、カフェイン、スルファニルアミド、スルファピリジン、ワニリン)が選択されており、それぞれの物質の融点 MP_i (融け終わり温度)が表示される。予想される試料の融点に合わせて温度計及び融点標準品を選択し、操作法に従って融点標準品の融点を測定するとき、ワニリン及びアセトアニリドの融点が $MP_i \pm 0.5^\circ\text{C}$ 、アセトフェネチジン及びスルファニルアミドの融点が $MP_i \pm 0.8^\circ\text{C}$ 、スルファピリジン及びカフェインの融点が $MP_i \pm 1.0^\circ\text{C}$ の範囲にあるとき、装置の適合性が確認されたものとする。ただし、上記の測定は繰り返し3回行い、その平均値をもって融点とする。なお、不適合と判定されたとき、上記の操作法に従って試料の充てん、温度計及び毛細管の位置、浴液の加熱・攪拌、温度上昇速度の制御等が正しく行われているか確認し、再試験を行う。これらの条件設定が正しく行われていても、なお上記の判定基準に適合しないとき、浸線付温度計の再検定又は交換を行う必要がある。

第2法 脂肪、脂肪酸、パラフィン又はろう等に適用する。

装置

第1法の装置に替えて、水を入れたビーカーを浴液及び加熱容器として用いる。温度計は、浸線付温度計又は全没式温度計を用いる。また、毛細管は、第1法で規定したものと同様なもので、両端を開いたものを用いる。

操作法

試料を注意しながらできるだけ低温で融解し、これを、泡が入らないようにして毛細管中に吸い上げ、約10 mmの高さとする。毛細管から試料が流出しないように保ち、10℃以下で24時間放置するか又は少なくとも1時間、氷上に放置した後、試料の位置が水銀球の中央外側にくるようにゴム輪で温度計に取り付ける。毛細管を取り付けた温度計を水を入れたビーカーに入れ、試料の下端を水面下30 mmの位置になるよう固定する。水を絶えずかき混ぜながら加温して、予想した融点より5℃低い温度に達したとき、1分間に1℃上昇するように加熱を続ける。毛細管中で試料が浮上するときの温度計の示度を読み取り、融点とする。

第3法 ワセリン類に適用する。

装置

第1法の装置に替えて、水を入れたビーカーを浴液及び加熱容器として用いる。温度計は、浸線付温度計又は全没式温度計を用いる。

操作法

試料をよくかき混ぜながら徐々に90～92℃まで加熱して融解した後、加熱をやめ、試料の融点より8～10℃高い温度となるまで放冷する。温度計を5℃付近に冷却し、ぬぐって乾燥し、直ちに水銀球の半分を試料中にさし込み、直ちに

抜き取り、垂直に保ち、放冷し、付着した試料が混濁してきたとき、16℃以下の水中に5分間浸す。次に試験管に温度計を挿入し、温度計の下端と試験管の底との間が15mmになるようにコルク栓を用いて温度計を固定する。この試験管を約16℃の水を入れたビーカー中に吊りし、浴液の温度が30℃になるまでは1分間に2℃上昇するように、その後は1分間に1℃上昇するように加熱を続ける。温度計から、融解した試料の最初の1滴が離れたときの温度を測定する。この操作を3回行い、測定値の差が1℃未満のときはその平均値をとり、1℃以上のときは更にこの操作を2回繰り返す、合わせて5回の繰り返し試験の平均値をとり、融点とする。

3. 粉体物性測定法

3.01 かさ密度及びタップ密度測定法

かさ密度及びタップ密度測定法は、それぞれ粉末状医薬品の疎充てん時及びタップ充てん時におけるみかけの密度を測定する方法である。疎充てんとは、容器中に粉体を圧密せずにゆるやかに充てんすることであり、タップ充てんとは、粉体を充てんした容器を一定高さより一定速度で繰り返し落下させ、容器中の粉体のかさ体積がほぼ一定となるまで密に充てんすることである。なお、みかけの密度は単位かさ体積当たりの質量(g/mL)で表される。また、みかけの密度は、粉体の充てん性、圧縮性、流動性等の尺度となる特性値の一つであるが、充てん方法及び履歴により影響を受けるので、どのような条件下で測定したかを記載する。

かさ密度

かさ密度は、容器中に粉体を圧密せずにゆるやかに充てんすることにより得られるみかけの密度である。かさ密度の測定は、メスシリンダーに入れた質量既知の粉体試料のかさ体積を測定する方法(第1法)又は容量既知の容器に充てんされた粉体の質量を測定する方法(第2法)のいずれかにより行う。

第1法 定質量法

別に規定するもののほか、保存中に形成された凝集体を解砕するために、試験に必要な量の試料を16号(1000µm)ふるいを通して調製する。約30gの試料を精密に量り、乾いた100mLガラス製メスシリンダー(目盛り:1mL刻み)に圧密せずに入れ、必要ならば、粉体層の上面を圧密せずに注意してならした後、目盛りの最小単位までかさ体積を読み取る。次式によりかさ密度 ρ_B を計算する。

$$\rho_B = M / V_0$$

ρ_B : 定質量法によるかさ密度 (g/mL)

M : 粉体の質量 (g)

V_0 : 粉体のかさ体積 (mL)

測定は繰り返し3回行い、その平均値を求め、定質量法によるかさ密度とする。ただし、試料約30gが多すぎる場合、かさ体積が60~100mLとなるように試料の質量を調整する。

第2法 定容量法

別に規定するもののほか、保存中に形成された凝集体を解砕するために、試験に必要な量の試料を16号(1000µm)ふるいを通して調製する。その試料を容量 V 、質量 M_0 のステンレス製測定用容器内にあふれるまで流下させる。次に、容器の上部に堆積した過剰量の粉体をスライドガラスなどを用いて注意深くすり落とす。容器の側面に付着したすべての試料を刷毛などを用いて除去した後、全体の質量 M_t を量る。次式によりかさ密度 ρ_B を計算する。

$$\rho_B = (M_t - M_0) / V$$

ρ_B : 定容量法によるかさ密度 (g/mL)

M_t : 粉体と測定用容器の合計質量 (g)

M_0 : 測定用容器の質量 (g)

V : 測定用容器の容量 (mL)

測定は繰り返し3回行い、その平均値を求め、定容量法によるかさ密度とする。

タップ密度

タップ密度は、粉体試料を入れた測定用容器を機械的にタップすることにより得られるみかけの密度である。タップ密度の測定は、容器に入れた質量既知の粉体試料をタップ充てんしたときのかさ体積を測定する方法(第1法)又は容量既知の容器にタップ充てんされた粉体の質量を測定する方法(第2法)のいずれかにより行う。

第1法 定質量法

別に規定するもののほか、保存中に形成された凝集体を解砕するために、試験に必要な量の試料を16号(1000µm)又は22号(710µm)ふるいを通して調製する。約100gの試料を精密に量り、250mLガラス製メスシリンダー(目盛り:2mL刻み)に圧密せずに入れる。試料量が十分に得られない場合、100mLガラス製メスシリンダー(目盛り:1mL刻み)を用いて同様に操作する。タップ密度試験器のタップ時の安定性を乱さないよう、支持台及びメスシリンダーの質量に注意する必要がある。

試料を充てんしたガラス製メスシリンダーをタップ密度試験器にセットした後、それぞれの試験器で規定される測定条件(タップ速度及び落下高さ)を用いて行う。ただし、測定条件は必ず記録しておく必要がある。

別に規定するもののほか、連続する二つの測定値間の差が直前の測定値に対して2%未満となるまで50回又は1分間ずつタップを繰り返し、このときの最終かさ体積 V_f を求め、次式によりタップ密度 ρ_T を計算する。

$$\rho_T = M / V_f$$

ρ_T : 定質量法によるタップ密度 (g/mL)

M : 粉体の質量 (g)

V_f : 粉体の最終かさ体積 (mL)

測定は繰り返し3回行い、その平均値を求め、定質量法によるタップ密度とする。

第2法 定容量法

別に規定するもののほか、保存中に形成された凝集体を解砕

するために、試験に必要な量の試料を 16 号 (1000 μm) ふるいを通して調製する。質量 M_0 及び容量 V 既知のステンレス製測定用容器に補助円筒を装着し (図 3.01-1)、その容器内に試料を十分な量注入する。一定の落下高さが得られる適切なタップ密度試験器に容器をセットした後、それぞれの試験器で規定されたタップ速度及びタップ回数を用いて試験を行う。次に補助円筒を外し、スライドガラスなどを用いて容器の上部に堆積した過剰量の粉体を注意深くすり落とす。容器の側面に付着したすべての試料を刷毛などを用いて除去した後、全体の質量 M_1 を量る。次式によりタップ密度 ρ_T を計算する。

$$\rho_T = (M_1 - M_0) / V$$

ρ_T : 定容量法によるタップ密度 (g/mL)

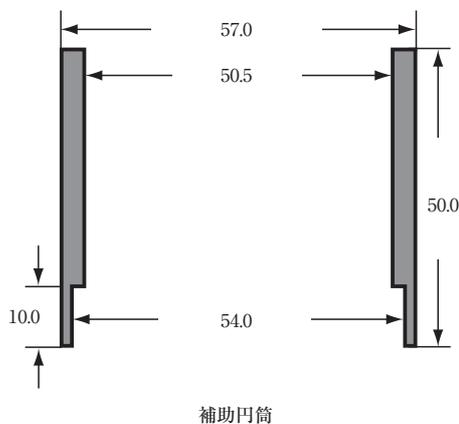
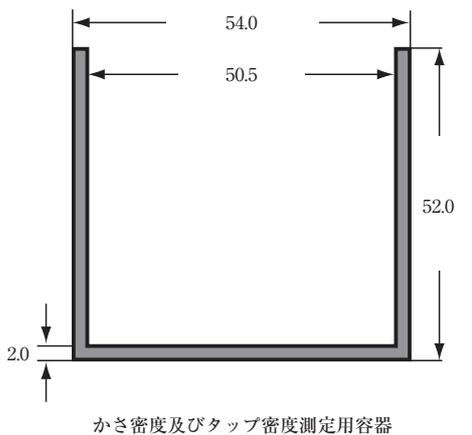
M_1 : 粉体と測定用容器の合計質量 (g)

M_0 : 測定用容器の質量 (g)

V : 測定用容器の容量 (mL)

測定は繰り返し 3 回行い、その平均値及び相対標準偏差を求める。相対標準偏差が 2% 以上の場合、タップ回数を変えて試験を繰り返す。

注意: 本測定法には、感量 0.1 g のはかりを用いる。



数字は mm を示す。

本図は 100 mL 容器及び補助円筒の一例である。

図 3.01-1 定容量法によるかさ密度及びタップ密度測定用容器

3.02 比表面積測定法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

◆比表面積測定法は、気体吸着法により粉末状医薬品の比表面積 (単位質量当たりの粉体の全表面積) を算出する方法である。◆試料の比表面積は、固体表面での気体の物理吸着により測定され、表面上の単分子層に相当する吸着気体の量を求めることにより算出される。物理吸着は、吸着気体分子と粉末試料表面の間の比較的弱い力 (van der Waals 力) に起因している。通例、測定は液体窒素の沸点で行われ、吸着した気体量は、動的流動法又は容量法により測定される。

多 点 法

粉末試料に気体を物理吸着させたとき、吸着した気体量 V_a と吸着平衡にある吸着気体の圧力 P との間には、相対圧 (P/P_0) の値が 0.05 ~ 0.30 の範囲内で、次式の関係 (Brunauer, Emmett, Teller (BET) の吸着等温式) がある。

$$\frac{1}{V_a \left(\frac{P_0}{P} - 1 \right)} = \frac{(C - 1)}{V_m C} \times \frac{P}{P_0} + \frac{1}{V_m C} \quad (1)$$

P : -195.8 °C (液体窒素の沸点) で試料表面と平衡状態にある吸着気体の分圧 (Pa)

P_0 : 吸着気体の蒸気圧 (Pa)

V_a : 標準状態 (0 °C, 1.013×10^5 Pa) における吸着気体の体積 (mL)

V_m : 試料表面でみかけの単分子層を形成する標準状態における吸着気体の体積 (mL)

C : 試料表面における吸着気体の吸着エンタルピーに関する定数

多点法では、 V_a は 3 つ以上の P/P_0 において測定される。このとき、 $1/[V_a \{ (P_0/P) - 1 \}]$ を、式 (1) に従って P/P_0 に対してプロットすると、通例、相対圧が 0.05 ~ 0.30 の範囲内で直線となる。直線回帰の相関係数 r が 0.9975 以上、すなわち、 r^2 が 0.995 以上であることが必要である。直線プロットから、 $(C - 1)/(V_m C)$ である傾きと、 $1/(V_m C)$ である切片を直線回帰分析から求める。これらの値から、 $V_m = 1/(\text{傾き} + \text{切片})$ 、 $C = (\text{傾き}/\text{切片}) + 1$ が計算される。得られた V_m の値から、比表面積 S (m^2/g) が次式によって計算される。

$$S = (V_m N a) / (m \times 22400) \quad (2)$$

N : アボガドロ数 $6.022 \times 10^{23}/\text{mol}$

a : 吸着気体分子 1 個の有効断面積 (m^2)

N_2 : 0.162×10^{-18}

Kr : 0.195×10^{-18}

m : 粉末試料の質量 (g)

比表面積の単位は、通例、 m^2/g の単位を用いて示す。

一 点 法

動的流動法 (第 1 法) 又は容量法 (第 2 法) による比表面積の測定については、通例、少なくとも 3 つの異なる P/P_0

における V_a の測定が必要である。しかし、0.30 付近の P/P_0 で測定された V_a の値から次式を用いて V_m を求め、比表面積を計算することができる。

$$V_m = V_a \{1 - (P/P_0)\} \quad (3)$$

一点法は、物質に関係する定数 C が 1 よりはるかに大きい物質の粉末試料について用いることができる。一点法により求めた比表面積と多点法により求めた値が近似していれば、 $1/C$ がほぼ 0 であることを示している。定数 C が大きな値を示すと予想される一連の粉末試料については、その試料の 1 つについて多点法により C を求め、その値を用いることにより V_m に関する誤差を減少させることができる。このとき、次式によって P/P_0 において測定された V_a の値から V_m が計算される。

$$V_m = V_a \left(\frac{P_0}{P} - 1 \right) \left(\frac{1}{C} + \frac{C-1}{C} \times \frac{P}{P_0} \right) \quad (4)$$

試料の調製

比表面積を測定する前に、保存又は取扱中中に粉体試料の表面に物理的に吸着した気体を除去しておく必要がある。脱気操作が不十分な場合には、試料表面の一部に吸着している気体の影響により比表面積が低下又は変動することがある。物質の表面は反応性を持つので、粉末医薬品の比表面積測定について必要な精度と正確さを得るためには、脱気条件の設定は重要である。脱気条件の設定に当たっては、BET プロットに再現性があること、試料の質量が一定であること、及び試料の物理的又は化学的変化がないことを保証しなければならない。温度、圧力及び時間によって決められる脱気条件は、粉末試料の元の表面ができるだけ再現されるように選択しなければならない。脱気は、真空とするか、非反応性の乾燥した気体の流れの中に試料をさらすか、又は脱着-吸着繰り返し法を用いる。いずれの場合においても、不純物が試料から脱離する速度を増加させるために、加熱することがある。粉末試料を加熱する場合には、表面の性質や試料状態への影響を避けるような注意が必要であり、比表面積測定の再現性を保証するために、できるだけ低い温度と短い脱気時間を用いる。加熱に敏感な試料の場合には、脱着-吸着繰り返し法のような他の脱気法を用いることができる。物理吸着の標準的な方法は、液体窒素の沸点における窒素の吸着である。比表面積の小さい試料 (<0.2 m²/g) では低い蒸気圧を持つクリプトンの吸着を利用する。用いるすべての気体は水分を含んではならない。吸着気体が窒素の場合には試料の全表面積が少なくとも 1 m²、またクリプトンの場合には少なくとも 0.5 m² となるように、粉末試料の質量を正確に量る。適切なバリデーションにより、少ない試料量も使用できる。気体吸着は、次に記載する方法のいずれかにより測定する。

第 1 法 動的流動法

動的流動法 (図 3.02-1) では、吸着気体として乾燥した窒素又はクリプトンを使用する。ヘリウムは吸着されないので希釈用気体として用いる。 P/P_0 が 0.05 ~ 0.30 の範囲内で吸着気体とヘリウムの混合比を変えた、少なくとも 3 種類の混合気体を調製する。所定の温度及び圧力条件下で気体濃度検出器は通過する気体の体積にほぼ比例する信号を出力し、通例、検出器として電子式積分計を内蔵した熱伝導度検出器が用いられ

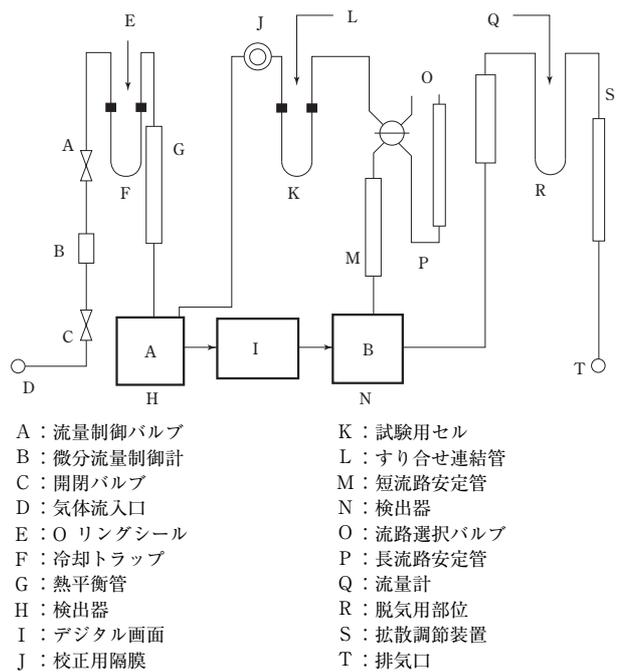


図 3.02-1 動的流動法装置の概略図

る。 P/P_0 が 0.05 ~ 0.30 の範囲内で、少なくとも 3 つのデータを測定しなければならない。

窒素及びヘリウムの混合気体は検出器を通過した後、試験用セルへ導かれ、再び検出器を通過させる。試験用セルを液体窒素中に浸すと、試料は移動相から窒素を吸着し、熱伝導率検出器を通じて記録計上にパルスとして記録される。次いで、試験用セルを冷却剤から除去する。これによって吸着ピークの反対側にこれと等しい面積を持つ脱着ピークが発生する。この脱着ピークは吸着ピークより明確であるので、測定のために用いられる。校正には、脱着ピークと同様の大きさのピークを与える量の気体を注入し、単位ピーク面積と気体体積との比例関係を求める。

第 2 法 容量法

容量法 (図 3.02-2) で汎用される吸着気体は窒素であり、これをあらかじめ脱気した粉末試料上の空間に一定の平衡圧

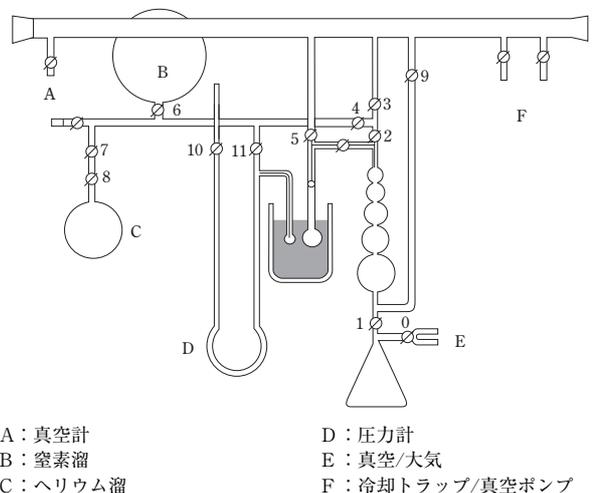


図 3.02-2 容量法装置の概略図

P になるように導入する。ヘリウムは、死容積を測定する目的で用いられる。

試料表面の汚染を防ぐため、試料管内に乾燥した少量の窒素を入れ、試料管を外し、ストッパーを挿入する。その質量を量り、試料の質量を求める。試料管を測定装置に取り付け、試料管内を注意深く所定の圧力（2～10 Pa）まで減圧する。必要な場合は試料管内の死容積の測定を行う。液体窒素を入れたデュアー瓶を試料管上の所定の位置まで上げ、必要な P/P_0 となるように十分な量の窒素を導入し、吸着した気体の体積 V_a を測定する。多点法では連続的に高い P/P_0 で V_a の測定を繰り返し行う。吸着気体として窒素を用いるときは、0.10, 0.20, 0.30 の P/P_0 が適切である。

標準物質

試験すべき試料と近似した比表面積値を持つ比表面積測定用 α -アルミナ等を用いて、装置の稼働を定期的に確かめる。

3.03 粉体の粒子密度測定法

粉体の粒子密度測定法は、粉末状医薬品又は医薬品原料の粒子密度を測定する方法であり、通例、気体置換型ピクノメータを用いて測定する。この方法による粉体の密度は、密閉された系の中で粉体によって置換される気体の体積が、粉体の体積に等しいとみなすことにより求められる。疎充てん時のかさ密度又はタップ充てん時のタップ密度は、粒子間の空隙体積を含めて粉体の体積とみなすことから、粉体のみかけの密度を表すのに対し、ピクノメータ法による粒子密度は、気体の浸入が可能な開孔部のある空隙体積を除いて粉体の体積を評価するため、結晶密度にはほぼ等しい粉体の粒子密度を表す。

粉体の粒子密度は、単位体積当たりの質量 (kg/m^3) で表されるが、通例、 g/cm^3 で表す。

装置

ピクノメータ法による粒子密度測定装置の模式図を図 3.03-1 に示す。装置は、試料が入られる試験用セル、対照セル及び圧力計から構成される。

通例、測定用気体としてヘリウムが用いられるが、圧力計を介して所定の圧力まで試験用セルを加圧できるシステムを備えておく必要がある。

装置の校正 試験用セル及び対照セルの容積 V_c , V_r は、小数第 3 位 (0.001 cm^3) まで正確に求められている必要があり、体積測定に求められる正確さを保証するために、通例、体積既

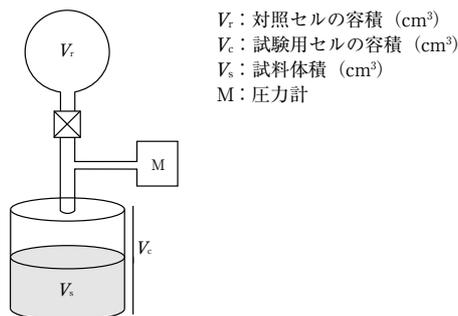


図 3.03-1 気体置換型ピクノメータ(粒子密度測定装置)の模式図

知の粒子密度測定用校正球を用いて、装置の校正を次のように行う。最初に空の試験用セルについて、次に粒子密度測定用校正球が置かれた試験用セルについて、操作法に基づく最終圧力 P_f の測定を行い、試験用セルの容積 V_c 及び対照セルの容積 V_r を操作法の項に示した式より求める。なお、最初の操作においては、試料体積 $V_s = 0$ とみなして計算することができる。

操作法 粒子密度の測定は、15～30℃において行うこととし、測定中、2℃以上の温度変化があってはならない。

最初に試験用セルの質量を量り、記録しておく。医薬品各条中で規定された量の試料を量り、試験用セルに入れた後、セルを密閉する。次に、試験用セルに測定用気体（ヘリウム）を通気し、粉体中の揮発性不純物を除去する。必要ならば、あらかじめ試料粉体を減圧下に置き、揮発性不純物を除いた後、測定用試料とする。

試験用セルと対照セルを接続しているバルブを開き、系の圧力が一定であることを圧力計により確認した後、対照圧力 P_r を読み取る。次に、2つのセルを接続するバルブを閉じた後、測定用気体を試験用セルに導入して加圧状態とし、圧力計の指示が一定であることを確認した後、初期圧力 P_i を読み取る。次に、バルブを開いて対照セルを試験用セルと接続し、圧力計の指示が一定であることを確認した後、最終圧力 P_f を読み取り、次式により試料体積 V_s を求める。

$$V_s = V_c - \frac{V_r}{\frac{P_i - P_f}{P_r - P_f} - 1}$$

V_r : 対照セルの容積 (cm^3)

V_c : 試験用セルの容積 (cm^3)

V_s : 試料体積 (cm^3)

P_i : 初期圧力 (kPa)

P_f : 最終圧力 (kPa)

P_r : 対照圧力 (kPa)

同一試料について上記の測定を繰り返し、連続して測定した試料体積が 0.5% 以内で互いに一致することを確認し、その平均値を試料体積 V_s とする。最後に、試験用セルを外して秤量し、空のセル質量との差より、最終試料質量 m を求め、次式により粉体の粒子密度 ρ を計算する。

$$\rho = m / V_s$$

ρ : 粉体の粒子密度 (g/cm^3)

m : 最終試料質量 (g)

V_s : 試料体積 (cm^3)

3.04 粒度測定法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

◆粒度測定法は、粉末状等の医薬品原薬、添加剤等の粒度特性を確認するために、外観、形状、大きさ及びその分布を直接又

は間接に測定する方法であり、測定の目的と試料の性状により、光学顕微鏡法又はふるい分け法を用いる。◆

第 1 法 光学顕微鏡法

◆光学顕微鏡法は、光学顕微鏡を用いて肉眼又は顕微鏡写真によって直接に個々の粒子の外観及び形状を観察し、その大きさを測定する方法である。また、これにより粒子径分布を求めることもできる。本法によれば、複数の異なる種類の固体粒子が混在する場合であっても、光学的に識別が可能であれば、それぞれの固体粒子の粒度測定が可能である。なお、粒子径分布を求める場合、画像解析等によるデータ処理も有用である。◆

粒子評価のための光学顕微鏡法は、一般には $1\ \mu\text{m}$ より大きい粒子に適用できる。下限は顕微鏡の解像能による。上限はあまり明確ではなく、大粒子の粒子径を評価する際の困難さによって影響される。光学顕微鏡法の適用範囲外の粒子評価については、いくつかの別法が利用できる。光学顕微鏡法は非球形粒子を評価するのに特に有用である。本法は、より迅速かつ汎用的な方法の校正のための基礎的方法としても役立つ。

装 置

安定で防振対策がなされた顕微鏡を用いる。顕微鏡の総合倍率（対物レンズ倍率 × 接眼レンズ倍率 × その他の拡大部品の倍率）は、試料中の最も小さい粒子を適切に評価するのに十分な大きさでなければならない。対物レンズの最大開口数は、各々の倍率に合わせて決める。適切な分析機器や検板と組み合わせ、偏光フィルターを用いてもよい。比較的狭い分光透過特性を持つ色ガラスフィルターは、アポクロマト対物レンズと共に用いるが、アポクロマトレンズと共に用いる方がより望ましく、顕微鏡写真における演色のために必要である。少なくとも球面取差を補正したコンデンサーを光源と共に顕微鏡のサブステージ内で用いるべきである。コンデンサーの開口数は、使用条件下で対物レンズの開口数と釣り合っていないとすなわち、開口数はコンデンサーの絞りとイメージンオイルがあるかどうかによって影響される。

調 整

光学系のすべての装置が正確に調整されていることと、焦点が適切に調節されていることが必要である。装置の焦点調節は、顕微鏡メーカーの説明どおりに行わねばならない。厳密な軸調整もしておいた方がよい。

照 明

良好な照明のための必要条件是、視野全体にわたって光の強度が均一で、かつ調節可能であることである。このためにはケラー照明がよい。着色粒子については、粒子像のコントラストと像の細部を調整できるように、用いるフィルターの色を選択する。

目視による評価

倍率とレンズの開口数は、評価すべき粒子像を適切に確認するのに十分に大きくなければならない。接眼マイクロメーターを校正するために、あらかじめ校正された対物マイクロメーターを用いて実際の倍率を決定する。粒子像が接眼マイクロメーターで少なくとも 10 目盛はある、十分に高い倍率であれば、誤差を小さくすることができる。各々の対物マイクロメーターは個々に校正しておく。接眼スケールを校正するために、対物マイクロメーターのスケールと接眼スケールは平行にさせておかねばならない。このようにして、接眼用ステージの目盛間隔の長さを正確に測定することができる。

◆粒子径を測定する場合は、接眼マイクロメーターを接眼レンズの絞りの位置に入れた後、対物マイクロメーターをステージの中央に置き、固定する。接眼レンズを鏡筒に装着し、対物マイクロメーターの目盛に焦点を合わせる。次にこれら 2 つのマイクロメーターの目盛の間隔を比較し、このレンズの組み合わせにおける接眼レンズの 1 目盛に相当する試料の大きさを次式により算出する。

$$\text{接眼レンズ 1 目盛に相当する試料の大きさ } (\mu\text{m}) \\ = \text{対物マイクロメーターの長さ } (\mu\text{m}) / \text{接眼マイクロメーターの目盛数}$$

対物マイクロメーターを取り除き、試料をステージにのせ、焦点を合わせた後、読み取った接眼レンズの目盛数から、粒子径を測定する。◆

なお、粒子径分布幅が広い試料を評価するには、いくつかの異なった倍率が必要である。

写真による評価

写真法によって粒子径を測定する場合には、フィルム面で被写体の焦点が確実に合うように注意しなければならない。十分な感度、解像力及びコントラストを持つ写真フィルムを用いて、校正された対物マイクロメーターの写真を別に撮影することによって、実際の倍率を測定する。試料及び倍率測定のための撮影に当たっては、露光と現像・焼付処理は同じでなければならない。写真上の粒子のみかけの大きさは、顕微鏡の解像力と同様に、露光や現像、焼付によって影響を受ける。

試料の調製

固定剤は試料の物理的特性に応じて選択する。試料外縁の細部まで確実に確認できるように、試料と固定剤の間には過度にならない程度の十分なコントラストが必要である。粒子を平板上に置き、個々の粒子を識別するために適切に分散させる。更に、粒子は試料中の粒子径分布を代表していなければならない。マウントの調製中に変化してはならない。固定剤を選択する際には、試料の溶解性も考慮に入れておかねばならない。

結晶性の評価

試料の結晶性は、医薬品各条中に記載されている結晶性に関する条件に適合するかどうかを決定するために評価される。各条中で別に規定するもののほか、清浄なスライドガラスの上で数個の試料粒子を鉱物油中に固定する。偏光顕微鏡を用いて試料を観察する。試料が結晶性の場合には、顕微鏡のステージを回転すると粒子は複屈折（干渉色）と暗視野を示す。

顕微鏡法による粒子径の限界試験

適当量（例えば、粉体の場合 10 ~ 100 mg）の試料を量り、必要ならば分散剤を加えて試料が溶解しない適切な分散媒 10 mL に懸濁させる。粒子密度と近似又は一致した密度を持つ分散媒中に懸濁させ、適切にかき混ぜることによって粒子の均一な懸濁液を得る。均一な懸濁液の一部を適当な計数セルに入れ、粉体の場合、顕微鏡下で $10\ \mu\text{g}$ 以上の試料に相当する面積を走査し、所定の限界粒子径より大きい最大長さを持つすべての粒子を数える。限界粒子径とこれを超える粒子の許容個数は、物質ごとに決められる。

粒子径の評価

粒子径の測定は粒子形状に依存して複雑に変化するので、評価される粒子個数は、測定された数値の信頼性を統計的に保証するのに十分な数でなければならない¹⁾。不規則な形状の粒子

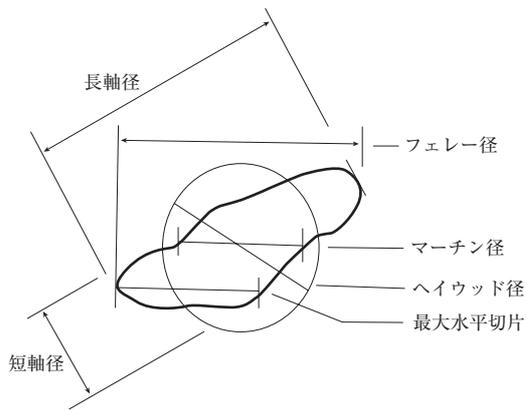


図 3.04-1 一般的に用いられる粒子径

の場合には、粒子径に関する多数の定義が存在する。一般に、不規則な形状の粒子については、粒子径を評価する際に粒子形状に関する情報と同様に、測定した粒子径の種類に関する情報も含めなければならない。汎用されているいくつかの粒子径測定では、以下のように定義されている(図 3.04-1)。

フェレー径(定方向接線径):ランダムに配向した粒子に接し、接眼スケールに垂直な仮想的平行線間の長さ

マーチン径(定方向面積等分径):ランダムに配向した粒子を2つの等しい投影面積に分割する点における粒子の長さ

ヘイウッド径(投影面積円相当径):粒子と同じ投影面積を持つ円の直径

長軸径:接眼スケールに対して平行に配向した粒子の外縁からもう一方の外縁までの最大長さ

短軸径:長軸径に対して直角に測定した粒子の最大長さ

粒子形状の評価

不規則な形状の粒子については、粒子径の評価に粒子形状に関する情報も含めなければならない。試料の均一性は適切な倍率を用いてチェックすべきである。以下に示すものは、粒子形状に関して汎用されているいくつかの用語の定義である(図 3.04-2)。

針状:短軸径と厚みがほぼ等しく、細長い針状の粒子

柱状:針状粒子より大きい短軸径と厚みを持つ、長くて薄い粒子

薄板状:長軸径と短軸径がほぼ等しく、薄くて扁平な粒子

板状:長軸径と短軸径がほぼ等しいが、薄板状より大きい厚みを持つ扁平な粒子

葉片状:長くて薄く、葉片状の粒子

等方状:ほぼ同じ長軸径、短軸径及び厚みを持つ粒子。立方体状及び球状粒子が含まれる

一般的観察

1個の粒子を、通常、最小個別単位とみなす。粒子は液体又は半固体状の液滴、単結晶又は多結晶、非晶質又は凝集体であってもよい。複数の粒子が凝集していてもよい。凝集の程度は次の用語によって表す。

層状:板状粒子が積み重なったもの

アグリゲイト:付着性粒子の塊

アグロメレイト:融解又は固結した粒子

コングロメレイト:2種類以上の粒子の混合物

スフェラライト:放射状のクラスター

ドルージ:小粒子で覆われた粒子

粒子の状態は次の用語で表す。

角・縁:角がある,丸みがある,滑らか,鋭い,破碎状である

色・透明度:着色している(適切なカラーフィルターを用いた場合),透明な,半透明の,不透明な
粒子間の絡み合い:かみ合った,包み込んだ

表面特性は次の用語で表す。

ひび割れ:部分的に裂けている,砕けている,裂け目がある

平滑さ:不規則性,凹凸や突出部がない

多孔性:開孔部や通路を持つ

粗さ:凹凸がある,平坦でない,滑らかでない

凹み:小さいざざざがある

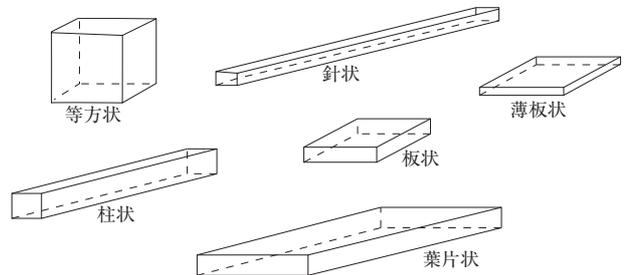


図 3.04-2 一般的に用いられる粒子形状の記述

第2法 ふるい分け法

◆ふるい分け法は、ふるいを用いて粉末状医薬品の粒子径分布を測定する方法であり、本質的には2次元の大きさを評価する測定法である。本法により測定された粒子の大きさは、粒子が通過する最小のふるいの目開き寸法で表される。◆

本法は、粒子径分布による粉体や顆粒を対象とした分級法の一つである。織布ふるいを用いるときは、ふるい分けは基本的には粒子をそれらの中間的な粒子径寸法(例えば、幅)によって分級する。機械的ふるい分け法は、粒子の大多数が約75 μm より大きい場合に最も適している。比較的小さい粒子については軽量であるので、ふるい分け中に粒子が互いに付着したり、ふるいに付着する結果、ふるいを通過するはずの粒子が残留することになり、付着力や凝集力のような粒子間力に打ち勝つには不十分である。このような物質に対しては、エアージェット法又はソニック・シフター法のような振とう法がより適している。ふるい分け法は、測定法の妥当性が確認できれば、75 μm より小さい中位径を持つ粉体や顆粒についても用いることができる。ふるい分け法は、通常、比較的粗大な粉体や顆粒を分級するための方法である。本法は、粉体や顆粒が粒子径のみに基づいて分級される場合には特に適切な方法であり、ほとんどの場合、乾燥状態で行う。

本法の問題点は、かなりの試料量(粉体や顆粒の密度及び試験用ふるいの直径にもよるが、通常は少なくとも25g以上)を必要とすること、及びふるいの目詰まりを起こす傾向のある油状又はその他の付着性粉体や顆粒の場合には、ふるい分けが難しいことである。ふるい開口部からの粒子の通過は、しばしば長さより最大幅又は厚みに依存するので、本法は基本的には粒子径を2次元的に評価することになる。

本法は、試料の全体的な粒子径分布を評価することを目的としている。したがって、特定の 1 個あるいは 2 個のふるいを通過する割合又は残留する割合を測定するものではない。

各条中に別に規定するもののほか、乾式ふるい分け法で述べられているような粒子径分布を評価する。ふるい分け終点に達しにくい場合（例えば、試料がふるいを容易に通過しない場合）、又はより細かい最小ふるい分け範囲（ $<75\ \mu\text{m}$ ）を用いる必要がある場合には、他の粒子径測定法の利用を十分に考慮しておかねばならない。

ふるい分けは、試料が吸湿又は脱湿しないような条件下で行わねばならない。ふるい分けを行う際の環境の相対湿度は、試料の吸湿又は脱湿を防止するために調節しておかねばならない。逆にこのような現象が起らない場合には、ふるい分け法は、通常、環境湿度下で行う。特殊な試料に適用する特別な条件については、各条中にすべて詳細に記載しておく。

ふるい分け法の原理 試験用ふるいは平織による金属線の網目から構成されており、その網目開口部はほぼ正方形であると

仮定され、底のない円筒形容器の底部に固定されている。基本的な測定法は、1 個のふるいの上により粗い網目のふるいを順次積み重ね、最上段のふるいの上に試験粉体を置く。

一群のふるいを所定時間振動させ、各ふるい上に残留する試料質量を正確に量る。試験結果は、各々のふるい径範囲内の粉体の質量基準百分率（%）として与えられる。単一の医薬品粉体の粒子径分布を評価するためのふるい分け法は、一般には粒子の少なくとも 80 % が $75\ \mu\text{m}$ より大きい場合に利用される。ふるい分け法によって粒子径分布を測定する際の粒子径パラメータは、粒子が通過する最も細かいふるいの目開きである。試験用ふるい

本試験に用いるふるいは、各条中で別に規定するもののほか、表 3.04-1 に示すものを用いる。

ふるいは、試料中の全粒子径範囲をカバーできるように選択する。ふるい目開き面積の $\sqrt{2}$ 級数を持つ一群のふるいを用いるのがよい。これらのふるいは、最も粗いふるいを最上段に、最も細かいふるいを最下段にして組み立てる。試験用ふるいの

表 3.04-1 関係する範囲における標準ふるいの目開き寸法

ISO 公称ふるい番号			USP ふるい 番号	推奨される USP ふるい (mesh)	EP ふるい 番号	日本薬局方 ふるい番号
主要寸法	補助寸法					
R 20/3	R 20	R 40/3				
11.20 mm	11.20 mm	11.20 mm			11200	
	10.00 mm	9.50 mm				
	9.00 mm					
8.00 mm	8.00 mm	8.00 mm				
	7.10 mm	6.70 mm				
	6.30 mm					
5.60 mm	5.60 mm	5.60 mm			5600	3.5
	5.00 mm	4.75 mm				4
	4.50 mm					
4.00 mm	4.00 mm	4.00 mm	5	4000	4000	4.7
	3.55 mm	3.35 mm	6			5.5
	3.15 mm					
2.80 mm	2.80 mm	2.80 mm	7	2800	2800	6.5
	2.50 mm	2.36 mm	8			7.5
	2.24 mm					
2.00 mm	2.00 mm	2.00 mm	10	2000	2000	8.6
	1.80 mm	1.70 mm	12			10
	1.60 mm					
1.40 mm	1.40 mm	1.40 mm	14	1400	1400	12
	1.25 mm	1.18 mm	16			14
	1.12 mm					

1.00 mm	1.00 mm	1.00 mm	18	1000	1000	16
	900 μm					
		850 μm	20			18
	800 μm					
710 μm	710 μm	710 μm	25	710	710	22
	630 μm					
		600 μm	30			26
	560 μm					
500 μm	500 μm	500 μm	35	500	500	30
	450 μm					
		425 μm	40			36
	400 μm					
355 μm	355 μm	355 μm	45	355	355	42
	315 μm					
		300 μm	50			50
	280 μm					
250 μm	250 μm	250 μm	60	250	250	60
	224 μm					
		212 μm	70			70
	200 μm					
180 μm	180 μm	180 μm	80	180	180	83
	160 μm					
		150 μm	100			100
	140 μm					
125 μm	125 μm	125 μm	120	125	125	119
	112 μm					
		106 μm	140			140
	100 μm					
90 μm	90 μm	90 μm	170	90	90	166
	80 μm					
		75 μm	200			200
	71 μm					
63 μm	63 μm	63 μm	230	63	63	235
	56 μm					
		53 μm	270			282
	50 μm					
45 μm	45 μm	45 μm	325	45	45	330
	40 μm					
		38 μm				391

目開きの表示には、 μm 又は mm を用いる [注：メッシュ番号は表中で換算する場合のみに用いる]。試験用ふるいはステンレス網製であるが、真鍮製又は他の適切な不活性の網であってもよい。

試験用ふるいの校正は ISO 3310-1²⁾ に準じて行う。ふるいは使用前に著しい歪みや破断がないか、また、特に網面と枠の接合部についても注意深く検査しておく。網目の平均目開きや目開きの変動を評価する場合には、目視で検査してもよい。また、212 ~ 850 μm の範囲内にある試験用ふるいの有効目開きを評価する際には、標準ガラス球を代用してもよい。各条中で別に規定するもののほか、ふるいの校正は調整された室温と環境相対湿度下で行う。

ふるいの洗浄：理想的には、試験用ふるいはエア・ジェット又は液流中でのみ洗浄すべきである。もし、試料が網目に

詰まったら、最終手段として注意深く緩やかなブラッシングを行ってもよい。

測定用試料 特定の物質について各条中に試料の質量が規定されていない場合には、試料のかさ密度に応じて 25 ~ 100 g の試料を用い、直径 200 mm のふるいを用いる。直径 76 mm のふるいを用いる場合は、試料量は 200 mm ふるいの場合の約 1/7 とする。正確に量った種々の質量の試料（例えば、25, 50, 100 g）を同一時間ふるい振とう機にかけ、試験的にふるい分けることによって、この試料に対する最適質量を決定する（注：25 g の試料と 50 g の試料において同じような試験結果が得られ、100 g の試料が最も細かいふるいを通過したときの質量百分率が 25 g 及び 50 g の場合に比べて低ければ、100 g は多すぎる）。10 ~ 25 g の試料しか用いることができない場合には、同じふるいリスト（表 3.04-1）に適

合した直径のより小さい試験用ふるいを代用してもよいが、この場合には終点を決定し直さねばならない。場合によっては、更に小さい質量（例えば、5 g 未満）について測定する必要があるかも知れない。かさ密度が小さい試料、又は主として直径が極めて近似している粒子からなる試料については、ふるいの過剰な目詰まりを避けるために、200 mm ふるいでは試料の質量は 5 g 未満でなければならないこともある。特殊なふるい分け法の妥当性を確認する際には、ふるいの目詰まりの問題に注意しておく。

試料が湿度変化によって著しい吸湿又は脱湿を起しやすいたい場合には、試験は適度に湿度調整された環境下で行わねばならない。同様に、帯電することが知られている試料の場合には、このような帯電が分析に影響しないことを保証するために、注意深く観察しておかねばならない。この影響を最小限にするために、軽質無水ケイ酸又は酸化アルミニウムのような帯電防止剤を 0.5 % レベルで添加してもよい。上に述べたいずれの影響も除去できなければ、これに代わる粒子径測定法を選択しなければならない。

振とう法 いくつかの異なる機構に基づくふるい振とう装置が市販されており、これらのすべてがふるい分けに利用できる。しかしながら、試験中の個々の粒子に作用する力の種類や大きさが機構間で異なるため、振とう法が異なると、ふるい分けや終点の決定において異なる結果を生じる。機械的振とう法又は電磁振とう法、及び垂直方向の振動あるいは水平方向の円運動を行わせることができる方法、又は、タッピング又はタッピングと水平方向の円運動を並行させる方法などが利用できる。気流中での粒子の飛散を利用してよい。測定結果には、用いた振とう法と振とうに関係するパラメータ（これらを変化させることができる場合には）を記載しておかねばならない。

終点の決定 ふるい分けは、いずれのふるいについても、ふるい上質量変化が直前の質量に対して 5 % (76 mm ふるいの場合には 10 %) 又は 0.1 g 以下となったとき、終了する。所定のふるい上の残留量が全試料質量の 5 % 未満となった場合には、終点は、そのふるい上の質量変化を直前の質量に対して 20 % 以下まで引き上げる。各条中に別に規定するもののほか、いずれかのふるい上に残留した試料量が全試料質量の 50 % を超えた場合には、ふるい分けを繰り返す。このふるいと、元の組ふるいの中でこれより粗い目開きを持つふるいとの中間にあるふるい、すなわち、一群の組ふるいから削除された ISO シリーズのふるいを追加する。

ふるい分け法

1) **機械的振とう法 乾式ふるい分け法** 各ふるいの風袋質量を 0.1 g まで量る。質量を正確に量った試料を最上段のふるいの上に置き、ふたをする。組ふるいを 5 分間振とうする。試料の損失がないように組ふるいから各段のふるいを注意深くはずす。●ふるい網の下面に微粉が付着している場合には、必要であれば軟らかいブラシを用いて静かにふるいの下面から除去して、直下段のふるい上の試料に合わせる。◆各ふるいの質量を再度量り、ふるい上の試料質量を測定する。同様にして、受け皿内の試料質量も測定する。ふるいを再度組み合わせ、更に 5 分間振とうする。先に述べたように各ふるいをはずし、質量を量る。これらの操作を終点規格に適合するまで繰り返す（終点の決定の項を参照）。ふるい分けを終了した後、全損失量を計算する。全損失量は元の試料質量の 5 % 以下である。

新たな試料を用いてふるい分けを繰り返すが、このときは先に用いた繰り返回数に対応する合計時間を 1 回のふるい分け時間とする。このふるい分け時間が終点決定のための必要条件に適合していることを確認する。一つの試料についてこの終点の妥当性が確認されている場合は、粒子径分布が正常な変動範囲内であれば、以後のふるい分けには一つの固定したふるい分け時間を用いてもよい。

いずれかのふるいの上に残留している粒子が単一粒子ではなく凝集体であり、機械的乾式ふるい分け法を用いても良好な再現性が期待できない場合には、他の粒子径測定法を用いる。

2) **気流中飛散法 エアー・ジェット法及びソニック・シフター法** 気流を用いた種々の市販装置がふるい分けに利用されている。1 回の時間で 1 個のふるいを用いるシステムをエアー・ジェット法という。本法は乾式ふるい分け法において述べたのと同じ一般的なふるい分け法を用いているが、典型的な振とう機構の代わりに標準化されたエアー・ジェットを用いている。本法で粒子径分布を得るためには、最初に最も細かいふるいから始め、個々のふるいごとに一連の分析をする必要がある。エアー・ジェット法では、しばしば通常の乾式ふるい分け法で用いられているものより細かい試験用ふるいを用いる。本法は、ふるい上残分又はふるい下残分のみを必要とする場合には、より適している。

ソニック・シフター法では組ふるいを用いる。この場合、試料は所定のパルス数（回/分）で試料を持ち上げ、その後再びふるいの網目まで戻すように垂直方向に振動する空気カラム内に運ばれる。ソニック・シフター法を用いる場合は、試料量を 5 g まで低減する必要がある。

エアー・ジェット法とソニック・シフター法は、機械的ふるい分け法では意味のある分析結果が得られない粉体や顆粒について有用である。これらの方法は、気流中に粉体を適切に分散できるかどうかということに大きく依存している。粒子の付着傾向がより強い場合や、特に帯電傾向を持つ試料の場合には、ふるい分け範囲の下限付近 (<75 μm) で本法を用いると、良好な分散性を達成するのは困難である。上記の理由により、終点の決定は特に重大である。また、ふるい上の試料が単一粒子であり、凝集体を形成していないことを確認しておくことは極めて重要である。

結果の解析

個々のふるい上及び受け皿中に残留している試料の質量に加えて、試験記録には全試料質量、全ふるい分け時間、正確なふるい分け法及び変数パラメータに関する値を記載しておかねばならない。試験結果は積算質量基準分布に変換すると便利である。また、分布を積算ふるい下質量基準で表示するのが望ましい場合には、用いたふるい範囲に全試料が通過するふるいを含めておく。いずれかの試験ふるいについて、ふるい分け中にふるい上に残留している試料の凝集体の生成が確認された場合は、ふるい分け法は意味がない。

¹⁾ 粒子径測定、試料量及びデータ解析に関するその他の情報は、例えば、ISO 9276 において利用できる。

²⁾ International Organization for Standardization (ISO) Specification ISO 3310-1; Test sieves—Technical requirements and testing

4. 生物学的試験法／生化学的試験法／微生物学的試験法

4.01 エンドトキシン試験法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

エンドトキシン試験法は、カプトガニ (*Limulus polyphemus* 又は *Tachypleus tridentatus*) の血球抽出成分より調製されたライセート試薬を用いて、グラム陰性菌由来のエンドトキシンを検出又は定量する方法である。本法には、エンドトキシンの作用によるライセート試液のゲル形成を指標とするゲル化法及び光学的变化を指標とする光学測定法がある。光学測定法には、ライセート試液のゲル化過程における濁度変化を指標とする比濁法、及び合成基質の加水分解による発色を指標とする比色法がある。

エンドトキシン試験は、ゲル化法、比濁法又は比色法によって行う。ただし、その結果について疑義がある場合又は係争が生じた場合は、別に規定するもののほか、ゲル化法によって最終の判定を行う。

本法はエンドトキシンによる汚染を避けて行う。

器具

試験に用いるすべてのガラス製及びその他の耐熱性器具は、有効とされている方法により乾熱処理を行う。通例、少なくとも 250℃ で 30 分間の乾熱処理を行う。また、マルチウエルプレート及びマイクロピペット用チップなどのプラスチック製品を用いる場合は、エンドトキシンが検出されないこと及びエンドトキシン試験に対する干渉作用のないことが確認されたものを用いる。

エンドトキシン標準原液の調製

◆エンドトキシン標準原液はエンドトキシン 10000 標準品又はエンドトキシン 100 標準品をエンドトキシン試験用水で溶解して調製する。◆なお、エンドトキシン単位は EU で示し、1 EU は 1 エンドトキシン国際単位 (IU) に等しい。

エンドトキシン標準溶液の調製

エンドトキシン標準溶液はエンドトキシン標準原液を十分に振り混ぜた後、エンドトキシン試験用水で希釈して調製する。エンドトキシン標準溶液は、エンドトキシンの容器への吸着を避けるため、できるだけ速やかに使用する。

試料溶液の調製

別に規定するもののほか、医薬品をエンドトキシン試験用水で溶解又は希釈し、試料溶液とする。◆医薬品容器の試験では、別に規定する方法に従い、試料溶液を調製する。◆ライセート試液と試料溶液の混液の pH が用いるライセート試薬に規定される pH 範囲になるように、試料溶液の pH の調整を必要とする場合もある。通例、試料溶液の pH は、6.0 ~ 8.0 の範囲にあればよい。pH の調整に用いる試液又は溶液はエンドトキシン試験用水を用いて調製し、エンドトキシンが検出されない容器に保存する。

最大有効希釈倍数の求め方

最大有効希釈倍数とは、試料溶液中に存在する反応干渉因子の影響を希釈により回避できるとき、許容される試料溶液の最

大の希釈倍数である。

最大有効希釈倍数は、次の式によって求める。

最大有効希釈倍数

$$= \frac{\text{エンドトキシン規格値} \times \text{試料溶液の濃度}}{\lambda}$$

エンドトキシン規格値：注射剤のエンドトキシン規格値は、投与量に基づいて規定されており、 K/M に等しい。ただし、 K は発熱を誘起するといわれる体重 1 kg 当たりのエンドトキシンの量 (EU/kg) であり、 M は体重 1 kg 当たり 1 時間以内に投与する注射剤の最大量である。

試料溶液の濃度：試料溶液の濃度の単位は、エンドトキシン規格値が質量当たり (EU/mg) で規定されている場合は mg/mL、◆当量当たり (EU/mEq) で規定されている場合は mEq/mL、◆生物学的単位当たり (EU/単位) で規定されている場合は単位/mL、容量当たり (EU/mL) で規定されている場合は mL/mL である。

λ ：ゲル化法の場合はライセート試薬の表示感度 (EU/mL) であり、比濁法又は比色法の場合は検量線の最小エンドトキシン濃度 (EU/mL) である。

ゲル化法

本法は、エンドトキシンの存在によるライセート試液の凝固反応に基づいて、エンドトキシンを検出又は定量する方法である。

本法の精度と有効性を保証するために、予備試験でライセート試薬の表示感度確認試験及び反応干渉因子試験を行う。

(1) 予備試験

(i) ライセート試薬の表示感度確認試験

ライセート試薬の表示感度とは、ライセート試薬に規定されている条件下でのライセート試液の凝固に必要な最小エンドトキシン濃度である。ライセート試薬は各ロットにつき、使用する前にその表示感度 λ を確認しなければならない。

本試験は、試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う。

ライセート試薬の表示感度の確認は、次の方法により行う。

エンドトキシン標準原液をエンドトキシン試験用水で希釈し、 2λ 、 1λ 、 0.5λ 及び 0.25λ の 4 種の濃度のエンドトキシン標準溶液を調製する。ライセート試薬をエンドトキシン試験用水又は適当な緩衝液で溶解し、ライセート試液とする。

ライセート試液及びそれと等しい量、通例、0.1 mL のエンドトキシン標準溶液を試験管にとり、混和する。単回試験用の凍結乾燥ライセート試薬を用いる場合は、その容器にエンドトキシン標準溶液を直接加え、ライセート試薬を溶解する。

これらの試験管又は容器を通例、 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ に保ち、振動を避けて 60 ± 2 分間静置した後、穏やかに約 180° 転倒し、内容物を観察する。流出しない堅固なゲルが形成されているとき、陽性とする。ゲルを形成しないか、又は形成したゲルが流出するとき、陰性とする。

調製した 4 種の濃度のエンドトキシン標準溶液を用いて、この 4 種の液を一組とした試験を 4 回行う。

各回の試験において、濃度 0.25λ のエンドトキシン標準

溶液がすべて陰性を示さないとき、試験は無効である。試験が無効となったときは、試験条件を整備して再試験を行う。

各回の試験において、陽性を示す最小エンドトキシン濃度をエンドポイント濃度とし、次の式によって幾何平均エンドポイント濃度を求める。

$$\text{幾何平均エンドポイント濃度} = \text{antilog} (\Sigma e/f)$$

Σe : 各回のエンドポイント濃度の対数 e の和
 f : 試験の回数

求めた幾何平均エンドポイント濃度が 0.5 ~ 2.0 λ の範囲にあるとき、ライセート試薬の表示感度は確認されたことになる。

(ii) 反応干渉因子試験

本試験は、試料溶液について、反応を促進又は阻害する因子の有無を調べる試験である。

表 4.01-1 に従い、試料溶液を用いて A 及び B 液を調製し、エンドトキシン試験用水を用いて C 及び D 液を調製する。これらの液につき、A 及び B 液は 4 回、C 及び D 液は 2 回試験する。反応温度、反応時間及びゲル化判定法は、(1) 予備試験 (i) ライセート試薬の表示感度確認試験を準用する。

B 液及び C 液の幾何平均エンドポイント濃度は、(1) 予備試験 (i) ライセート試薬の表示感度確認試験の計算式を準用して求める。

本試験は、試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う。

表 4.01-1

液	エンドトキシン添加濃度/被添加液	希釈液	希釈倍数	希釈後の添加エンドトキシンの濃度	試験の回数
A	0/試料溶液	—	—	—	4
B	2 λ /試料溶液	試料溶液	1	2 λ	4
			2	1 λ	
			4	0.5 λ	
			8	0.25 λ	
C	2 λ /エンドトキシン試験用水	エンドトキシン試験用水	1	2 λ	2
			2	1 λ	
			4	0.5 λ	
			8	0.25 λ	
D	0/エンドトキシン試験用水	—	—	—	2

A 及び D 液のすべてが陰性を示し、C 液の試験結果によりライセート試薬の表示感度が確認されたとき、反応干渉因子試験は有効とする。

B 液の試験において幾何平均エンドポイント濃度が 0.5 ~ 2.0 λ の範囲にあるとき、反応干渉因子は試料溶液に存在しないものと判定し、試料溶液は反応干渉因子試験に適合とする。幾何平均エンドポイント濃度がこの範囲にないとき試料溶液は反応干渉作用を有する。試料溶液に反応干渉作用が認められるとき、最大有効希釈倍数を超えない範囲で試料溶液を更に希釈し、試験を行う。なお、試料溶液から反応干渉作用を除くために、試料溶液又は希釈した試料溶液につき、

ろ過、反応干渉因子の中和、透析又は加熱処理などを施すことができる。

(2) 限度試験法

本法は、試料溶液に規格値を超えるエンドトキシンが含まれるか否かを、ライセート試薬の表示感度を指標とし、ゲル化反応により判定する方法である。

(i) 操作法

表 4.01-2 に従い、A, B, C 及び D 液を調製し、これらの 4 種の液を一組として試験を 2 回行う。A 及び B 液の試料溶液は、(1) 予備試験 (ii) 反応干渉因子試験に適合する溶液を用いる。

反応温度、反応時間及びゲル化判定は、(1) 予備試験 (i) ライセート試薬の表示感度確認試験を準用する。

表 4.01-2

液	エンドトキシン添加濃度/被添加液	試験の回数
A	0/試料溶液	2
B	2 λ /試料溶液	2
C	2 λ /エンドトキシン試験用水	2
D	0/エンドトキシン試験用水	2

(ii) 判定

B 及び C 液の 2 回の試験結果がいずれも陽性で、D 液の 2 回の試験結果がいずれも陰性のとき、試験は有効とする。

A 液の 2 回の試験結果がいずれも陰性のとき、被検試料はエンドトキシン規格に適合とし、いずれも陽性のとき、不適とする。

A 液の 2 回の試験結果において、1 回が陰性で他の 1 回が陽性のとき、この 2 回の試験を繰り返す。その 2 回の試験結果がいずれも陰性のとき、被検試料はエンドトキシン規格に適合とする。両方若しくは一方が陽性の場合も不適とする。

ただし、陽性の結果が得られたいずれの場合でも、試料溶液の希釈倍数が最大有効希釈倍数未満の場合、最大有効希釈倍数あるいはそれを超えない希釈倍数で試験をやり直すことができる。

(3) 定量試験法

本法は、試料溶液中のエンドトキシン濃度をゲル化反応のエンドポイントを求めることによって測定する方法である。

(i) 操作法

表 4.01-3 に従い、A, B, C 及び D 液を調製する。これらの 4 種の液を一組として試験を 2 回行う。A 及び B 液の試料溶液は、(1) 予備試験 (ii) 反応干渉因子試験に適合する溶液を用いる。

試験の操作条件は (1) 予備試験 (i) ライセート試薬の表示感度確認試験を準用する。

(ii) エンドトキシン濃度の算出及び判定

2 回の試験でいずれも、D 液は陰性を、B 液は陽性を示し、C 液の幾何平均エンドポイント濃度が 0.5 ~ 2.0 λ の範囲にあるとき、試験は有効とする。

A 液の希釈系列において、陽性を示す最大の希釈倍数をエンドポイントとし、 λ にエンドポイントにおける希釈倍数を乗じて得た値を A 液のエンドトキシン濃度とする。

表 4.01-3

液	エンドトキシン 添加濃度/被添加液	希釈液	希釈 倍数*	希釈後の添加エン ドトキシンの濃度	試験の 回数
A	0/試料溶液	エンドトキシン 試験用水	1	—	2
			2	—	
			4	—	
			8	—	
B	2 λ/試料溶液	—	1	2 λ	2
C	2 λ/エンドトキシン 試験用水	エンドトキシン 試験用水	1	2 λ	2
			2	1 λ	
			4	0.5 λ	
			8	0.25 λ	
D	0/エンドトキシン試験用水	—	—	—	2

* A 液の段階希釈は、最大有効希釈倍数を超えない範囲で適宜変更してよい。

A 液の 2 回の試験結果より、幾何平均エンドトキシン濃度を求める。幾何平均エンドトキシン濃度は、(1) 予備試験 (i) ライセート試薬の表示感度確認試験の計算式を準用して求める。

A 液の希釈系列の中に陽性を示すものがないとき、A 液のエンドトキシン濃度は λ に A 液の最小希釈倍数を乗じた値未満とする。

A 液の希釈系列のすべてが陽性のとき、A 液のエンドトキシン濃度は、λ に A 液の最大希釈倍数を乗じた値以上とする。

A 液の平均エンドトキシン濃度から、被検試料のエンドトキシンの濃度 (EU/mL, EU/mg, EU/mEq 又は EU/単位) を算出する。

被検試料のエンドトキシンの濃度 (EU/mL, EU/mg, EU/mEq 又は EU/単位) が、医薬品各条に規定されたエンドトキシン規格を満たすとき、被検試料はエンドトキシン試験に適合する。

光学的測定法

(1) 比濁法

本法は、ライセート試液のゲル化に伴う濁度の変化を測定することにより、試料溶液のエンドトキシン濃度を測定する方法である。エンドポイント-比濁法とカイネティック-比濁法がある。

エンドポイント-比濁法は、エンドトキシン濃度と一定反応時間後における反応液の濁度との間の用量反応関係に基づく方法である。

カイネティック-比濁法は、エンドトキシン濃度と反応液があらかじめ設定された濁度に達するのに要した時間又は濁度の経時変化率との間の用量反応関係に基づく方法である。

試験は、通例、 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ で行い、濁度は吸光度又は透過率で示される。

(2) 比色法

本法は、エンドトキシンのライセート試液との反応により、発色合成基質から遊離される発色基の量を吸光度又は透過率で測定することにより、エンドトキシンを定量する方法であ

る。エンドポイント-比色法とカイネティック-比色法がある。

エンドポイント-比色法は、エンドトキシン濃度と一定反応時間後における発色基の遊離量との間の用量反応関係に基づく方法である。

カイネティック-比色法は、エンドトキシン濃度と反応液があらかじめ設定された吸光度又は透過率に達するのに要する時間又は発色の経時変化率との間の用量反応関係に基づく方法である。

試験は、通例、 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ で行う。

(3) 予備試験

比濁法又は比色法の精度と有効性を保証するために、検量線の信頼性確認試験及び反応干渉因子試験を行う。

(i) 検量線の信頼性確認試験

◆本試験は、ライセート試薬の各ロットにつき行う。◆

用いるライセート試薬に規定されているエンドトキシンの濃度範囲で、少なくとも 3 種の濃度のエンドトキシン標準溶液を調製し、これらの各濃度の溶液につき、3 回以上測定して検量線を作成する。エンドトキシン標準溶液とライセート試液の容量比、反応時間、反応温度、pH などの操作条件は用いるライセート試薬の至適条件に従う。

検量線の濃度範囲を 2 桁より大きくするとき、1 桁大きくするごとに用いるエンドトキシン標準溶液の濃度を 1 濃度ずつ追加する。

作成した検量線の相関係数 r を求めるとき、その絶対値 $|r|$ が 0.980 以上であることを確認する。

検量線の信頼性が確認されなかったときは、試験条件を整備して再試験を行う。

本試験は、試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う。

(ii) 反応干渉因子試験

表 4.01-4 に従い、A, B, C 及び D 液を調製して、試験を行う。ライセート試液の採取量、ライセート試液に対する試料溶液の容量比、反応時間などの操作条件は、用いるライセート試薬の至適条件に従う。

本試験は、試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う。

◆本試験は次の条件に適合しないとき、無効である。

1. C 液で作成した検量線の相関係数の絶対値は 0.980 以上である。

表 4.01-4

液	エンドトキシン添加濃度	被添加液	試験管又は ウエルの数
A	0	試料溶液*1	2 以上
B	検量線の中点濃度*2	試料溶液*1	2 以上
C	3 濃度以上*3	エンドトキシン試験用水	各濃度、 2 以上
D	0	エンドトキシン試験用水	2 以上

*1 最大有効希釈倍数を超えない範囲で希釈した試料溶液を用いてもよい。

*2 検量線の中点又は中点付近のエンドトキシン濃度になるように、エンドトキシン標準溶液を添加する。

*3 (3) 予備試験 (i) 検量線の信頼性確認試験で用いた濃度。

2. D 液の測定結果は、ライセート試薬に設定されている空試験の限度値を超えないか、又はエンドトキシンの検出限界未満である。◆

B 液で測定されたエンドトキシン濃度と A 液で測定されたエンドトキシン濃度の差に基づいて、B 液の添加エンドトキシン濃度に対するエンドトキシンの回収率を計算する。添加エンドトキシンの回収率が 50 ~ 200 % の範囲にあるとき、反応干渉因子は試料溶液に存在しないと判定する。

◆エンドトキシンの回収率が規定の範囲にないとき、試料溶液は反応干渉作用を有する。試料溶液に反応干渉作用が認められるとき、最大有効希釈倍数を超えない範囲で試料溶液を更に希釈し、試験を行う。なお、試料溶液又は最大有効希釈倍数を超えない範囲で希釈した試料溶液から反応干渉因子を除くために、ろ過、反応干渉因子の中和、透析又は加熱処理などを施すことができる。◆

(4) 定量

(i) 操作法

表 4.01-4 に示す A, B, C 及び D 液を調製し、(3) 予備試験 (ii) 反応干渉因子試験を準用して操作する。

(ii) エンドトキシン濃度の算出

C 液で作成した検量線を用い、A 液のエンドトキシン濃度を算出する。

ただし、次のすべての条件に適合しないとき、試験は無効である。

1. C 液で作成した検量線の相関係数の絶対値は 0.980 以上である。

2. B 液で測定されたエンドトキシン濃度と A 液で測定されたエンドトキシン濃度の差に基づいて、B 液の添加エンドトキシン濃度に対するエンドトキシンの回収率を計算するとき、その回収率は 50 ~ 200 % の範囲にある。

3. D 液の結果が、ライセート試薬に設定されている空試験の限度値を超えないか、◆又はエンドトキシンの検出限界未満である。◆

(iii) 判定

A 液のエンドトキシン濃度に基づき、被検試料のエンドトキシンの濃度 (EU/mL, EU/mg, EU/mEq 又は EU/単位) を求め、その値が医薬品各条に規定されたエンドトキシン規格を満たすとき、被検試料はエンドトキシン試験に適合する。

4.02 抗生物質の微生物学的力価試験法

抗生物質の微生物学的力価試験法は抗生物質医薬品の力価を抗生物質の抗菌活性に基づいて測定する方法である。本法には、試験菌の発育阻止円の大きさを指標とする円筒平板法及び穿孔平板法、並びに試験菌液の濁度の変化を指標とする比濁法がある。別に規定するもののほか、円筒平板法により規定される試験については、同じ試験条件により穿孔平板法で実施することができる。本法で使用する水、生理食塩液、緩衝液、試薬・試液及び計器・器具は、必要に応じて滅菌したものをを用いる。また、本試験を行うに当たっては、バイオハザード防止に十分に留意する。

I. 円筒平板法

本法は円筒カンテン平板を用いて得られる試験菌の発育阻止円の大きさを指標として、抗菌活性を測定する方法である。

1. 試験菌

医薬品各条に規定する試験菌を用いる。

2. 培地

別に規定するもののほか、次の組成の培地を用いる。ただし、培地の成分として単にペプトンと記載してある場合は、肉製ペプトン又はカゼイン製ペプトンのいずれを用いてもよい。培地の pH は水酸化ナトリウム試液又は 1 mol/L 塩酸試液を用いて調整し、滅菌後の pH が規定の値になるようにする。ただし、*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる試験の培地の pH は、アンモニア試液、水酸化カリウム試液又は 1 mol/L 塩酸試液を用いて調整する。なお、規定の培地と類似の成分を有し、同等又はより優れた菌の発育を示す他の培地を用いることができる。別に規定するもののほか、滅菌は高圧蒸気法で行う。

(1) 基層用及び種層用カンテン培地

1) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 の場合

i	ペプトン	5.0 g
	肉エキス	3.0 g
	カンテン	15.0 g
	水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 7.8 ~ 8.0 とする。

ii	ペプトン	5.0 g
	肉エキス	3.0 g
	クエン酸三ナトリウム二水和物	10.0 g
	カンテン	15.0 g
	水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 6.5 ~ 6.6 とする。

2) 試験菌 *Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 の場合

	ブドウ糖	10.0 g
	ペプトン	9.4 g
	肉エキス	2.4 g
	酵母エキス	4.7 g
	塩化ナトリウム	10.0 g
	カンテン	15.0 g
	水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 6.0 ~ 6.2 とする。

3) その他の試験菌の場合

i	ブドウ糖	1.0 g
	ペプトン	6.0 g
	肉エキス	1.5 g
	酵母エキス	3.0 g
	カンテン	15.0 g
	水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 6.5 ~ 6.6 とする。

ii	ブドウ糖	1.0 g
	肉製ペプトン	6.0 g
	カゼイン製ペプトン	4.0 g

肉エキス	1.5 g
酵母エキス	3.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする。

iii ペプトン	10.0 g
肉エキス	5.0 g
塩化ナトリウム	2.5 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする。

(2) 試験菌移植用カンテン培地

1) 試験菌 *Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 の場合

ブドウ糖	15.0 g
ペプトン	5.0 g
酵母エキス	2.0 g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5 g
リン酸二水素カリウム	1.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 6.0 ～ 6.2 とする。

2) その他の試験菌の場合

i ブドウ糖	1.0 g
肉製ペプトン	6.0 g
カゼイン製ペプトン	4.0 g
肉エキス	1.5 g
酵母エキス	3.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする。

ii ペプトン	10.0 g
肉エキス	5.0 g
塩化ナトリウム	2.5 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする。

3. 斜面又は平板培地の調製

別に規定するもののほか、斜面培地はカンテン培地約 9 mL を内径約 16 mm の試験管に分注して斜面とし、また平板培地はカンテン培地約 20 mL を内径約 90 mm のペトリ皿に分注して平板とする。

4. 試験芽胞液及び試験菌液の調製

別に規定するもののほか、次の方法で調製する。なお、試験菌の性状等の確認は必要に応じて実施する。

(1) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 の試験芽胞液の調製

試験菌を試験菌移植用カンテン培地 2) の i より製した斜面又は平板培地に接種し、32 ～ 37℃ で 16 ～ 24 時間培養する。生育した菌を試験菌移植用カンテン培地 2) の ii より製し

た適当な容量の斜面又は平板培地に接種し、32 ～ 37℃ で 1 週間以上培養して芽胞を形成させる。この芽胞形成菌を生理食塩液に懸濁させ、65℃ で 30 分間加熱した後、遠心分離により芽胞を集める。得られた芽胞を、生理食塩液を用いて遠心分離により 3 回洗浄した後、水又は生理食塩液に懸濁し、再び 65℃ で 30 分間加熱して、試験芽胞液とする。試験芽胞液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する。試験芽胞液は 5℃ 以下に保存し、6 箇月以内に使用する。なお、試験芽胞液は適当な抗生物質を用いた力価試験で明瞭かつ適当な大きさの阻止円が形成された場合、更に 6 箇月間使用することができる。

(2) 試験菌 *Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 の試験菌液の調製

試験菌を試験菌移植用カンテン培地 1) より製した斜面又は平板培地に接種し、25 ～ 26℃ で 40 ～ 48 時間、少なくとも 3 回継代培養する。生育した菌を試験菌移植用カンテン培地 1) より製した斜面又は平板培地に接種し、25 ～ 26℃ で 40 ～ 48 時間培養する。この生育した菌をかきとって生理食塩液に懸濁させて試験菌液とする。試験菌液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する。試験菌液は 5℃ 以下に保存し、30 日以内に使用する。

(3) その他の試験菌の試験菌液の調製

試験菌を試験菌移植用カンテン培地 2) の i より製した斜面又は平板培地に接種し、32 ～ 37℃ で 16 ～ 24 時間、少なくとも 3 回継代培養する。生育した菌を試験菌移植用カンテン培地 2) の i より製した斜面又は平板培地に接種し、32 ～ 37℃ で 16 ～ 24 時間培養する。この生育した菌をかきとって生理食塩液に懸濁させて試験菌液とする。試験菌液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する。試験菌液は 5℃ 以下に保存し、5 日以内に使用する。

5. 基層カンテン平板の調製

別に規定するもののほか、ペトリ皿の場合は基層用カンテン培地約 20 mL を、大型皿の場合は培地の厚さが 2 ～ 3 mm となるように基層用カンテン培地を入れ、カンテンが水平になるように広げて基層カンテン平板とする。

6. 種層カンテン培地の調製

別に規定するもののほか、48 ～ 51℃ に保った種層用カンテン培地に、標準溶液により明瞭かつ適当な大きさの阻止円を形成する量の試験芽胞液又は試験菌液を加え、十分に混合し、種層カンテン培地とする。通例、種層用カンテン培地に加える芽胞液及び菌液の割合は、それぞれ 0.1 ～ 1.0 vol% 及び 0.5 ～ 2.0 vol% とする。

7. 円筒カンテン平板の調製

基層カンテン平板の上に医薬品各条に規定された種層カンテン培地をペトリ皿には 4 ～ 6 mL、大型皿にはその厚さが 1.5 ～ 2.5 mm になるように分注し、表面に一樣に広げてペトリ皿カンテン平板又は大型皿カンテン平板とする。平板はカンテンの凝固後、清浄な環境下で放置し、ペトリ皿又は大型皿内の水蒸気、カンテン表面の水を発散させる。ペトリ皿カンテン平板上の半径約 25 ～ 28 mm の円周上に、等間隔になるように 4 個の円筒を置き、ペトリ皿円筒カンテン平板とする。大型皿カンテン平板にはペトリ皿カンテン平板に準ずる位置に円筒をおき、4 個の円筒一組でペトリ皿 1 枚分とし、大型皿円筒カンテン平板とする。円筒は、外径 7.9 ～ 8.1 mm、内

径 5.9 ~ 6.1 mm, 高さ 9.9 ~ 10.1 mm のステンレス製の
もので、試験に支障をきたさないものを用いる。円筒カンテン
平板は用時製する。

8. 標準溶液

医薬品各条に規定する高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液を
用いる。標準溶液は、別に規定するもののほか、用時製する。

9. 試料溶液

医薬品各条に規定する高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液を
用いる。試料溶液は、別に規定するもののほか、用時製する。

10. 操作法

別に規定するもののほか、通例、ペトリ皿円筒カンテン平板
5 枚（大型皿円筒カンテン平板の場合はこれに準ずる数）を一
組として用いる。各円筒カンテン平板の相対する円筒に高濃度
標準溶液及び低濃度標準溶液を等量ずつ入れる。また他の相対
する円筒に高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液を等量ずつ入れ
る。なお、それぞれの標準溶液及び試料溶液はすべて等量ずつ
入れる。各円筒カンテン平板を 32 ~ 37°C で 16 ~ 20 時
間培養し、形成された阻止円の直径を、適当な用具を用いて、
少なくとも 0.25 mm の差が確認できる精度で測定する。各操
作は清浄な環境下で迅速に行う。

11. 力価の計算法

円筒内の溶液の力価 (P) と阻止円の直径 (d) との間には
次の関係が成立する。必要に応じ、この関係式が成立すること
を確認する。

$$d = \alpha \log P + \beta$$

ただし、 α 及び β は定数である。

この関係式に基づき、採取した試料中の力価を次式により求
める。

採取した試料中の力価

$$= A \times \text{高濃度標準溶液 1 mL 中の力価} \\ \times \text{高濃度試料溶液の希釈倍率}$$

$$\log A = \frac{IV}{W}$$

$$I = \log (S_{H} \text{ の力価} / S_{L} \text{ の力価})$$

$$V = \Sigma U_{H} + \Sigma U_{L} - \Sigma S_{H} - \Sigma S_{L}$$

$$W = \Sigma U_{H} + \Sigma S_{H} - \Sigma U_{L} - \Sigma S_{L}$$

ただし、 ΣS_{H} 、 ΣS_{L} 、 ΣU_{H} 及び ΣU_{L} はそれぞれ S_{H} (高濃
度標準溶液)、 S_{L} (低濃度標準溶液)、 U_{H} (高濃度試料溶液) 及
び U_{L} (低濃度試料溶液) の各阻止円の直径 (mm) の和であ
る。

II. 穿孔平板法

本法は、穿孔カンテン平板を用いて得られる試験菌の発育阻
止円の大きさを指標として、抗菌活性を測定する方法である。

本法は円筒平板法における円筒カンテン平板の代わりに穿孔
カンテン平板を用いる方法であり、次の条件で行う。ただし、
試験菌、培地、斜面又は平板培地の調製、試験芽胞液及び試験
菌液の調製、基層カンテン平板の調製、種層カンテン培地の調
製、標準溶液、試料溶液及び力価の計算法は円筒平板法を準用
する。

1. 穿孔カンテン平板の調製

基層カンテン平板の上に医薬品各条に規定された種層カンテ

ン培地をペトリ皿には 4 ~ 6 mL, 大型皿にはその厚さが
1.5 ~ 2.5 mm になるように分注し、表面に一様に広げてペ
トリ皿カンテン平板又は大型皿カンテン平板とする。カンテン
の凝固後、清浄な環境下で放置し、ペトリ皿又は大型皿内の水
蒸気、カンテン表面の水を発散させる。ペトリ皿カンテン平板
上の半径約 25 ~ 28 mm の円周上に、等間隔になるように、
皿の底面に達する直径 7.9 ~ 8.1 mm の円形の孔を、適当な
用具を用いて 4 個あけ、ペトリ皿穿孔カンテン平板とする。
大型皿カンテン平板にはペトリ皿カンテン平板に準ずる位置に
孔をあけ、4 孔一組でペトリ皿 1 枚分とし、大型皿穿孔カン
テン平板とする。穿孔カンテン平板は用時製する。

2. 操作法

別に規定するもののほか、通例、ペトリ皿穿孔カンテン平板
5 枚（大型皿穿孔カンテン平板の場合はこれに準ずる数）を一
組として用いる。各穿孔カンテン平板の相対する孔に高濃度標
準溶液及び低濃度標準溶液を等量ずつ入れる。また他の相対す
る孔に高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液を等量ずつ入れる。
なお、それぞれの標準溶液及び試料溶液はすべて等量ずつ入れ
る。各穿孔カンテン平板を 32 ~ 37°C で 16 ~ 20 時間培
養し、形成された阻止円の直径を適当な用具を用いて、少な
くとも 0.25 mm の差が確認できる精度で測定する。各操作は
清浄な環境下で迅速に行う。

III. 比濁法

本法は、試験菌の発育阻止に伴う濁度の光学的な変化を指標
として、抗菌活性を測定する方法である。

1. 試験菌

医薬品各条に規定する試験菌を用いる。

2. 培地

別に規定するもののほか、次の組成の培地を用いる。ただし、
培地の成分として単にペプトンと記載してある場合は、肉製ペ
プトン又はカゼイン製ペプトンのいずれかを用いてもよい。培
地の pH は水酸化ナトリウム試液又は 1 mol/L 塩酸試液を
用いて調整し、滅菌後の pH が規定の値になるようにする。
なお、規定の培地と類似の成分を有し、同等又はより優れた菌
の発育を示す他の培地を用いることができる。別に規定するも
ののほか、滅菌は高圧蒸気法で行う。

(1) 試験菌移植用カンテン培地

ブドウ糖	1.0 g
ペプトン	6.0 g
肉エキス	1.5 g
酵母エキス	3.0 g
塩化ナトリウム	2.5 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 6.5 ~
6.6 とする。

(2) 試験菌懸濁用液状培地

ブドウ糖	1.0 g
ペプトン	5.0 g
肉エキス	1.5 g
酵母エキス	1.5 g
塩化ナトリウム	3.5 g
リン酸二水素カリウム	1.32 g

無水リン酸水素二ナトリウム 3.0 g
水 1000 mL

全成分を混和し、滅菌する。滅菌後の pH は 7.0 ～ 7.1 とする。なお、無水リン酸水素二ナトリウム 3.0 g の代わりにリン酸水素二カリウム 3.68 g を用いることができる。

3. 斜面又は平板培地の調製

別に規定するもののほか、円筒平板法の斜面又は平板培地の調製を準用する。

4. 試験菌液の調製

別に規定するもののほか、試験菌を試験菌移植用カンテン培地より製した斜面又は平板培地に接種し、32 ～ 37℃ で 16 ～ 24 時間、少なくとも 3 回継代培養する。なお、試験菌の性状等の確認は必要に応じて実施する。生育した菌を試験菌移植用カンテン培地より製した斜面又は平板培地に接種し、32 ～ 37℃ で 16 ～ 24 時間培養する。この生育した菌をかきとって試験菌懸濁用液状培地に懸濁させて試験菌液とする。試験菌液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する。

5. 標準溶液

医薬品各条で規定する標準溶液を用いる。標準溶液は、別に規定するもののほか、用時製する。

6. 試料溶液

医薬品各条で規定する試料溶液を用いる。試料溶液は、別に規定するもののほか、用時製する。

7. 操作法

別に規定するもののほか、次のように行う。各標準溶液、試料溶液及び対照溶液として水 1.0 mL ずつをとり、それぞれ内径約 14 mm、長さ約 13 cm の試験管 3 本ずつに入れる。各試験管に試験菌液 9.0 mL ずつを加え、35 ～ 37℃ で 3 ～ 4 時間培養する。培養後、ホルムアルデヒド液溶液 (1 → 3) 0.5 mL ずつを各試験管に加え、波長 530 nm における透過率又は吸光度を測定する。

8. 力価の計算法

各標準溶液、試料溶液及び対照溶液の平均透過率又は平均吸光度を求める。各標準溶液から得た平均透過率又は平均吸光度より検量線を作成し、この検量線を用いて、試料溶液の平均透過率又は平均吸光度より試料溶液の力価を求める。

なお、等比的 5 段階濃度の標準溶液を用いる場合は、次の式によって L 値及び H 値を求め、この 2 点を結ぶ直線を検量線とすることができる。

$$L = \frac{3a + 2b + c - e}{5} \quad H = \frac{3e + 2d + c - a}{5}$$

L : 標準曲線の最低濃度における透過率又は吸光度の計算値

H : 標準曲線の最高濃度における透過率又は吸光度の計算値

a, b, c, d 及び e : 各標準溶液の平均透過率又は平均吸光度。ただし、最低濃度標準溶液の平均値を a とし、次いで等比的に濃度の高い標準溶液の平均値を b, c, d とし、最高濃度標準溶液の平均値を e とする。

4.03 消化力試験法

消化力試験法は、消化酵素剤の原体及び製剤のでんぷん消化力、たん白消化力及び脂肪消化力を測定する方法である。

(1) でんぷん消化力試験法

でんぷん消化力の測定は、次のでんぷん糖化力測定法、でんぷん糊精化力測定法又はでんぷん液化力測定法により行う。

(i) でんぷん糖化力測定法

でんぷん糖化力は、でんぷんにアミラーゼが作用するとき、グルコシド結合の切断に伴って増加する還元力を測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間に 1 mg のブドウ糖に相当する還元力の増加をもたらす酵素量を 1 でんぷん糖化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、還元力の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、0.4 ～ 0.8 でんぷん糖化力単位/mL である。必要ならばろ過する。

基質溶液の調製

でんぷん消化力試験用パレイショデンプン試液を用いる。ただし、必要ならば pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL の代わりに医薬品各条で規定する緩衝液又は塩類溶液 10 mL を加える。

操作法

基質溶液 10 mL を正確に量り、37±0.5℃ で 10 分間加熱した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37±0.5℃ で正確に 10 分間放置した後、でんぷん消化力試験用フェーリング試液のアルカリ性酒石酸塩液 2 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。次に、でんぷん消化力試験用フェーリング試液の銅液 2 mL を正確に加え、軽く振り混ぜた後、水浴中で正確に 15 分間加熱し、直ちに 25℃ 以下に冷却する。次に、濃ヨウ化カリウム試液 2 mL 及び薄めた硫酸 (1 → 6) 2 mL を正確に加え、遊離したヨウ素を 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (a mL)。ただし、滴定の終点は、滴定が終点近くなったとき、溶性デンプン試液 1 ～ 2 滴を加え、生じた青色が脱色するときとする。別に、基質溶液の代わりに水 10 mL を正確に量り、同様に操作して滴定 (2.50) する (b mL)。

でんぷん糖化力 (単位/g)

$$= \text{ブドウ糖の量 (mg)} \times \frac{1}{10} \times \frac{1}{W}$$

ブドウ糖の量 (mg) = ($b - a$) × 1.6

W : 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

(ii) でんぷん糊精化力測定法

でんぷん糊精化力は、でんぷんにアミラーゼが作用するとき、でんぷんの直鎖成分 (アミロース) の低分子化に伴うでんぷんのヨウ素による呈色の減少を測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にパレイショデンプンのヨウ素による呈色を 10 % 減少させる酵素量を 1 でんぷん糊精化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、でんぶんのヨウ素による呈色の減少が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、0.2～0.5 でんぶん糊精化力単位/mL である。必要ならば過する。

基質溶液の調製

でんぶん糖化力測定法に準じて調製する。

操作法

基質溶液 10 mL を正確に量り、 $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 10 分間加熱した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で正確に 10 分間放置した後、この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に加え、直ちに振り混ぜる。次に、この液 0.5 mL を正確に量り、0.0002 mol/L ヨウ素試液 10 mL を正確に加え、振り混ぜた後、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_T を測定する。別に、試料溶液の代わりに水 1 mL を正確に加えて同様に操作し、吸光度 A_B を測定する。

$$\text{でんぶん糊精化力 (単位/g)} = \frac{A_B - A_T}{A_B} \times \frac{1}{W}$$

W: 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

(iii) でんぶん液化力測定法

でんぶん液化力は、でんぶんにアミラーゼが作用するとき、でんぶんの低分子化に伴う粘度の低下を測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にバレイショデンプン 1 g に相当する基質溶液の粘度を 50 % ショ糖標準液の粘度の 2 倍から 1 倍に減少させる酵素量を 1 でんぶん液化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、粘度の低下が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、0.15～0.25 でんぶん液化力単位/mL である。

基質溶液の調製

あらかじめ、バレイショデンプン約 1 g を精密に量り、 105°C で 2 時間乾燥し、その減量を測定する。その換算した乾燥物 15.00 g に対応するバレイショデンプンを正確に量り、水 300 mL を加え、よく振り混ぜながら、徐々に 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えてのり状とし、時々振り混ぜながら水浴中で 10 分間加熱する。冷後、2 mol/L 塩酸試液で正確に中和し、医薬品各条に規定する緩衝液 50 mL 及び水を加えて正確に 500 g とする。用時製する。

50 % ショ糖標準液の調製

白糖 50.0 g を水 50.0 mL に溶かす。

操作法

50 % ショ糖標準液 50 mL を 100 mL の三角フラスコに入れ、 $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ の恒温槽中に 15 分間放置した後、図 4.03-1 に示す粘度計をその下端がフラスコ底にほとんど触れる程度に垂直に取り付け、恒温槽の水を粘度計の外筒に循環させる。50 % ショ糖標準液を粘度計の上の球の中ほどまで静かに吸い

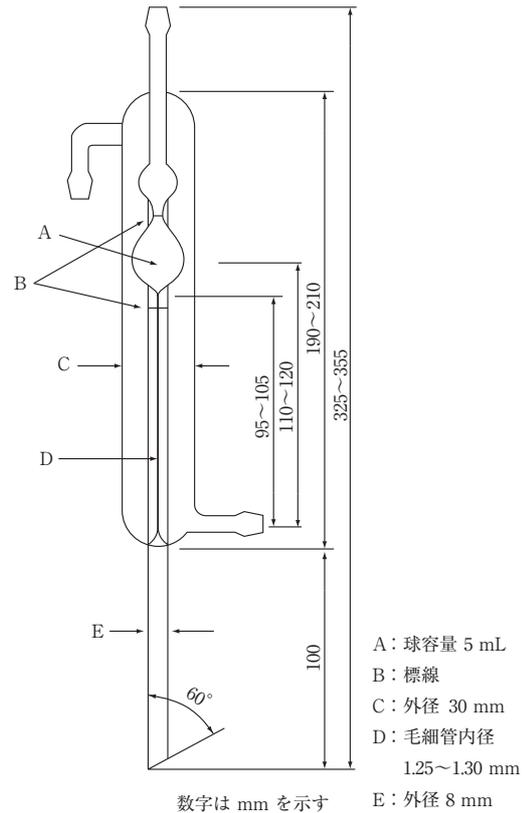


図 4.03-1

上げた後、重力により流下させ、上下の標線間の流下時間 (t 秒) を測定する。次に、基質溶液 50 g を 100 mL の三角フラスコに正確に量りとり、 $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ の恒温槽中に 20 分間放置した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜ、粘度計をその下端がフラスコの底にほとんど触れる程度に垂直に取り付け、恒温槽の水を粘度計の外筒に循環させる。時々、反応液を粘度計の上の球の中ほどまで静かに吸い上げた後、重力により流下させ、上下の標線間の流下時間 (t 秒) を測定し、 t が t_1 より短くなるまで繰り返す。測定をつど、試料溶液を加えたときから液面が上の標線を通過するときまでの時間 (T' 秒) を記録する。($T' + t/2$) を t に対応する反応時間 (T) とし、 t と T の曲線を描き、内挿により t_1 及び ($2 \times t_1$) に対応する T_1 及び T_2 を求める。

$$\text{でんぶん液化力 (単位/g)} = \frac{60}{T_1 - T_2} \times \frac{1.5}{W}$$

W: 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

(2) たん白消化力試験法

たん白消化力は、カゼインにプロテアーゼが作用するとき、ペプチド結合の切断に伴って増加する酸可溶性低分子分解産物の量をフォリン反応で比色測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にチロジン $1 \mu\text{g}$ に相当するフォリン試液呈色物質の増加をもたらす酵素量を 1 たん白消化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、非たん白性のフォリン試液呈色物質の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるよう

に、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、15～30 たん白消化力単位/mL である。

チロジン検量線

チロジン標準品を 105℃ で 3 時間乾燥し、その 50 mg を正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL、2 mL、3 mL 及び 4 mL を正確に量り、それぞれに 0.2 mol/L 塩酸試液を加え、正確に 100 mL とする。それぞれの液 2 mL を正確に量り、0.55 mol/L 炭酸ナトリウム試液 5 mL 及び薄めたフォリン試液 (1 → 3) 1 mL をそれぞれ正確に加え、直ちに振り混ぜ、37±0.5℃ で 30 分間放置した後、これらの液につき、0.2 mol/L 塩酸試液 2 mL を正確に量り、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 (2.24) により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_1 、 A_2 、 A_3 及び A_4 を測定する。縦軸に吸光度 A_1 、 A_2 、 A_3 及び A_4 を、横軸にそれぞれの液 2 mL 中のチロジン量 (μg) をとり、検量線を作成する。吸光度差 1 に対するチロジン量 (μg) を求める。

基質溶液の調製

基質溶液 1：カゼイン (乳製) 約 1 g を精密に量り、105℃ で 2 時間乾燥し、その減量を測定する。その換算した乾燥物 1.20 g に対応するカゼイン (乳製) を正確に量り、乳酸試液 12 mL 及び水 150 mL を加え、水浴中で加温して溶かす。流水で冷却した後、1 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で医薬品各条に規定した pH に調整し、水を加えて正確に 200 mL とする。用時製する。

基質溶液 2：カゼイン (乳製) 約 1 g を精密に量り、105℃ で 2 時間乾燥し、その減量を測定する。その換算した乾燥物 1.20 g に対応するカゼイン (乳製) を正確に量り、0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 160 mL を加え、水浴中で加温して溶かす。流水で冷却した後、1 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で医薬品各条に規定した pH に調整し、水を加えて正確に 200 mL とする。用時製する。

沈殿試液の調製

トリクロロ酢酸試液 A：トリクロロ酢酸 7.20 g を水に溶かし、100 mL とする。

トリクロロ酢酸試液 B：トリクロロ酢酸 1.80 g 及び無水酢酸ナトリウム 1.80 g に 6 mol/L 酢酸試液 5.5 mL 及び水を加えて溶かし、100 mL とする。

操作法

医薬品各条に規定する基質溶液 5 mL を正確に量り、37±0.5℃ で 10 分間加温した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37±0.5℃ で正確に 10 分間放置した後、医薬品各条の規定に従い、トリクロロ酢酸試液 A 又は B 5 mL を正確に加えて振り混ぜ、再び 37±0.5℃ で 30 分間放置し、ろ過する。初めのろ液 3 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、0.55 mol/L 炭酸ナトリウム試液 5 mL 及び薄めたフォリン試液 (1 → 3) 1 mL をそれぞれ正確に加え、よく振り混ぜ、37±0.5℃ で 30 分間放置する。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_T を測定する。別に、試料溶液 1 mL を正確に量り、医薬品各条の規定に従い、トリクロロ酢酸試液 A 又は B 5 mL を正確に加えて振り混ぜた後、医薬品各条に規定する基質溶液 5 mL を正確に

加え、直ちに振り混ぜ、37±0.5℃ で 30 分間放置し、以下同様に操作し、吸光度 A_B を測定する。

たん白消化力 (単位/g)

$$= (A_T - A_B) \times F \times \frac{11}{2} \times \frac{1}{10} \times \frac{1}{W}$$

W：試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

F：チロジン検量線より求めた吸光度差が 1 のときのチロジン量 (μg)

(3) 脂肪消化力試験法

脂肪消化力は、オリブ油にリパーゼが作用するとき、エステル結合の切断に伴って生成する脂肪酸の量を滴定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間に 1 マイクロモル (μmol) の脂肪酸の増加をもたらす酵素量を 1 脂肪消化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、脂肪酸量の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に冷やした適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、又は懸濁し、試料溶液とする。その濃度は、通例、1～5 脂肪消化力単位/mL である。

基質溶液の調製

乳化液/オリブ油混液 (3：1) 200～300 mL を乳化器 (図 4.03-2) の容器に入れ、10℃ 以下に冷却しながら、毎分 12000～16000 回転で 10 分間乳化する。この溶液は乳化後 1 時間冷所に放置し、油層の分離しないことを確認した後に使用する。

乳化液の調製

医薬品各条に規定するポリビニルアルコール 20 g に水 800 mL を加え、かき混ぜながら 75～80℃ で約 1 時間加熱して溶かす。冷後、必要ならばろ過し、水を加えて正確に 1000 mL とする。

操作法

基質溶液 5 mL 及び医薬品各条に規定する緩衝液 4 mL をそれぞれ正確に量り、三角フラスコに入れて振り混ぜ、37±0.5℃ で 10 分間放置した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37±0.5℃ で正確に 20 分間放置した後、エタノール (95)/アセトン混液 (1：1) 10 mL を加えて振り混ぜる。次に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を正確に加え、更にエタノール (95)/アセトン混液 (1：1) 10 mL を加えて振り混ぜた後、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する (b mL) (指示薬：フェノールフタレイン試液 2～3 滴)。別に基質溶液 5 mL 及び医薬品各条に規定する緩衝液 4 mL をそれぞれ正確に量り、三角フラスコに入れて振り混ぜ、37±0.5℃ で 10 分間放置した後、エタノール (95)/アセトン混液 (1：1) 10 mL を加え、次に試料溶液 1 mL を正確に加えて振り混ぜる。次に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を正確に加え、以下同様に操作して滴定 (2.50) する (a mL)。

$$\text{脂肪消化力 (単位/g)} = 50 \times (a - b) \times \frac{1}{20} \times \frac{1}{W}$$

W：試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

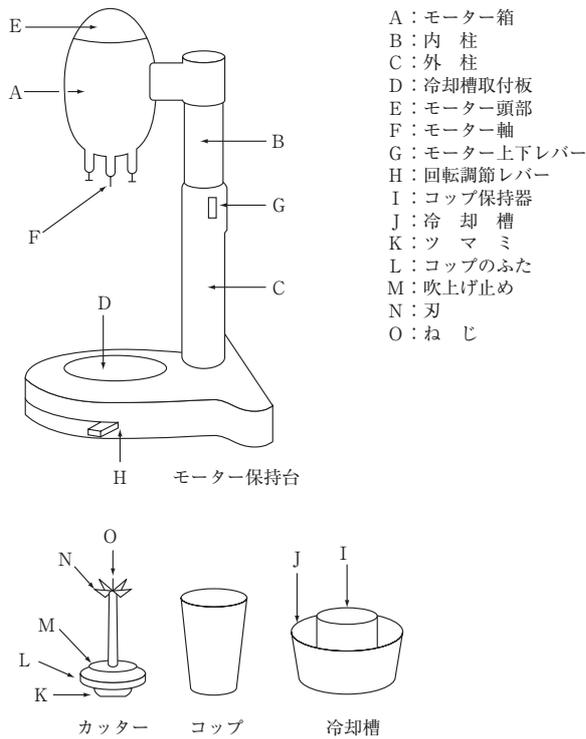


図 4.03-2 乳化器

4.04 発熱性物質試験法

発熱性物質試験法は、発熱性物質の存在をウサギを用いて試験する方法である。

試験動物

体重 1.5 kg 以上の健康なウサギで、使用前 1 週間以上は一定飼料で飼育し、体重の減少を見なかったものを試験動物として使用する。ウサギは個別ケージに入れ、興奮させないよう刺激のない環境で飼育する。試験前 48 時間以上及び試験中は室温を 20 ～ 27℃ の範囲内で一定に保つ。初めて試験に用いるウサギは、試験前 1 ～ 3 日間以内に注射を除く全操作を含む偽試験を行い、試験に馴化する。試験に用いたウサギを再使用する場合には、48 時間以上休養させる。ただし、発熱性物質陽性と判定された試料を投与されたウサギ、又は以前に被検試料と共通な抗原物質を含む試料を投与されたウサギは再使用しない。

装置及び器具

- (1) 温度計 測定精度 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 以内の直腸体温計又は体温測定装置を用いる。
- (2) 注射筒及び注射針 発熱性物質除去処理として、通例 250°C で 30 分以上乾熱処理したものを用いる。又は滅菌済みの注射針を含むプラスチック製の注射筒で、発熱性物質が検出されないこと及び発熱性物質試験に対する干渉作用のないことが確認されたものを用いることができる。

操作法

- (1) 試験用量 別に規定するもののほか、試験動物体重 1 kg につき試料 10 mL を投与する。
- (2) 方法 試験は、飼育室と同じ室温に保った部屋で、刺

激のない環境で行う。飼料は対照体温測定の数時間前から試験終了まで与えない。試験動物は、通例、自然な座姿勢のとれる緩やかな首枷固定器に固定する。体温は、直腸体温計又は測定装置の測温部分を直腸内に 60 ～ 90 mm の範囲内で一定の深さに挿入して測定する。試料注射の 40 分前から注射までの間に、30 分の間隔をとって 2 回測温し、それらの平均値を対照体温とする。これら 2 回の体温測定値の間に 0.2°C を超える差がある動物、又は対照体温が 39.8°C を超える動物は試験に用いない。

試料は $37 \pm 2^\circ\text{C}$ に加温し、試験動物の耳静脈に緩徐に注射する。ただし 1 匹への注射は 10 分以内に完了させる。低張な試料には、発熱性物質を含まない塩化ナトリウムを加えて等張としてもよい。注射後 3 時間まで、30 分以内の間隔で体温を測定する。対照体温と最高体温との差を体温上昇度とする。体温が対照体温より低下した場合、体温上昇度を 0°C とする。

判定

3 匹の試験動物を用いて試験を行い、3 匹の体温上昇度の合計により判定する。ただし、試験結果により試験動物を 3 匹単位で追加する。初めの 3 匹の体温上昇度の合計が 1.3°C 以下のとき発熱性物質陰性、 2.5°C 以上のとき発熱性物質陽性とする。体温上昇度の合計が 1.3°C と 2.5°C の間にあるとき、3 匹による試験を追加する。計 6 匹の体温上昇度の合計が 3.0°C 以下のとき発熱性物質陰性、 4.2°C 以上のとき発熱性物質陽性とする。6 匹の体温上昇度の合計が 3.0°C と 4.2°C の間にあるとき、更に 3 匹による試験を追加する。計 9 匹の体温上昇度の合計が 5.0°C 未満のとき発熱性物質陰性、 5.0°C 以上のとき発熱性物質陽性とする。

発熱性物質陰性のとき、被検試料は発熱性物質試験に適合する。

4.05 微生物限度試験法

微生物限度試験法は、医薬品などに存在する増殖能力を有する特定の微生物の定性、定量試験法である。本試験法には生菌数試験（細菌及び真菌）及び特定微生物試験（大腸菌、サルモネラ、緑膿菌及び黄色ブドウ球菌）が含まれる。試験を遂行するに当たって、外部からの微生物汚染が起らないように、細心の注意を払う必要がある。また、被検試料が抗菌作用を有する場合又は抗菌作用を持つ物質が混在する場合は、希釈、ろ過、中和又は不活化などの手段によりその影響を除去しなければならない。それぞれの原料又は製品の任意に選択した異なる数箇所（又は部分）から採取したものを混和し、試料として試験を行う。試料を液体培地で希釈する場合は、速やかに試験を行う。また、本試験を行うに当たっては、バイオハザード防止に十分に留意する。

1. 生菌数試験

本試験は、好氣的条件下において増殖しうる中温性の細菌及び真菌を測定する試験である。本試験では低温菌、高温菌、好塩菌、嫌気性菌、特殊な成分を増殖に要求する菌などは、大量に存在していても陰性となることがある。本試験法には、メンブランフィルター法、カンテン平板混釈法、カンテン平板表面塗抹法及び液体培地段階希釈法（最確数法）の四つの方法があ

る。試験を行うときは、その目的に応じて適当と思われる方法を採用する。なお、ここに示した方法と同等以上の検出感度と精度を有する場合は、自動化した方法の適用も可能である。細菌と真菌（かび及び酵母）では使用培地及び培養温度が異なる。液体培地段階希釈法（最確数法）は細菌のみに用いる試験法である。

試料溶液の調製

試料の溶解又は希釈には、pH 7.2 のリン酸緩衝液、pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は使用する液体培地を用いる。別に規定するもののほか、試料は 10 g 又は 10 mL を使用する。ただし、試料の性質によっては、これと異なる量のものを使用しなければならない場合がある。試料溶液は、pH 6 ~ 8 に調整する。試料溶液は調製後 1 時間以内に使用しなければならない。

液状製剤及び可溶性固形剤：10 g 又は 10 mL を量り、上記の緩衝液又は液体培地と混和して 100 mL とし、試料溶液とする。不溶性物質を含む液剤の場合、混和直前によく振り十分に均一化する。

不溶性固形剤：10 g を量り、不溶性物質をできるだけ細かく摩砕して、上記の緩衝液又は液体培地中に分散させて 100 mL とし、試料溶液とする。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地で分散させても差し支えない。必要に応じてブレンダーなどで浮遊液を均一に分散させることも可能である。適当な界面活性剤（例えば、0.1 w/v% ポリソルベート 80）を加えて可溶化させてもよい。

脂質製品：脂質が主要な構成物質である軟膏、クリーム、ワックス、ローションなどの半固形剤及び液剤などは 10 g 又は 10 mL を量り、ポリソルベート 20 又はポリソルベート 80 のような界面活性剤を用いて、上記の緩衝液又は液体培地中に乳化させて 100 mL とし、試料溶液とする。この場合 45 °C 以下の温度であれば加温して乳化させてもよい。ただし、30 分間以上試料を加温してはならない。

試験の手順

(1) メンブランフィルター法

本法は、試料に抗菌性物質が含まれる場合にこれを除去して試験しうる優れた方法である。メンブランフィルターは、孔径 0.45 μm 以下の適当な材質のものを使用する。フィルターの直径は約 50 mm のものが望ましいが、異なる直径のものも使用できる。フィルター、フィルター装置、培地などはすべて十分に滅菌されていなければならない。通例、20 mL の試料溶液（2 g の試料を含む）を量り、2 枚のフィルターで 10 mL ずつろ過する。必要に応じて試料溶液を希釈して試験してもよい。菌濃度が高い場合は 1 枚のフィルター当たり 10 ~ 100 個の集落が出現するように希釈することが望ましい。試料溶液をろ過した後、各フィルターは pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液、pH 7.2 のリン酸緩衝液又は使用する液体培地などを洗浄液として用いて、3 回以上ろ過洗浄する。1 回のろ過洗浄に使用する洗浄液の量は約 100 mL とするが、フィルターの直径が 50 mm と大きく異なる場合には、大きさに従って洗浄液の量を調整する。脂質を含む試料の場合には、洗浄液にポリソルベート 80 を添加してもよい。ろ過後、細菌の試験を行うときはソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の、真菌の試験を行うときはサブロー・ブドウ糖カンテン培地、ポテト・デキ

ストロースカンテン培地又は GP カンテン培地（いずれも抗生物質添加）のいずれかの表面にフィルターを置く。細菌の試験は 30 ~ 35 °C で、真菌の試験は 20 ~ 25 °C でそれぞれ少なくとも 5 日間培養後、集落数を計測する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、培養後 5 日以前の計測値を採用してもよい。

(2) カンテン平板混釈法

本法では、直径 9 ~ 10 cm のペトリ皿を使用する。一希釈段階につき 2 枚以上のカンテン培地を使用する。1 mL の試料溶液又は試料溶液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する。これにあらかじめ 45 °C 以下に保温されて融けた状態にある滅菌したカンテン培地 15 ~ 20 mL を加えて混和する。カンテン培地としては、細菌の検出を目的とする場合はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を、真菌の検出を目的とする場合はサブロー・ブドウ糖カンテン培地、ポテト・デキストロースカンテン培地又は GP カンテン培地（いずれも抗生物質添加）のいずれかを使用する。カンテンの固化後、細菌の試験は 30 ~ 35 °C、真菌の試験は 20 ~ 25 °C で少なくとも 5 日間培養する。多数の集落が出現するときは、細菌の場合は一平板当たり 300 cfu 以下の集落を持つ平板から、真菌の場合は一平板当たり 100 cfu 以下の集落を持つ平板から得られる計測結果を用いて生菌数を算出する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、培養後 5 日以前の計測値を採用してもよい。

(3) カンテン平板表面塗抹法

本法は、固化させ表面を乾燥させたカンテン培地上に 0.05 ~ 0.2 mL の試料溶液をのせ、コンラージ棒などで均等に塗抹する方法である。ペトリ皿の大きさ、使用カンテン培地の種類と量、培養温度と時間及び生菌数算出法などは、カンテン平板混釈法と同様である。

(4) 液体培地段階希釈法（最確数法）

本法では、9 ~ 10 mL のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を入れた 12 本の試験管を使用する。各希釈段階において 3 本の試験管を使用する。最初の試験管 3 本の各々に 1 mL の試料溶液（0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む）を加えて 10 倍希釈試験管とする。次いでこの 10 倍希釈試験管の各々から 1 mL をとり、3 本の試験管の各々に混和し、100 倍希釈試験管とする。更に 100 倍希釈試験管の各々から 1 mL をとり、3 本の試験管の各々に混和し、1,000 倍希釈試験管とする。残りの 3 本の試験管には、対照として各希釈段階の希釈液 1 mL をそれぞれ加える。これらの試験管は 30 ~ 35 °C で 5 日間以上培養する。対照の試験管で微生物の増殖が観察されてはならない。結果の判定が難しい場合又はあいまいな結果の場合は、カンテン培地又は液体培地に約 0.1 mL を移植し、30 ~ 35 °C で 24 ~ 72 時間培養し、増殖の有無を判定する。表 4.05-1 から 1 g 又は 1 mL 当たりの最確数を求める。

第一カラム（0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む）において増殖を示した試験管数が 2 以下の場合、1 g 又は 1 mL 当たりの微生物の最確数は 100 以下の可能性が高い。

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

次に記す菌株、若しくはこれらと同等と考えられる菌株を使用することができる。ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培

表 4.05-1 微生物の最確数表

下記の量の試料を加えた場合に 微生物の増殖が観察された試験管の数			試料 1 g 又は 1 mL 当たりの 微生物の最確数
試験管当たり 0.1 g 又は 0.1 mL	試験管当たり 0.01 g 又は 0.01 mL	試験管当たり 1 mg 又は 1 μ L	
3	3	3	>1100
3	3	2	1100
3	3	1	500
3	3	0	200
3	2	3	290
3	2	2	210
3	2	1	150
3	2	0	90
3	1	3	160
3	1	2	120
3	1	1	70
3	1	0	40
3	0	3	95
3	0	2	60
3	0	1	40
3	0	0	23

地を用い、細菌は 30 ~ 35°C、*Candida albicans* は 20 ~ 25°C で培養する。

Escherichia coli

ATCC 8739, NCIMB 8545, NBRC 3972 など

Bacillus subtilis

ATCC 6633, NCIMB 8054, NBRC 3134, JCM 2499 など

Staphylococcus aureus

ATCC 6538, NCIMB 8625, NBRC 13276 など

Candida albicans

ATCC 2091, ATCC 10231, NBRC 1594, JCM 2085 など

培養液のそれぞれを pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は pH 7.2 のリン酸緩衝液で希釈し、1 mL 当たり 50 ~ 200 cfu 前後の生菌を含む菌液を調製する。使用する培地は菌液を 1 mL 接種し、指定された温度で 5 日間培養したときに、十分な増殖又は接種菌数の回収が認められなければならない。試料の存在下と非存在下での菌数の差異が 1/5 以下の場合、希釈、中和又は不活化などの手段によってその影響を除去しなければならない。培地、希釈液の無菌性又は試験が無菌的に遂行されているか否かを検証するために、使用した pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は pH 7.2 のリン酸緩衝液を対照とする。

2. 特定微生物試験

本試験は、大腸菌、サルモネラ、緑膿菌及び黄色ブドウ球菌を測定する試験である。本試験で検出の目的とする 4 種の微生物は、最終製品だけではなく、原料及び製造工程の中間体などにおける微生物汚染を評価する場合に特に重要であり、また、それらの中に存在することが好ましくない微生物の代表である。試料溶液の調製

別に規定するもののほか、生菌数試験の試料溶液の調製の項を適用する。試料の溶解又は希釈に液体培地を使用する場合は、

別に規定するもののほか、それぞれの試験で規定されている培地を使用する。

試験の手順

(1) 大腸菌

試料 10 g 又は 10 mL を量り、乳糖ブイオンを加えて 100 mL とし、30 ~ 35°C で 24 ~ 72 時間培養する。増殖が見られた場合は、培養液を軽く振った後、白金耳などでとり、マッコンキーカンテン培地上に塗抹し、30 ~ 35°C で 18 ~ 24 時間培養する。周囲に赤味があった沈降線の帯を持つホレンガ色のグラム陰性菌の集落が検出されない場合は大腸菌陰性と判定する。上記の特徴を持つ集落が検出された場合は EMB カンテン培地上にそれぞれの集落を塗抹し、30 ~ 35°C で 18 ~ 24 時間培養する。EMB カンテン培地上で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びた集落が見出されない場合は大腸菌陰性と判定する。上記の平板で大腸菌が疑われる集落については IMViC 試験（インドール産生試験、メチルレッド反応試験、フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験）を行い、パターンが「++--」又は「-+-」のものを大腸菌と判定する。また、大腸菌迅速同定用キットの使用も可能である。

(2) サルモネラ

試料 10 g 又は 10 mL を量り、乳糖ブイオンを加えて 100 mL とし、30 ~ 35°C で 24 ~ 72 時間培養する。増殖が見られた場合は、培養液を軽く振った後、1 mL ずつを 10 mL のセテナイトシスチン液体培地及びテトラチオネート液体培地に接種し、12 ~ 24 時間培養する。なお、10 mL のセテナイトシスチン液体培地に代えて、同量のラバポート液体培地を使用することができる。培養後、それぞれの液体培地からプリリアントグリーンカンテン培地、XLD カンテン培地及び亜硫酸ビスマスカンテン培地のうちの少なくとも 2 種類以上の培地上に塗抹し、30 ~ 35°C で 24 ~ 48 時間培養する。表 4.05-2 に適合する集落が見出されない場合はサルモネラ陰性と判定する。表 4.05-2 に適合するグラム陰性桿菌の集落が見出された場合は白金線を用いて TSI 斜面カンテン培地の深部と斜面に疑われる集落を接種し、35 ~ 37°C で 18 ~ 24 時間培養する。サルモネラが存在する場合は深部は黄色となり、斜面部は赤色のまま変化しない。通常、深部でガスの産生が見られるが、硫化水素は産生される場合とされない場合がある。キット使用を含む更に詳細な生化学的試験と血清学的試験を併用することで、サルモネラの同定、型別試験を行うことが望ましい。

表 4.05-2 選択培地上におけるサルモネラの形態学的特徴

培地	集落の特徴
プリリアントグリーンカンテン培地	小型で無色透明又は不透明で白色~桃色（しばしば周囲に桃色~赤色の帯が形成される）
XLDカンテン培地	赤色、中心部に黒点が現れる場合とそうでない場合がある。
亜硫酸ビスマスカンテン培地	黒色又は緑色

(3) 緑膿菌

試料 10 g 又は 10 mL を量り、ソイブーン・カゼイン・ダイジェスト培地又は抗菌性物質を含まない適当な液体

培地に加えて 100 mL とする。乳糖ブイオンの使用は好ましくない。この試料を含む液体培地を 30 ~ 35°C で 24 ~ 48 時間培養する。増殖が見られた場合は、白金耳などでセトリミドカンテン培地又は NAC カンテン培地に塗抹し、30 ~ 35°C で 24 ~ 48 時間培養する。微生物の生育が観察されない場合は、緑膿菌陰性と判定する。グラム陰性桿菌で緑がかった蛍光物質を産生する集落を認めた場合にはフルオレセイン検出用シュードモナスカンテン培地及びピオシアニン検出用シュードモナスカンテン培地上に塗抹し、30 ~ 35°C で 24 ~ 72 時間培養する。前者の培地上で黄色の蛍光物質を産生した場合はフルオレセイン陽性、後者の培地上で青色の蛍光物質を産生した場合はピオシアニン陽性と判定する。緑膿菌の可能性の高い集落はオキシダーゼ試験を行う。疑わしい集落は、*N,N*-ジメチル- α -フェニレンジアンモニウム二塩酸塩をしみ込ませたろ紙に移す。5 ~ 10 秒以内に紫色に変色すればオキシダーゼ反応陽性と判定される。オキシダーゼ反応陰性の場合は、緑膿菌陰性と判定する。キットの使用を含む適当な生化学的試験を併用することで緑膿菌の存在を確認することも可能である。

(4) 黄色ブドウ球菌

試料 10 g 又は 10 mL を量り、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地又は抗菌性物質を含まない適当な培地に加えて 100 mL とする。この試料を含む液体培地を 30 ~ 35°C で 24 ~ 48 時間培養する。増殖が認められた場合は白金耳などで、フォーゲル・ジョンソンカンテン培地、ベアード・パーカーカンテン培地又はマンニット・食塩カンテン培地のいずれかの上に塗抹し、30 ~ 35°C で 24 ~ 48 時間培養する。表 4.05-3 に示す特徴を持ったグラム陽性球菌が見出されない場合は黄色ブドウ球菌陰性と判定する。黄色ブドウ球菌が疑われる集落についてはコアグララーゼ試験を行う。哺乳類由来の 0.5 mL の血漿（ウサギ又はウマ由来のもの）が望ましい；適当な添加物が加えられたものでもよい）を含む試験管に白金耳などを使って疑われる集落を接種し、37±1°C の恒温槽中で培養する。3 時間後に凝固の有無を調べ、その後、適当な時間ごとに 24 時間まで凝固の有無を調べる。コアグララーゼ反応陽性と陰性の対照についても同時に試験を行う。凝固が観察されない場合は、黄色ブドウ球菌陰性と判定する。

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

試験には、表 4.05-4 に掲げられている菌株を規定された培地中で 30 ~ 35°C で 18 ~ 24 時間培養して使用する。次に、pH 7.0 のペプトン食塩水緩衝液、pH 7.2 のリン酸緩衝液又はそれぞれの菌株で指定された培地などを用いて、1 mL 当たり約 1000 cfu の生菌を含む菌液を調製する。必要に応じて、約 1000 cfu/mL の生菌を含む大腸菌、サルモネラ、緑膿菌及び黄色ブドウ球菌の各 0.1 mL を混和して、試料の存在下、非存在下において、培地の有効性及び抗菌性物質の存在などを試験する。

再試験

不確定な結果やあいまいな結果が得られた場合は、試料 25 g 又は 25 mL を使って再試験を行う。方法は最初の試験法と同じであるが、試料の増加に比例して、培地などの量を増加させて行う。

表 4.05-3 選択培地上における黄色ブドウ球菌の形態学的特徴

培地	集落の特徴
フォーゲル・ジョンソンカンテン培地	黄色の帯に囲まれた黒色
ベアード・パーカーカンテン培地	透明な帯に囲まれた黒色、光沢あり
マンニット・食塩カンテン培地	黄色の帯に囲まれた黄色

表 4.05-4 培地の有効性確認と特定微生物試験法の検証のために使用される菌株と培地

微生物	菌株名	培地
大腸菌	ATCC 8739, NCIMB 8545, NBRC 3972 若しくはこれらと同等の菌株	乳糖ブイオン
サルモネラ	特定せず*	乳糖ブイオン
緑膿菌	ATCC 9027, NCIMB 8626, NBRC 13275 若しくはこれらと同等の菌株	ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地
黄色ブドウ球菌	ATCC 6538, NCIMB 8625, NBRC 13276 若しくはこれらと同等の菌株	ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

* サルモネラの場合、非病原性又は病原性の弱い菌株が望ましい。*Salmonella Typhi* は使用しないほうがよい。

3. 緩衝液と培地

微生物限度試験用の緩衝液と培地を以下に掲げる。他の培地でも類似の栄養成分を含み、かつ試験対象となる微生物に対して類似の選択性及び増殖性を持つものは使用して差し支えない。

(1) 緩衝液

(i) リン酸緩衝液、pH 7.2

保存溶液：リン酸二水素カリウム 34 g を水約 500 mL に溶かす。水酸化ナトリウム試液約 175 mL を加え、pH 7.1 ~ 7.3 に調整し、水を加えて 1000 mL とし、保存溶液とする。高圧蒸気滅菌後、冷所で保存する。用時、保存溶液を 800 倍に希釈し、121°C で 15 ~ 20 分間滅菌して用いる。

(ii) ペプトン食塩緩衝液、pH 7.0

リン酸二水素カリウム	3.56 g
リン酸水素二ナトリウム十二水和物	18.23 g
塩化ナトリウム	4.30 g
ペプトン	1.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121°C で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 6.9 ~ 7.1。0.1 ~ 1.0 w/v% のポリソルベート 20 又はポリソルベート 80 を添加しても差し支えない。

(2) 培地

(i) ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地

カゼイン製ペプトン	15.0 g
ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121°C で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.1 ~ 7.3。

(ii) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0 g
ダイズ製ペプトン	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
ブドウ糖	2.5 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpH 7.1～7.5。

(iii) 抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ペプトン (肉製及びカゼイン製)	10.0 g
ブドウ糖	40.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpH 5.4～5.8。使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地1L当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい。

(iv) 抗生物質添加ポテト・デキストロースカンテン培地

ポテトエキス	4.0 g
ブドウ糖	20.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpH 5.4～5.8。使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地1L当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい。

(v) 抗生物質添加 GP (グルコース・ペプトン) カンテン培地

ブドウ糖	20.0 g
酵母エキス	2.0 g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5 g
ペプトン	5.0 g
リン酸二水素カリウム	1.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpH 5.6～5.8。使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地1L当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい。

(vi) 乳糖ブイヨン

肉エキス	3.0 g
ゼラチン製ペプトン	5.0 g
乳糖一水和物	5.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpH 6.7～7.1。滅菌後はできるだけ速やかに冷却する。

(vii) マッコンキーカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	17.0 g
カゼイン製ペプトン	1.5 g
肉製ペプトン	1.5 g
乳糖一水和物	10.0 g
デソキシコール酸ナトリウム	1.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
カンテン	13.5 g
ニュートラルレッド	0.03 g
クリスタルバイオレット	1.0 mg
水	1000 mL

全成分を混和し、1分間煮沸し、混和した後、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpH 6.9～7.3。

(viii) EMB (エオシンメチレンブルー) カンテン培地

ゼラチン製ペプトン	10.0 g
リン酸水素二カリウム	2.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
カンテン	15.0 g
エオシンY	0.40 g
メチレンブルー	0.065 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpH 6.9～7.3。

(ix) セレナイト・シスチン液体培地

ゼラチン製ペプトン	5.0 g
乳糖一水和物	4.0 g
リン酸三ナトリウム十二水和物	10.0 g
亜セレン酸ナトリウム	4.0 g
L-シスチン	0.010 g
水	1000 mL

全成分を混和し、加温して溶かす。最終のpH 6.8～7.2。滅菌してはならない。

(x) テトラチオネート液体培地

カゼイン製ペプトン	2.5 g
肉製ペプトン	2.5 g
デソキシコール酸ナトリウム	1.0 g
炭酸カルシウム	10.0 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	30.0 g
水	1000 mL

固体を含む上記溶液を煮沸する。使用当日に水 20 mL にヨウ化カリウム 5 g 及びヨウ素 6 g を溶かした液を加える。更に滅菌ブリアントグリーン溶液 (1→1000) 10 mL を加え、混和する。その後は培地に熱を加えてはならない。

(xi) ラパポート液体培地

ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	8.0 g
リン酸二水素カリウム	1.6 g
マラカイトグリーンシュウ酸塩	0.12 g
塩化マグネシウム六水和物	40.0 g
水	1000 mL

マラカイトグリーンシュウ酸塩と塩化マグネシウム六水和物及び残りの成分をそれぞれ別々に水に溶かして、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後、混和して使用する。最終のpH 5.4～5.8。

(xii) プリリアントグリーンカンテン培地

ペプトン (肉製及びカゼイン製)	10.0 g
酵母エキス	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
白糖	10.0 g
フェノールレッド	0.080 g
プリリアントグリーン	0.0125 g
カンテン	20.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、1 分間煮沸する。使用直前に 121 °C で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 6.7 ~ 7.1。約 50 °C に冷却してペトリ皿に分注する。

(xiii) XLD (キシロース・リジン・デソキシコール酸) カンテン培地

D-キシロース	3.5 g
塩酸 L-リジン	5.0 g
乳糖一水和物	7.5 g
白糖	7.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
酵母エキス	3.0 g
フェノールレッド	0.080 g
デソキシコール酸ナトリウム	2.5 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	6.8 g
クエン酸アンモニウム鉄 (III)	0.80 g
カンテン	13.5 g
水	1000 mL

全成分を混和して、煮沸して溶かす。煮沸後の pH 7.2 ~ 7.6。高圧蒸気滅菌をしてはならない。過剰な加熱は避ける。煮沸後、約 50 °C に冷却してペトリ皿に分注する。

(xiv) 亜硫酸ビスマスカンテン培地

肉エキス	5.0 g
カゼイン製ペプトン	5.0 g
肉製ペプトン	5.0 g
ブドウ糖	5.0 g
リン酸三ナトリウム十二水和物	4.0 g
硫酸鉄 (II) 七水和物	0.30 g
亜硫酸ビスマス・インジケーター	8.0 g
プリリアントグリーン	0.025 g
カンテン	20.0 g
水	1000 mL

全成分を混和して、煮沸して溶かす。煮沸後の pH 7.4 ~ 7.8。高圧蒸気滅菌をしてはならない。過剰な加熱は避ける。煮沸後、約 50 °C に冷却してペトリ皿に分注する。

(xv) TSI (トリプルシュガーアイアン) カンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉製ペプトン	10.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
白糖	10.0 g
ブドウ糖	1.0 g
硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物	0.20 g
塩化ナトリウム	5.0 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	0.20 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	13.0 g
水	1000 mL

全成分を混和して、煮沸して溶かした後、小試験管に分注して 121 °C で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.1 ~ 7.5。斜面カンテン培地として使用する。なお、上記の組み合わせに加えて、肉エキスや酵母エキス 3 g を含むものや、硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物の代わりにクエン酸アンモニウム鉄 (III) を含むものも使用して差し支えない。

(xvi) セトリミドカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	20.0 g
塩化マグネシウム六水和物	3.0 g
硫酸カリウム	10.0 g
セトリミド	0.30 g
グリセリン	10 mL
カンテン	13.6 g
水	1000 mL

すべての成分を水に溶かし、グリセリンを加える。時々激しく振り混ぜながら加熱し、1 分間煮沸した後、121 °C で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.0 ~ 7.4。

(xvii) NAC カンテン培地

ペプトン	20.0 g
リン酸水素二カリウム	0.3 g
硫酸マグネシウム七水和物	0.2 g
セトリミド	0.2 g
ナリジクス酸	0.015 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

最終の pH 7.2 ~ 7.6。滅菌してはならない。加温して溶かす。

(xviii) フルオレセイン検出用シュードモナスカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉製ペプトン	10.0 g
リン酸水素二カリウム	1.5 g
硫酸マグネシウム七水和物	1.5 g
グリセリン	10 mL
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

すべての成分を水に溶かして、グリセリンを加える。時々激しく振り混ぜながら加熱し、1 分間煮沸した後、121 °C で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.0 ~ 7.4。

(xix) ピオシアニン検出用シュードモナスカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	20.0 g
塩化マグネシウム六水和物	3.0 g
硫酸カリウム	10.0 g
グリセリン	10 mL
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

すべての成分を水に溶かして、グリセリンを加える。時々激しく振り混ぜながら加熱し、1 分間煮沸した後、121℃で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.0 ～ 7.4。

(xx) フォーゲル・ジョンソンカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
酵母エキス	5.0 g
D-マンニトール	10.0 g
リン酸水素二カリウム	5.0 g
塩化リチウム	5.0 g
グリシン	10.0 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	16.0 g
水	1000 mL

全成分を混和した後、1 分間煮沸して溶かす。121℃で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌後、45 ～ 50℃に冷却する。滅菌後の pH 7.0 ～ 7.4。これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液 (1 → 100) 20 mL を加えて混和する。

(xxi) ベアード・パーカーカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉エキス	5.0 g
酵母エキス	1.0 g
塩化リチウム	5.0 g
グリシン	12.0 g
焦性ブドウ酸ナトリウム	10.0 g
カンテン	20.0 g
水	950 mL

全成分を混和し、時々激しく振り混ぜながら加熱し、1 分間煮沸する。121℃で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌した後、45 ～ 50℃に冷却する。滅菌後の pH 6.6 ～ 7.0。これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液 (1 → 100) 10 mL と卵黄乳濁液 50 mL を加えて穏やかに混和した後、ペトリ皿に分注する。卵黄乳濁液は卵黄約 30 %、生理食塩液約 70 % の割合で混和して調製する。

(xxii) マンニット・食塩カンテン培地

カゼイン製ペプトン	5.0 g
肉製ペプトン	5.0 g
肉エキス	1.0 g
D-マンニトール	10.0 g
塩化ナトリウム	75.0 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、時々激しく振り混ぜながら加熱し、1 分間煮沸した後、121℃で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.2 ～ 7.6。

4.06 無菌試験法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

本試験法は、培養法によって増殖しうる微生物（細菌又は真菌）の有無を試験する方法であり、別に規定するもののほか、I. メンブランフィルター法若しくは II. 直接法により試験を行う。

この試験に使用する水、試薬・試液及び器具、器材など必要なものはすべて滅菌したものをを用い、試験環境は無菌試験の実施に適していなければならない。操作は、無菌状態で厳密な無菌的注意のもとで行う。汚染を避けるためにとられる予防措置は、本試験で検出されるべきいかなる微生物にも影響を与えないものとする。試験に際しては、作業領域の適切なサンプリング及び適切な制御によって、試験実施状態が問題ないことを確認する。

培地、洗浄液及びその調製法

培地は、別に規定する場合を除き、通例、液状チオグリコール酸培地及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を用いる。◆試料の混濁又は粘性のために、液状チオグリコール酸培地が使用しにくいときは、変法チオグリコール酸培地を用いてもよい。ただし、変法チオグリコール酸培地を用いるときは、使用直前に水浴上で加熱し、嫌気条件下で培養する。◆また、これらの成分を有する適当な品質の培地を用いてもよい。

(1) 液状チオグリコール酸培地

L-シスチン	0.5 g
カンテン	0.75 g
塩化ナトリウム	2.5 g
ブドウ糖	5.0 g
又はブドウ糖一水和物	5.5 g
酵母エキス	5.0 g
カゼイン製ペプトン	15.0 g
チオグリコール酸ナトリウム	0.5 g
又はチオグリコール酸	0.3 mL
レザズリン溶液 (1 → 1000)、用時調製	1.0 mL
水	1000 mL

(滅菌後の pH 7.1 ± 0.2)

L-シスチン、カンテン、塩化ナトリウム、ブドウ糖、酵母エキス及びカゼイン製ペプトンを水と混合し、加熱して溶かした後、チオグリコール酸ナトリウム又はチオグリコール酸を溶解し、必要ならば水酸化ナトリウム試液を加え、滅菌後の pH が 7.1 ± 0.2 になるように調整する。必要ならば温かいうちにろ紙を用いてろ過する。レザズリン溶液を加え、よく混和した後、培養終了時に培地の淡赤色部分が上部 1/2 以下にとどまるような表面積と深さの比をもつ容器に所定量ずつ分注し、バリデートされた方法で滅菌した後、2 ～ 25℃で保存する。培地の上部 1/3 以上が淡赤色となったならば、その淡赤色が消失するまで培地容器を水中又は流通蒸気中で加熱し、容器中への汚染空気の入りを防ぐような注意をしながら急速に冷却することで 1 回だけ使用できる。

◆(2) 変法チオグリコール酸培地

L-シスチン	0.5 g
塩化ナトリウム	2.5 g
ブドウ糖	5.0 g
又はブドウ糖一水和物	5.5 g
酵母エキス	5.0 g
カゼイン製ペプトン	15.0 g
チオグリコール酸ナトリウム	0.5 g
又はチオグリコール酸	0.3 mL
水	1000 mL

(滅菌後の pH 7.1±0.2)

調製法は、液状チオグリコール酸培地に準ずる。◆

(3) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0 g
ダイズ製ペプトン	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
ブドウ糖	2.3 g
又はブドウ糖一水和物	2.5 g
水	1000 mL

(滅菌後の pH 7.3±0.2)

全成分を加え、加温して溶かした後、必要ならば水酸化ナトリウム試液を加え、滅菌後の pH が 7.3±0.2 になるように調整する。必要ならばろ紙を用いてろ過し、適当な試験容器に所定量ずつ分注し、バリデートされた方法で滅菌した後、2～25℃で保存する。

(4) 洗浄液

肉製又はカゼイン製ペプトン	1.0 g
水	1000 mL

(滅菌後の pH 7.1±0.2)

水に肉製又はカゼイン製ペプトンを溶かし、滅菌後の pH が 7.1±0.2 になるように調整する。必要ならばろ紙を用いてろ過し、適当な容器に必要な量ずつを分注し、バリデートされた方法で滅菌した後、2～25℃で保存する。

抗生物質医薬品又は抗菌剤を含む医薬品に対して用いる洗浄液には、必要に応じてバリデーション試験で適正であることが確認されている適当な中和剤又は不活化剤を加えてもよい。油性成分を含む医薬品や軟膏及びクリームに対して用いる洗浄液には、バリデーション試験で適正であることが確認されている適当な乳化剤を適正な濃度（例えば、10 g/L のポリソルベート 80）になるように加えてもよい。

培地の適合性

培地は、以下の試験に適合すること。この試験は、検体の無菌試験実施前に、又は並行して行うことができる。

(1) 培地の無菌性

培地の一部を、液状チオグリコール酸培地及び変法チオグリコール酸培地は 30～35℃で、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地は 20～25℃で 14 日間培養したとき、微生物の増殖を認めてはならない。

(2) 培地の性能試験

培地は調製バッチごとに、また、市販液体培地にあつては、製造ロット(バッチ)ごとにその性能を試験する^{*1}。表 4.06-1 に示す各細菌又は真菌、◆若しくはこれらと同等と考えられる菌株◆を菌種ごとに培地 1 容器当たり、100 個以下を接

種し、規定の培養温度で培養したとき、細菌は 3 日間以内に、真菌は 5 日間以内に各菌が明らかな発育を示さなければならない。

表 4.06-1 培地性能試験及びバリデーション試験用菌株

培地	試験菌株	培養
液状チオグリコール酸培地	<i>Staphylococcus aureus</i> (ATCC 6538, NBRC 13276, CIP 4.83, NCTC 10788, NCIMB 9518) <i>Pseudomonas aeruginosa</i> (ATCC 9027, NBRC 13275, NCIMB 8626, CIP 82.118) <i>Clostridium sporogenes</i> (ATCC 19404, CIP 79.3, NCTC 532, 又は ATCC 11437, NBRC 14293)	好気培養
◆変法チオグリコール酸培地	<i>Clostridium sporogenes</i> (ATCC 19404, CIP 79.3, NCTC 532, 又は ATCC 11437, NBRC 14293)	嫌気培養◆
ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地	<i>Bacillus subtilis</i> (ATCC 6633, NBRC 3134, CIP 52.62, NCIMB 8054) <i>Candida albicans</i> (ATCC 10231, NBRC 1594, IP 48.72, NCPF 3179) <i>Aspergillus niger</i> (ATCC 16404, NBRC 9455, IP 1431.83, IMI 149007)	好気培養

これらの微生物は、マスターシードロットから継代数が 5 代を超えないように保存管理する。

培地の有効期間

◆非密封容器に入っている培地は、使用前 2 週間以内に培地の性能試験を行い、基準を満たしているならば、製造後 1 箇月間使用できる。密封容器に入っている培地は、使用前 3 箇月以内に培地の性能試験を行い、基準を満たしているならば、製造後 1 年間使用できる。◆

バリデーション試験

バリデーション試験は、無菌試験を実施する前に又は無菌試験と並行して、以下の場合に実施する。

- 新たな製品について無菌試験を行う場合
- 試験の実施条件に変更があった場合

以下に述べる改変を別として「製品の無菌試験」の項で述べられている方法と厳密に同じ方法で試験を行う。

メンブランフィルター法：I の操作により試料溶液をろ過、洗浄する。最後の洗浄液には表 4.06-1 に示す菌株若しくはこれらと同等と考えられる菌株を菌種ごとに 100 個以下加え、これをろ過し、試料フィルターとする。

直接法：II-2 に定めた試料量を加えた試料培地に表 4.06-1 に示す菌株若しくはこれらと同等と考えられる菌株を菌種ごとに 100 個以下を加える。

いずれの場合においても、陽性対照としては試料溶液を加えない培地性能試験培地を置き、規定の温度で最長 5 日間培養する。培養後に、試料接種容器と陽性対照容器に肉眼的に同等な微生物の増殖が得られれば、この製品は試験条件下において抗菌性を有しないか、又は抗菌活性が十分に除去されているものとみなす。この場合、無菌試験はこれ以上の変更を行うことなく実施できる。もし、接種したいずれかの菌の発育がみられない場合、対照に比べて発育菌量が少ない場合、又は発育が遅延した場合、試料には微生物発育阻止活性があるものと判断す

◆^{*1} ただし、市販の粉末培地にあつては同一ロットの場合、培地の調製法が十分に管理されているなら、調製バッチごとに培地性能試験を実施しなくてもよい。◆

る。この場合には、抗菌性を除去するために、条件を変更し、バリデーション試験を繰り返す。一般に、メンブランフィルター法においては、メンブランフィルターの材質を吸着しにくいものに変更するか、洗浄液を増量するか、又は洗浄液に適当な不活化剤を加えるなど適当な方法で微生物発育阻止活性の発現を抑制する。メンブランフィルター 1 枚当たり、適当な界面活性剤を適量添加した洗浄液、◆各 100 mL◆で 5 回洗浄しても微生物発育阻止活性を抑制できない場合は、洗浄を追加することなく無菌試験を実施する。直接法においては、菌の発育に影響を及ぼさない適当な不活化剤を加えるか、微生物発育阻止活性がみられなくなるまで II-2 の規定にかかわらず培地量を増やす。

製品の無菌試験

供試個数

無菌試験に供する医薬品の個数は、表 4.06-2 に基づいて当該ロットからロット全体を代表するように採取する。

表 4.06-2 ◆ロット当たりの抜き取り個数◆

ロット当たりの製造容器数	最少抜き取り個数(培地当たり) ^{*1}
注射剤 100 個以下 101 個以上 500 個以下 501 個以上 ◆501 個以上の大容量製品 (表示量が 100 mL 以上)◆	10% 又は 4 容器のうち多い方 10 容器 2% 又は 20 容器のうち少ない方 ◆2% 又は 10 容器のうち少ない方◆
眼軟膏剤及び点眼剤等の非注射剤 200 個以下 201 個以上 単回使用製品の場合は、注射剤に準じた抜き取り個数とする	5% 又は 2 容器のうち多い方 10 容器
固形バルク製品 ^{*2} 4 容器まで 5 容器以上 50 容器以下 51 容器以上	各バルク容器 20% 又は 4 容器のうち多い方 2% 又は 10 容器のうち多い方
抗生物質のバルク包装製品 (5 g 以上) ^{*3} ◆抗生物質のバルク包装製品 (5 g 未満)◆	6 容器 ◆20 容器◆

^{*1} 1 容器当たりの内容量が両培地に接種するに十分であるなら、ここに示した容器数とする。

^{*2} 固形バルク製品とは、複数の注射剤の調製が可能な無菌原末製品を指す。

^{*3} 抗生物質のバルク包装製品とは、複数の注射剤の調製が可能な抗生物質を指し、清浄空気下で溶解後は、一度に輸液器材等に分注しなければならない。

試験法

試験は、メンブランフィルター法又は直接法を用いて行う。試験には、適当な陰性対照を置く。メンブランフィルター法は、ろ過可能な製品に適用する。例えば、ろ過可能な水性、アルコール性又は油性の製品、本試験条件下で抗菌力を有さない水性又は油性の溶剤に混和若しくは溶解する製品に対しては、メンブランフィルター法を適用する。

1. メンブランフィルター法

本法は、メンブランフィルターを用いて試料をろ過し、洗浄後、そのメンブランフィルターを培地に入れるか、又はろ過器に培地を入れて培養する方法である。メンブランフィルターは、孔径 0.45 μm 以下の適当な材質のものを用いる。ろ過器は、高圧蒸気法又はその他の方法で滅菌が可能であり、メンブランフィルターを装着したとき、漏れや逆流のないものを用いる。以下の方法は、直径約 50 mm のメンブランフィルターを使用することを仮定している。異なった直径のメンブランフィルターを使用するのであれば、希釈及び洗浄の液量はそれに応じ

て調整する。

I-1. 試料溶液の調製

- 液状医薬品：そのまま試料溶液とする。
- ◆用時溶解又は懸濁して用いる医薬品：添付の溶剤、生理食塩液、水又は洗浄液で用時の濃度に調製した後、試料溶液とする。◆
- 油及び油性医薬品：粘度の低い油又は油性医薬品は、希釈せずに乾いたメンブランフィルターでろ過する。粘稠性の油及び油性医薬品は、ろ過滅菌によって無菌に製したミリスチン酸イソプロピル又は菌の発育に影響を及ぼさない他の溶剤を加え、ろ過可能な濃度に溶かして試料溶液を調製する。
- 軟膏剤：脂肪を基剤とする軟膏剤及び油中水滴型の乳剤は、ろ過滅菌によって無菌に製したミリスチン酸イソプロピル又は菌の発育に影響を及ぼさない他の溶剤を加え、必要ならば 40℃ を超えない加温によってろ過可能な濃度に溶かして試料溶液を調製する。例外的な場合でも加温温度は 44℃ を限度とする。

I-2. 試験に供する試料量

培地当たり容器から採取する試料の最少量は、別に規定するもののほか、表 4.06-3 による。1 容器中の表示容量がこれらの試験を行うのに十分でない場合には、表 4.06-2 に示す容器数の 2 倍又はそれ以上を抜き取り、別々の培地に接種する。メンブランフィルター法を用いる場合には、表 4.06-3 に示す量より少なくならないように、可能ならば容器の全容量を接種する。必要ならば、約 100 mL の洗浄液で希釈してから試験に用いる。

表 4.06-3 各培地当たりの最少試料採取量

製品の表示量	最少採取量(培地当たり)
液剤(抗生物質を除く)	
1 mL 未満	全量
1 mL 以上 40 mL 以下	半量、ただし 1 mL 以上
40 mL 超 100 mL 以下	20 mL
100 mL 超	10%、ただし 20 mL 以上
抗生物質(液剤)	1 mL
水溶性又はミリスチン酸イソプロピルで可溶性の他の医薬品	全量、ただし 200 mg 以上
懸濁又は乳化して用いる非水溶性医薬品、クリーム又は軟膏剤	200 mg 以上
固形剤	
50 mg 未満	全量
50 mg 以上 300 mg 未満	半量、ただし 50 mg 以上
300 mg 以上 5 g 以下	150 mg
5 g 超	500 mg

I-3. 操作

通例、1 個又は 2 個一組のろ過器で試料溶液のろ過を完了させる。なお、試料溶液がろ過しにくいときは、洗浄液を用いて試料溶液を更に希釈した後、ろ過してもよい。試料溶液をろ過器内に注入してろ過した後、メンブランフィルター 1 枚当たり洗浄液 100 mL ずつでバリデーション試験で確立した回数洗う。ただし、試料が微生物発育阻止活性を有しない場合は、洗浄操作を省くことができる。メンブランフィルターの培養には、下記の 2 法のうちいずれかを用いる。なお、各培地の量は、バリデーション試験で確立した量を使用する。

- (1) メンブランフィルターをろ過器から外し、半分に切断するか、あらかじめ試料溶液を 2 等分し、それぞれに

つき同一ろ過操作を行うことによって得られた 2 枚のメンブランフィルターをそれぞれの培地に入れる。

(2) メンブランフィルターを装着したろ過器内に試料溶液を 2 等分にろ過後、それぞれの培地を加える。

II. 直接法

本法は、試料の全部又は一部を直接培地に加えて培養する方法であり、通例、メンブランフィルター法を適用できない医薬品及びメンブランフィルター法より本法の適用が合理的である医薬品に適用する。◆水銀保存剤を含む医薬品でメンブランフィルター法を適用できない場合は、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の代わりに、液状チオグリコール酸培地を用い、20～25℃で培養する。◆

II-1. 試料溶液の調製

通例、メンブランフィルター法を準用する。ただし、通常の方法で溶解できない医薬品は、適当な方法で懸濁又は微細化したものを試料とする。

- 油性液：バリデーション試験で適正であることが確認されている適当な乳化剤を適正な濃度（例えば、10 g/L のポリソルベート 80）になるように加えた培地を使用する。
- 軟膏剤及びクリーム：1 g/L の肉製又はカゼイン製ペプトン溶液のような無菌希釈液に、選定された適当な乳化剤を加え、約 1:10 に希釈し、この希釈した試料を、乳化剤を含まない培地へ移植する。

II-2. 試験に供する試料量

ピペット、注射器又は適当な器具を用い、別に規定するもののほか、表 4.06-3 に示す量を培地に直接移す。この際、別に規定するもののほか、接種量は培地量の 10% を超えてはならない。油性医薬品を含む培地は、観察日ごとに静かに振り混ぜる。しかし、チオグリコール酸培地を嫌気性菌の検出に使用する場合は、嫌気性条件を維持するために、振り混ぜは最小限のものとする。

培養及び観察

液状チオグリコール酸培地◆及び変法チオグリコール酸培地◆は 30～35℃で、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地は 20～25℃で 14 日間以上培養し、培養期間中に数回、及び培養最終日に菌の発育の有無を観察する。試料によって培地が混濁し、判定が困難な場合、そのほか必要な場合には、培養 14 日目に新しい培地に◆適量◆を移植し、同じ温度で元の培地とともに 4 日間以上培養する。

判定

以上の試験の結果、菌の発育を認めないときは、無菌試験に適合とする。菌の発育が認められたときは、不適と判定する。

◆ただし、試験に供した検体とは関係なく無菌試験自体に問題があったことが立証された場合には、再試験を行うことができる。◆再試験の結果、菌の発育が認められないときは、無菌試験に適合とする。菌の発育が認められたときは、不適と判定する。

5. 生薬試験法

5.01 生薬試験法

生薬試験法は、生薬総則に規定する生薬に適用する試験法である。

試料の採取

別に規定するもののほか、次の方法によって試料を採取し、必要ならば気密容器に保存する。

- 小形の生薬、切断生薬及び粉末生薬は、よくかき混ぜた後、試料 50～250 g を採取する。
- 大形の生薬はよくかき混ぜた後、試料 250～500 g を採取する。
- 1 個の質量が 100 g 以上の生薬は 5 個以上を採取し、試料とするか、又は生薬を適当な大きさに切断してよくかき混ぜた後、試料 500 g 以上を採取する。

分析用試料の調製

試料をよく混ぜ、粉末生薬はそのまま、粉末生薬でないものは、別に規定するもののほか、粉末とし、もし、粉末にできないものは、なるべく細かくした後、薄く広げて平均した部分を取り、分析用試料とする。必要ならば気密容器に保存する。

鏡検

(1) 装置

光学顕微鏡を使用する。対物レンズは 10 倍及び 40 倍を、接眼レンズは 10 倍を用いる。

(2) 鏡検用プレパラートの作成

(i) 切片 切片をスライドガラス上にとり、封入剤 1～2 滴を滴加した後、気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆う。観察に用いる切片の厚さは、通例、10～20 μm とする。

(ii) 粉末 粉末の試料約 1 mg をスライドガラス上にとり、膨潤剤 1～2 滴を滴加し、気泡が入らないように小ガラス棒の先でよくかき混ぜた後、しばらく放置して試料を膨潤させる。封入剤 1 滴を滴加した後、組織片が重ならないように均等に広げ、気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆う。組織片が不透明な場合は、別に粉末の試料約 1 mg をスライドガラス上にとり、抱水クロラル試液 1～2 滴を滴加した後、小ガラス棒の先で混ぜながら突沸しないように加熱し、試料を透明化する。冷後、封入剤 1 滴を滴加し、以下同様にカバーガラスで覆う。

封入剤及び膨潤剤は、別に規定するもののほか、水/グリセリン混液 (1:1) 又は水/エタノール (95)/グリセリン混液 (1:1:1) を用いる。

(3) 性状の項の各要素の観察

切片は、通例、外側から内側に向かい、次いで細胞内容物の順に医薬品各条に記載されており、この順に観察する。粉末は、特徴的なもの又は多量に出現するもの、まれに現れるもの、次いで細胞内容物の順に医薬品各条に記載されており、この順に観察する。

純度試験

(1) 異物 別に規定するもののほか、試料 25～500 g を量り、薄く広げて生薬中の異物を、肉眼又は 10 倍のルーペを用いて選びだし、その質量を量り、異物の量 (%) とす

る。

(2) 総 BHC 及び総 DDT (末は、本品の粉末を本品に読み替える)

本操作に用いる塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム及びカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムは、それぞれ約 130℃ で 12 時間以上加熱した後、デシケーター(シリカゲル)で冷したものをを用いる。また、カラムは、カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム 20 g を 200 mL のフラスコにとり、生薬純度試験用ヘキサン 50 mL を加えて激しく振り混ぜ、直ちに内径約 2 cm, 長さ約 30 cm のクロマトグラフィー管に注入し、上部のヘキサン層の深さが約 5 cm になるまでヘキサンを流出し、次に無水硫酸ナトリウム 8 g をカラム上端から入れ、無水硫酸ナトリウムの上部に少量のヘキサンが残る程度まで更にヘキサンを流出させたものをを用いる。

本品の粉末約 5 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、生薬純度試験用アセトン/水混液 (5:2) 30 mL を加え、密栓して 15 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は、生薬純度試験用アセトン/水混液 (5:2) 30 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。全抽出液を合わせ、アセトン臭がほとんどなくなるまで、減圧、40℃ 以下で濃縮する。濃縮液を塩化ナトリウム試液 100 mL を入れた分液漏斗に移し、生薬純度試験用ヘキサン 50 mL を加えて 5 分間振り混ぜて抽出する。水層は生薬純度試験用ヘキサン 50 mL を用いて再度この操作を行う。ヘキサン層を合わせ、塩化ナトリウム試液 50 mL を入れた分液漏斗に移し、5 分間振り混ぜる。ヘキサン層をとり、無水硫酸ナトリウム 30 g を用いて乾燥した後、ろ過する。残留物を生薬純度試験用ヘキサン 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、減圧、40℃ 以下で濃縮して約 5 mL とする。この液をカラムに入れ、生薬純度試験用ヘキサン/生薬純度試験用ジエチルエーテル混液 (17:3) 300 mL を用いて 1 分間に 5 mL 以下の速度で流出する。全流出液を減圧、40℃ 以下で濃縮し、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 5 mL とする。この液を共栓付き試験管に移し、硫酸 1 mL を加えて、注意して振り混ぜる。次にこの上層液から 4 mL をとり、別の共栓付き試験管に移し、水 2 mL を加えて、軽く振り混ぜる。続いてこの上層液から 3 mL を共栓付き遠心管に移し、無水硫酸ナトリウム 1 g を用いて乾燥した後、遠心分離して上澄液を試料溶液とする。別に α -BHC, β -BHC, γ -BHC, δ -BHC, o,p' -DDT, p,p' -DDT, p,p' -DDD, p,p' -DDE, それぞれ約 10 mg を精密に量り、生薬純度試験用アセトン 5 mL に溶かし、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 1 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。それぞれの液の α -BHC, β -BHC, γ -BHC, δ -BHC, o,p' -DDT, p,p' -DDT, p,p' -DDD, p,p' -DDE, に対応するピークの面積, A_{TA} 及び A_{SA} , A_{TB} 及び A_{SB} , A_{TC} 及び A_{SC} , A_{TD} 及び A_{SD} , A_{TE} 及び A_{SE} , A_{TF} 及び A_{SF} , A_{TG} 及び A_{SG} , A_{TH} 及び A_{SH} を測定し、次式により α -BHC, β -BHC, γ -BHC, δ -BHC,

o,p' -DDT, p,p' -DDT, p,p' -DDD 及び p,p' -DDE の量を求める。

α -BHC の量 (ppm)

$$= \frac{\alpha\text{-BHC の秤取量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TA}}{A_{SA}} \times 50$$

β -BHC の量 (ppm)

$$= \frac{\beta\text{-BHC の秤取量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TB}}{A_{SB}} \times 50$$

γ -BHC の量 (ppm)

$$= \frac{\gamma\text{-BHC の秤取量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TC}}{A_{SC}} \times 50$$

δ -BHC の量 (ppm)

$$= \frac{\delta\text{-BHC の秤取量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TD}}{A_{SD}} \times 50$$

o,p' -DDT の量 (ppm)

$$= \frac{o,p'\text{-DDT の秤取量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TE}}{A_{SE}} \times 50$$

p,p' -DDT の量 (ppm)

$$= \frac{p,p'\text{-DDT の秤取量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TF}}{A_{SF}} \times 50$$

p,p' -DDD の量 (ppm)

$$= \frac{p,p'\text{-DDD の秤取量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TG}}{A_{SG}} \times 50$$

p,p' -DDE の量 (ppm)

$$= \frac{p,p'\text{-DDE の秤取量 (g)}}{W} \times \frac{A_{TH}}{A_{SH}} \times 50$$

W: 本品の粉末の秤取量 (g)

総 BHC の量 (ppm)

$$= \alpha\text{-BHC の量 (ppm)} + \beta\text{-BHC の量 (ppm)} \\ + \gamma\text{-BHC の量 (ppm)} + \delta\text{-BHC の量 (ppm)}$$

総 DDT の量 (ppm)

$$= o,p'\text{-DDT の量 (ppm)} + p,p'\text{-DDT の量 (ppm)} \\ + p,p'\text{-DDD の量 (ppm)} + p,p'\text{-DDE の量 (ppm)}$$

試験条件

検出器: 電子捕獲検出器

注入方法: スプリットレス注入法

カラム: 内径 0.3 mm, 長さ 30 m のガスクロマトグラフィー用石英製キャピラリーカラムの内壁にガスクロマトグラフィー用 7% シアノプロピル-7% フェニルメチルシリコーンポリマーを 0.25 ~ 1.0 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度: 注入後, 2 分間 60℃ に保ち, その後 200℃ まで毎分 10℃ で昇温し, 次いで 260℃ まで毎分 2℃ で昇温する。

キャリアーガス: ヘリウム

流量: すべての対象物質の保持時間が 10 分から 30 分となるように調整する。

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り, ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 μ L から得た各対象物質のピーク面積が, 標準溶液から得た各対象物質のピーク面積の 5 ~ 15% になることを確

認する。

システムの性能：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、各対象物質のピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、各対象物質のピーク面積の相対標準偏差は 10 % 以下である。

乾燥減量

別に規定するもののほか、分析用試料 2 ~ 6 g をあらかじめ質量を量ったはかり瓶に入れ、その質量を精密に量り、105 $^{\circ}\text{C}$ で 5 時間乾燥し、デシケーター（シリカゲル）で放冷し、その質量を精密に量る。再びこれを 105 $^{\circ}\text{C}$ で乾燥し、1 時間ごとに質量を精密に量り、恒量になったときの減量を乾燥減量 (%) とする。ただし、乾燥時間の規定があるときは、規定された時間乾燥した後、質量を精密に量り、その減量を乾燥減量 (%) とする。

灰分

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを 500 ~ 550 $^{\circ}\text{C}$ で 1 時間強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。別に規定するもののほか、分析用試料 2 ~ 4 g を採取し、前のるつぼに入れ、その質量を精密に量り、必要ならばるつぼのふたをとるか、又はずらし、初めは弱く加熱し、徐々に温度を上げて 500 ~ 550 $^{\circ}\text{C}$ で 4 時間以上強熱して、炭化物が残らなくなるまで灰化する。放冷後、その質量を精密に量る。再び残留物を恒量になるまで灰化し、放冷後、その質量を精密に量り、灰分量 (%) とする。この方法で、なお炭化物が残り、恒量にならないときは、熱湯を加えて浸出し、定量分析用紙を用いてろ過し、残留物はろ紙及びろ紙上の不溶物と共に炭化物がなくなるまで強熱する。これにろ液を加えた後、蒸発乾固し、強熱する。放冷後、質量を精密に量り、灰分量 (%) とする。この方法でも炭化物が残るときは、エタノール (95) 少量を加えて潤し、ガラス棒で炭化物を砕き、ガラス棒をエタノール (95) 少量で洗い、エタノールを注意して蒸発した後、前と同様に操作して灰分を量る。放冷はデシケーター（シリカゲル）で行う。

酸不溶性灰分

灰分に希塩酸 25 mL を注意して加え、5 分間穏やかに煮沸し、不溶物を定量分析用紙を用いてろ取し、熱湯でよく洗い、残留物をろ紙と共に乾燥した後、灰分の項と同様に操作した質量既知の白金製、石英製又は磁製のるつぼ中で 3 時間強熱し、デシケーター（シリカゲル）で放冷後、その質量を精密に量り、酸不溶性灰分量 (%) とする。得た値が規定の値より大きい場合は、恒量になるまで強熱する。

エキス含量

エキス含量の試験は次の定量法によって行う。

(1) 希エタノールエキス定量法 別に規定するもののほか、分析用試料約 2.3 g を精密に量り、適当なフラスコに入れ、希エタノール 70 mL を加え、時々振り混ぜて 5 時間浸出し、更に 16 ~ 20 時間放置した後、ろ過する。フラスコ及び残留物は、ろ液が 100 mL になるまで希エタノールで洗う。ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固し、105 $^{\circ}\text{C}$ で 4 時間乾燥し、デシケーター（シリカゲル）で放冷後、その質量を精密に量り、2 を乗じて希エタノールエキスの量とする。乾燥減量によって得た数値より乾燥物に換算した試料量に対し、

エキス含量 (%) を算出する。

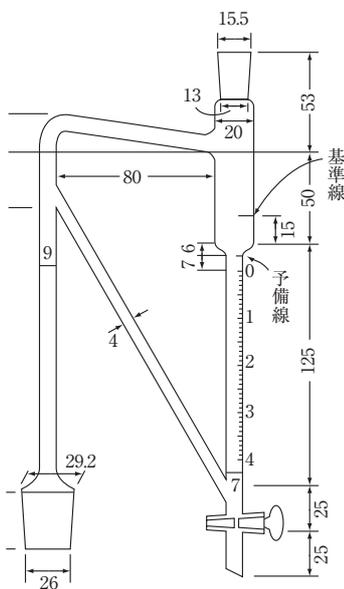
(2) 水製エキス定量法 (1) の希エタノールの代わりに水を用いて同様に操作し、その質量を精密に量り、2 を乗じて水製エキスの量とする。乾燥減量によって得た数値より乾燥物に換算した試料量に対し、エキス含量 (%) を算出する。

(3) エーテルエキス定量法 別に規定するもののほか、分析用試料をデシケーター（シリカゲル）で 48 時間乾燥し、その約 2 g を精密に量り、適当なフラスコに入れ、ジエチルエーテル 70 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 4 時間穏やかに煮沸し、放冷後、ろ過する。フラスコ及び残留物は、ろ液が 100 mL になるまでジエチルエーテルで洗う。ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固し、デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し、その質量を精密に量り、2 を乗じてエーテルエキスの量とし、エキス含量 (%) を算出する。

精油含量

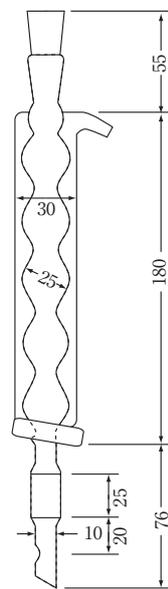
精油含量の試験は次の精油定量法により行う。

精油定量法 医薬品各条に規定する量の分析用試料を、1 L の共通すり合わせ硬質ガラスフラスコに入れ、5 ~ 10 倍量の水を加えた後、精油定量器（図 5.01-1）を装着し、定量器の上端に還流冷却器（図 5.01-2）を付け、油浴中で注意して 130 ~ 150 $^{\circ}\text{C}$ で加熱し、沸騰させる。定量器の目盛り管には、あらかじめ水を基準線まで入れ、更にキシレン 2.0 mL を加えておく。別に規定するもののほか、5 時間沸騰を続けた後、加熱をやめ、しばらく放置した後、定量器の活栓を開き、水を徐々に流出させ、油層の上端を目盛り管の予備線にほぼ一致させ、常温で 1 時間以上放置する。次に油層の上面を目盛り管のゼロ線まで低下させ、常温で油量 (mL) を量り、キシレンの量を減じて生薬中の精油量とする。



数字は mm を示す

図 5.01-1



数字は mm を示す

図 5.01-2

5.02 生葉の微生物限度試験法

生葉の微生物限度試験法は、生葉に存在する増殖能力を有する特定の微生物の定性、定量試験法である。本試験法には生菌数試験（好気性細菌と真菌）及び特定微生物試験（腸内細菌とその他のグラム陰性菌、大腸菌、サルモネラ及び黄色ブドウ球菌）が含まれる。試験を遂行するに当たって、外部からの微生物汚染が起らないように、細心の注意を払う必要がある。また、被検試料が抗菌作用を有する場合又は抗菌作用を持つ物質が混在する場合は、希釈、ろ過、中和又は不活化などの手段によりその影響を除去しなければならない。試料は任意に選択した異なる数箇所（又は部分）から採取したものを混和し用いる。試料を液体培地で希釈する場合は、速やかに試験を行う。また、本試験を行うに当たっては、バイオハザード防止に十分に留意する。

1. 生菌数試験

本試験は、好气的条件下において増殖しうる中温性の好気性細菌と真菌（かび及び酵母）を測定する試験である。本試験では低温菌、高温菌、好塩菌、嫌気性菌、特殊な成分を増殖に要する菌などは、大量に存在しても陰性となることがある。本試験法には、カンテン平板混釈法、カンテン平板表面塗抹法、液体培地段階希釈法（最確数法）及びメンブランフィルター法の4つの方法がある。試験を行うときは、その目的に応じて適当と思われる方法を採用する。なお、ここに示した方法と同等以上の検出感度と精度を有する場合は、自動化した方法の適用も可能である。好気性細菌と真菌では使用培地及び培養温度が異なる。液体培地段階希釈法（最確数法）は細菌のみに用いる試験法である。

試料の採取と調製

別に規定するもののほか、次の方法によって試料を採取し、測定用の試料を調製する。

- (1) 小形の生葉、切断生葉及び粉末生葉は、よくかき混ぜた後、試料 50 ～ 250 g を採取する。
- (2) 大形の生葉はよくかき混ぜた後、試料 250 ～ 500 g を採取し、切断生葉を調製する。
- (3) 1 個の質量が 100 g 以上の生葉は 5 個以上を採取し、試料とするか、又は生葉を適当な大きさに切断してよくかき混ぜた後、試料 500 g 以上を採取し、必要に応じて切断生葉を調製する。
- (4) 液状の生葉又は製剤は混和した後採取する。
- (5) 不溶性固形剤は不溶性物質をできるだけ細かく磨砕した後採取する。

試料溶液の調製

試料の分散又は希釈には、pH 7.2 のリン酸緩衝液、pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は使用する液体培地を用いる。別に規定するもののほか、通例、試料 10 g 又は 10 mL を量り、上記の緩衝液又は液体培地 90 mL 中に振り混ぜ分散又は溶解し、分散した試料は、更に、10 分間振り混ぜる。なお、付着菌の回収率の低い生葉については同様の操作を繰り返し、試料溶液とする。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地中に分散させるか、異なる量の試料を使用しなければならない場合がある。試料溶液は、pH 6 ～ 8 に調整する。試料溶液は調製後 1 時間以内に使用しなければならない。

液状製剤：10 mL を量り、上記の緩衝液又は液体培地 90 mL 中に振り混ぜ試料溶液とする。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地中に分散させるか、異なる量の試料を使用しなければならない場合がある。

不溶性固形剤：10 g を量り、不溶性物質をできるだけ細かく磨砕して、上記の緩衝液又は液体培地 90 mL 中に振り混ぜ試料溶液とする。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地中に分散させるか、異なる量の試料を使用しなければならない場合がある。必要に応じてブレンダーなどで浮遊液を均一に分散させることも可能である。適当な界面活性剤（例えば、0.1 w/v% ポリソルベート 80）を加えて可溶化させてもよい。

試験の手順

(1) カンテン平板混釈法

本法では、直径 9 ～ 10 cm のペトリ皿を使用する。一希釈段階につき 2 枚以上のカンテン培地を使用する。1 mL の試料溶液又は試料溶液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する。これにあらかじめ 45℃ 以下に保温されて融けた状態にある滅菌したカンテン培地 15 ～ 20 mL を加え混和する。カンテン培地としては、好気性細菌の検出を目的とする場合はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を使用する。試料中に混在する生葉の組織片などへの対応や真菌の増殖をできるだけ抑制する目的から、好気性細菌染色色素 TTC 試液や抗真菌剤アムホテリシン B 試液を培地に添加することができる。TTC 試液及びアムホテリシン B 試液は、滅菌したカンテン培地へ使用直前に 1 L 当たり TTC 試液 2.5 ～ 5 mL、アムホテリシン B 試液 2 mL を添加し、混和する。真菌の検出を目的とする場合は抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地、抗生物質添加ポテト・デキストロースカンテン培地又は抗生物質添加 GP カンテン培地のいずれかを使用する。かびがカンテン培地上に拡散する場合は、ローズベンガル試液を培地に添加することができる。ローズベンガル試液は、カンテン培地 1 L 当たり 5 mL を添加し、混和後、121℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する。カンテンの固化後、好気性細菌の試験は 30 ～ 35℃、真菌の試験は 20 ～ 25℃ で少なくとも 5 日間培養する。多数の集落が出現するときは、好気性細菌の場合は一平板当たり 300 cfu 以下の集落を持つ平板から、真菌の場合は一平板当たり 100 cfu 以下の集落を持つ平板から得られる計測結果を用いて生菌数を算出する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、培養後 5 日以前の計測値を採用してもよい。

(2) カンテン平板表面塗抹法

本法は、固化させ表面を乾燥させたカンテン培地上に 0.05 ～ 0.2 mL の試料溶液をのせ、コンラージ棒などで均等に塗抹する方法である。ペトリ皿の大きさ、使用カンテン培地の種類と量、添加試薬、培養温度と時間及び生菌数算出法などは、カンテン平板混釈法と同様である。

(3) 液体培地段階希釈法（最確数法）

本法では、9 ～ 10 mL のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を入れた試験管を使用する。各希釈段階において 3 本の試験管を使用する。最初の試験管 3 本の各々に 1 mL の試料溶液（0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む）を加え

て 10 倍希釈試験管とする。次いでこの 10 倍希釈試験管の各々から 1 mL をとり、3 本の試験管の各々に混和し、100 倍希釈試験管とする。更に 100 倍希釈試験管の各々から 1 mL をとり、3 本の試験管の各々に混和し、1000 倍希釈試験管とする。なお、希釈が必要な場合には同様な操作を繰り返す。対照として各希釈段階の希釈液 1 mL を 1 本の試験管にそれぞれ加える。これらの試験管は 30 ~ 35 °C で少なくとも 5 日間以上培養する。対照の試験管で微生物の増殖が観察されてはならない。結果の判定が難しい場合又はあいまいな結果の場合は、カンテン培地又は液体培地に約 0.1 mL を移植し、30 ~ 35 °C で 24 ~ 72 時間培養し、増殖の有無を判定する。表 5.02-1 から 1 g 又は 1 mL 当たりの最確数を求める。

第一カラム (0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む) において増殖を示した試験管数が 2 以下の場合、1 g 又は 1 mL 当たりの微生物の最確数は 100 以下の可能性が高い。

表 5.02-1 微生物の最確数表

下記の量の試料を加えた場合に 微生物の増殖が観察された試験管の数			試料 1 g 当たり 又は 1 mL 当たりの 微生物の最確数
試験管当たり 0.1 g 又は 0.1 mL	試験管当たり 0.01 g 又は 0.01 mL	試験管当たり 1 mg 又は 1 µL	
3	3	3	>1100
3	3	2	1100
3	3	1	500
3	3	0	200
3	2	3	290
3	2	2	210
3	2	1	150
3	2	0	90
3	1	3	160
3	1	2	120
3	1	1	70
3	1	0	40
3	0	3	95
3	0	2	60
3	0	1	40
3	0	0	23

(4) メンブランフィルター法

本法では、メンブランフィルターは、孔径 0.45 µm 以下の適当な材質のものを使用する。フィルターの直径は、約 50 mm のものが望ましいが、異なる直径のものも使用できる。フィルター、フィルター装置、培地などはすべて十分に滅菌されていなければならない。通例、20 mL の試料溶液 (2 g の試料を含む) を量り、2 枚のフィルターで 10 mL ずつろ過する。必要に応じて試料溶液を希釈して試験してもよい。菌濃度が高い場合は 1 枚のフィルター当たり 10 ~ 100 cfu の集落が出現するように希釈することが望ましい。試料溶液をろ過した後、各フィルターは pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液、pH 7.2 のリン酸緩衝液又は使用する液体培地などを洗浄液として用いて、3 回以上ろ過洗浄する。1 回の

ろ過洗浄に使用する洗浄液の量は約 100 mL とするが、フィルターの直径が約 50 mm と異なる場合には、大きさに従って洗浄液の量を調整する。脂質を含む試料の場合には、洗浄液にポリソルベート 80 などを添加してもよい。ろ過後、好気性細菌の試験を行うときはソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の、真菌の試験を行うときはサブロー・ブドウ糖カンテン培地、ポテト・デキストロースカンテン培地又は GP カンテン培地 (いずれも抗生物質添加) のいずれかの表面にフィルターを置く。好気性細菌の試験は 30 ~ 35 °C で、真菌の試験は 20 ~ 25 °C でそれぞれ少なくとも 5 日間培養後、集落数を計測する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、培養後 5 日以前の計測値を採用してもよい。

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

次に記す菌株、若しくはこれらと同等と考えられる菌株を使用することができる。ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を用い、細菌は 30 ~ 35 °C、*Candida albicans* は 20 ~ 25 °C で培養する。

Escherichia coli

NBRC 3972, ATCC 8739, NCIMB 8545 など

Bacillus subtilis

NBRC 3134, ATCC 6633, NCIMB 8054 など

Staphylococcus aureus

NBRC 13276, ATCC 6538, NCIMB 9518 など

Candida albicans

NBRC 1393, NBRC 1594, ATCC 2091, ATCC 10231 など

培養液のそれぞれを pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は pH 7.2 のリン酸緩衝液で希釈し、1 mL 当たり 50 ~ 200 cfu 前後の生菌を含む菌液を調製する。使用する培地は菌液を 1 mL 接種し、指定された温度で 5 日間培養したときに、十分な増殖又は接種菌数の回収が認められなければならない。試料の存在下と非存在下での比較において菌数の差異が 1/5 以下の場合、希釈、ろ過、中和又は不活化などの手段によってその影響を除去しなければならない。培地、希釈液の無菌性又は試験が無菌的に遂行されているか否かを検証するために、使用した pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は pH 7.2 のリン酸緩衝液を対照とする。

2. 特定微生物試験

本試験は、腸内細菌とその他のグラム陰性菌、大腸菌、サルモネラ及び黄色ブドウ球菌を測定する試験である。

試料の採取と調製

生菌数試験の試料の採取と調製の項を適用する。

試料溶液の調製

別に規定するもののほか、生菌数試験の試料溶液の調製法を適用する。試料の調製において液体培地を使用する場合は、別に規定するもののほか、それぞれの試験で規定されている培地を使用する。なお、試料の発育阻止物質の除去や分散性を考慮して、試料量と培地量を適宜、調整することができる。

試験の手順

(1) 腸内細菌とその他のグラム陰性菌

(i) 定性試験

試料 10 g 又は 10 mL を量り、乳糖ブイヨン 90 mL を加えて振り混ぜて分散又は溶解し、10 mL をモーゼル腸

内細菌増菌ブイヨン培地 90 mL に接種し 35 ~ 37°C で 18 ~ 24 時間培養する。培養液を軽く振った後、1 白金耳をとり、ブドウ糖添加 VRB カンテン培地上に塗抹し、35 ~ 37°C で 18 ~ 24 時間培養する。通例、赤又は赤味があった集落が検出された場合、陽性と判定する。

(ii) 定量試験

定性試験で腸内細菌とその他グラム陰性菌が認められた場合、試料 10 g 又は 10 mL を量り、乳糖ブイヨン 90 mL に振り混ぜて分散又は溶解し、試料溶液 1 mL (0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む) をモーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地 9 mL に接種し、振り混ぜる。次いでこの希釈試料溶液から 1 mL をとり、モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地 9 mL に接種し、振り混ぜる (0.01 g 又は 0.01 mL の試料を含む)。更に、希釈試料溶液から 1 mL をとり、モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地 9 mL に接種し、振り混ぜる (1 mg 又は 1 μ L の試料を含む)。これらの調製した液を 35 ~ 37°C で 18 ~ 24 時間培養した後、1 白金耳をとり、ブドウ糖添加 VRB カンテン培地上に塗抹し、35 ~ 37°C で 18 ~ 24 時間培養する。赤又は赤味があった集落が検出された場合、陽性と判定し、表 5.02-2 に従って菌数を求める。

表 5.02-2 定量試験判定基準

各試料溶液における結果			判定 (cfu/g又はmL)
0.1 g 又は 0.1 mL	0.01 g 又は 0.01 mL	1 mg 又は 1 μ L	
+	+	+	10 ⁵ 以上
+	+	-	10 ² ~10 ³ 未満
+	-	-	10 ¹ ~10 ² 未満
-	-	-	10 ⁰ 未満

(2) 大腸菌

(i) 定性試験

試料 10 g 又は 10 mL を量り、乳糖ブイヨン 90 mL を加え、振り混ぜて分散又は溶解した液 1 mL を 9 ~ 10 mL の EC 培地を入れた発酵試験管にとり、44.5±0.2°C の恒温水槽中で 24±2 時間培養し、ガス発生が認められない場合は大腸菌陰性と判定する。ガス発生が認められたときは、ガス発生の発酵管から 1 白金耳を EMB カンテン培地上に塗抹し、30 ~ 35°C で 18 ~ 24 時間培養する。EMB カンテン培地で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びたグラム陰性菌の集落が見出されない場合は大腸菌陰性と判定する。上記の平板で大腸菌が疑われる集落については IMViC 試験 (インドール産生試験, メチルレッド反応試験, フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験) を行い、パターンが「++--」又は「-+-」のものを大腸菌と判定する。また、大腸菌迅速同定用培地やキットの使用も可能である。

(ii) 定量試験

液体培地段階希釈法 (最確数法)

定性試験で大腸菌の存在が認められた場合、9 ~ 10 mL の EC 培地を入れた発酵試験管を使用する。各希釈段階において 3 本の試験管を使用する。試料 10 g 又は 10 mL を量り、乳糖ブイヨン 90 mL を加え、振り混ぜて分散又は

溶解し、最初の発酵試験管 3 本の各々に 1 mL の試料溶液 (0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む) を加えて 10 倍希釈発酵試験管とする。次いでこの 10 倍希釈発酵試験管の各々から 1 mL をとり、3 本の発酵試験管の各々に混和し、100 倍希釈発酵試験管とする。更に、100 倍希釈発酵試験管の各々から 1 mL をとり、3 本の発酵試験管の各々に混和し、1000 倍希釈発酵試験管とする。対照として各希釈段階の希釈液 1 mL を 1 本の試験管にそれぞれ加える。これらの試験管は 44.5±0.2°C の恒温水槽中で 24±2 時間培養し、ガス発生が認められた発酵管から 1 白金耳を EMB カンテン培地上に塗抹し、30 ~ 35°C で 18 ~ 24 時間培養する。EMB カンテン培地で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びたグラム陰性菌の集落の出現した発酵管数から、表 5.02-1 より最確数を求める。

(3) サルモネラ

試料 10 g 又は 10 mL を量り、乳糖ブイヨン 90 mL を加え、振り混ぜて分散又は溶解し、30 ~ 35°C で 24 ~ 72 時間培養する。増殖が見られた場合は、培養液を軽く振った後、1 mL ずつを 10 mL のセレナイト・シスチン液体培地及びテトラチオネート液体培地に接種し、12 ~ 24 時間培養する。なお、セレナイト・シスチン培地に代えて、ラバポート液体培地を使用することができる。培養後、それぞれの液体培地からプリリアントグリーンカンテン培地、XLD カンテン培地及び亜硫酸ビスマスカンテン培地のうちの少なくとも 2 種類以上の培地に塗抹し、30 ~ 35°C で 24 ~ 48 時間培養する。表 5.02-3 に適合する集落が見出されない場合はサルモネラ陰性と判定する。表 5.02-3 に適合するグラム陰性桿菌の集落が見出された場合は白金線を用いて TSI 斜面カンテン培地の深部と斜面上に疑われる集落を接種し、35 ~ 37°C で 18 ~ 24 時間培養する。サルモネラが存在する場合は深部が黄色となり、斜面部は赤色のまま変化しない。通常、深部でガスの産生が見られるが、硫化水素は産生される場合とされない場合がある。キット使用を含む更に詳細な生化学試験と血清学的試験を併用することで、サルモネラの同定、型別試験を必要に応じて実施する。

表 5.02-3 選択培地上におけるサルモネラの形態学的特徴

培地	集落の特徴
プリリアントグリーンカンテン培地	小型で無色透明又は不透明で白色~桃色 (しばしば周囲に桃色~赤色の帯が形成される)
XLD カンテン培地	赤色、中心部に黒点が現れる場合とそうでない場合がある。
亜硫酸ビスマスカンテン培地	黒色又は緑色

(4) 黄色ブドウ球菌

試料 10 g 又は 10 mL を量り、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地又は抗菌性物質を含まない適当な培地 90 mL を加え、振り混ぜて分散又は溶解する。この試料を含む液体培地を 30 ~ 35°C で 24 ~ 48 時間培養する。培養後、1 mL を 9 mL の 7.5 % 食塩加ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に加え 30 ~ 35°C で 24 ~ 48 時間培養する。増殖が見られた場合は、培養液から 1 白金

耳をフォーゲル・ジョンソンカンテン培地、ベアード・パーカーカンテン培地又はマンニット・食塩カンテン培地のいずれかの上に塗抹し、30～35℃で24～48時間培養する。表 5.02-4 に示す特徴を持ったグラム陽性球菌が見出されない場合は黄色ブドウ球菌陰性と判定する。黄色ブドウ球菌が疑われる集落についてはコアグラゼ試験を行う。哺乳類由来の 0.5 mL の血漿（ウサギ又はウマ由来のものが望ましい；適当な添加物が加えられたものでもよい）を含む試験管に白金耳などを使って疑われる集落を接種し、37±1℃の恒温槽中で培養する。3 時間後に凝固の有無を調べ、その後、適当な時間ごとに 24 時間まで凝固の有無を調べる。コアグラゼ反応陽性と陰性の対照についても同時に試験を行う。凝固が観察されない場合は、黄色ブドウ球菌陰性と判定する。

表 5.02-4 選択培地上における黄色ブドウ球菌の形態学的特徴

培地	集落の特徴
フォーゲル・ジョンソンカンテン培地	黄色の帯に囲まれた黒色
ベアード・パーカーカンテン培地	透明な帯に囲まれた黒色、光沢あり
マンニット・食塩カンテン培地	黄色の帯に囲まれた黄色

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

試験には、表 5.02-5 に掲げられている菌株を規定された培地中で 30～35℃で 18～24 時間培養して使用する。次に、pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液、pH 7.2 のリン酸緩衝液又はそれぞれの菌株で指定された培地などを用いて、1 mL 当たり約 1000 cfu の生菌を含む溶液を調製する。必要に応じて約 1000 cfu/mL の生菌を含む大腸菌、サルモネラ及び黄色ブドウ球菌の各 0.1 mL を混和して、試料の存在下、非存在下において、培地の有効性及び抗菌性物質の存在などを試験する。

表 5.02-5 培地の有効性確認と特定微生物試験法の検証のために使用される菌株と培地

微生物	菌株名	培地
大腸菌	NBRC 3972, ATCC 8739, NCIMB 8545 若しくはこれらと同等の菌株	乳糖ブイオン
サルモネラ	特定せず*	乳糖ブイオン
黄色ブドウ球菌	NBRC 13276, ATCC 6538, NCIMB 9518 若しくはこれらと同等の菌株	ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

* サルモネラの場合、非病原性又は病原性の弱い菌株が望ましい。*Salmonella typhi* は使用しないほうがよい。

再試験

不確定な結果やあいまいな結果が得られた場合は、試料量を最初の試験の 2.5 倍を使って再試験を行う。方法は最初の試験法と同じであるが、試料の増加に比例して、培地などの量を増加させて行う。

3. 緩衝液、培地と試薬

微生物限度試験用の緩衝液、培地と試薬を以下に掲げる。他の培地でも類似の栄養成分を含み、かつ試験対象となる微生物に対して類似の選択性及び増殖性を持つものは使用して差し支えない。

(1) 緩衝液

(i) リン酸緩衝液、pH 7.2

保存溶液：リン酸二水素カリウム 34 g を水約 500 mL に溶かす。水酸化ナトリウム試液約 175 mL を加え、pH 7.1～7.3 に調整し、水を加えて 1000 mL とし、保存溶液とする。高圧蒸気滅菌後、冷所で保存する。用時、保存溶液を 800 倍に希釈し、121℃で 15～20 分間滅菌して用いる。

(ii) ペプトン食塩緩衝液、pH 7.0

リン酸二水素カリウム	3.56 g
リン酸水素二ナトリウム十二水和物	18.23 g
塩化ナトリウム	4.30 g
ペプトン	1.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 6.9～7.1、0.1～1.0 w/v% のポリソルベート 20 又はポリソルベート 80 を添加しても差し支えない。

(2) 培地

(i) ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地

カゼイン製ペプトン	15.0 g
ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.1～7.3。

(ii) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0 g
ダイズ製ペプトン	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
ブドウ糖	2.5 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.1～7.5。

(iii) 抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ペプトン（肉製及びカゼイン製）	10.0 g
ブドウ糖	40.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 5.4～5.8。使用直前に培地 1 L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1 L 当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい。

(iv) 抗生物質添加ポテト・デキストロースカンテン培地

ポテトエキス	4.0 g
ブドウ糖	20.0 g
カンテン	15.0 g

水 1000 mL
全成分を混和し、121℃で15～20分間高压蒸気滅菌する。滅菌後の pH 5.4～5.8。使用直前に培地 1 L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1 L 当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい。

(v) 抗生物質添加 GP (グルコース・ペプトン) カンテン培地

ブドウ糖	20.0 g
酵母エキス	2.0 g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5 g
ペプトン	5.0 g
リン酸二水素カリウム	1.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高压蒸気滅菌する。滅菌後の pH 5.6～5.8。使用直前に培地 1 L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1 L 当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい。

(vi) 乳糖ブイヨン

肉エキス	3.0 g
ゼラチン製ペプトン	5.0 g
乳糖一水和物	5.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高压蒸気滅菌する。滅菌後の pH 6.7～7.1。滅菌後はできるだけ速やかに冷却する。

(vii) EC 培地

ペプトン	20.0 g
乳糖一水和物	5.0 g
胆汁酸塩	1.5 g
リン酸水素二カリウム	4.0 g
リン酸二水素カリウム	1.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高压蒸気滅菌する。滅菌後の pH 6.8～7.0。滅菌後はできるだけ速やかに冷却する。冷却後もダーラム管中に気泡が残っている試験管は使用しない。

(viii) EMB (エオシンメチレンブルー) カンテン培地

ゼラチン製ペプトン	10.0 g
リン酸水素二カリウム	2.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
カンテン	15.0 g
エオシン Y	0.40 g
メチレンブルー	0.065 g
水	1000 mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高压蒸気滅菌する。滅菌後の pH 6.9～7.3。

(ix) モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地

ゼラチン製ペプトン	10.0 g
-----------	--------

ブドウ糖	5.0 g
乾燥した牛胆汁	20.0 g
リン酸二水素カリウム	2.0 g
リン酸水素二ナトリウム十二水和物	8.0 g
ブリリアントグリーン	0.015 g
水	1000 mL

全成分を混和し、100℃で30分間加熱後、速やかに冷却する。加熱後の pH 7.0～7.4。

(x) ブドウ糖添加 VRB (バイオレット・レッド・胆汁酸) カンテン培地

酵母エキス	3.0 g
ゼラチン製ペプトン	7.0 g
胆汁酸塩	1.5 g
乳糖一水和物	10.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
ブドウ糖	10.0 g
カンテン	15.0 g
ニュートラルレッド	0.030 g
クリスタルバイオレット	0.002 g
水	1000 mL

全成分を混和して、煮沸して溶かす。煮沸後の pH 7.2～7.6。高压蒸気滅菌してはならない。

(xi) セレナイト・シスチン液体培地

ゼラチン製ペプトン	5.0 g
乳糖一水和物	4.0 g
リン酸三ナトリウム十二水和物	10.0 g
亜セレン酸ナトリウム	4.0 g
L-シスチン	0.010 g
水	1000 mL

全成分を混和し、加温して溶かす。最終の pH 6.8～7.2。滅菌してはならない。

(xii) テトラチオネート液体培地

カゼイン製ペプトン	2.5 g
肉製ペプトン	2.5 g
デソキシコール酸ナトリウム	1.0 g
炭酸カルシウム	10.0 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	30.0 g
水	1000 mL

固体を含む上記溶液を煮沸する。使用当日に水 20 mL にヨウ化カリウム 5 g 及びヨウ素 6 g を溶かした液を加える。更に滅菌ブリリアントグリーン溶液 (1 → 1000) 10 mL を加え、混和する。その後は培地に熱を加えてはならない。

(xiii) ラバポート液体培地

ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	8.0 g
リン酸二水素カリウム	1.6 g
マラカイトグリーンシュウ酸塩	0.12 g
塩化マグネシウム六水和物	40.0 g
水	1000 mL

マラカイトグリーンシュウ酸塩と塩化マグネシウム六水和物及び残りの成分をそれぞれ別々に水に溶かして、121℃で15～20分間高压蒸気滅菌する。滅菌後、混和して使用する。最終の pH 5.4～5.8。

(xiv) プリリアントグリーンカンテン培地	
ペプトン (肉製及びカゼイン製)	10.0 g
酵母エキス	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
白糖	10.0 g
フェノールレッド	0.080 g
プリリアントグリーン	0.0125 g
カンテン	20.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、1 分間煮沸する。使用直前に 121℃ で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 6.7 ~ 7.1. 約 50℃ に冷却してペトリ皿に分注する。

(xv) XLD (キシロース・リジン・デソキシコール酸)

カンテン培地	
D-キシロース	3.5 g
塩酸 L-リジン	5.0 g
乳糖一水和物	7.5 g
白糖	7.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
酵母エキス	3.0 g
フェノールレッド	0.080 g
デソキシコール酸ナトリウム	2.5 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	6.8 g
クエン酸アンモニウム鉄(III)	0.80 g
カンテン	13.5 g
水	1000 mL

全成分を混和して、煮沸して溶かす。煮沸後の pH 7.2 ~ 7.6. 高圧蒸気滅菌してはならない。過剰な加熱は避ける。煮沸後、約 50℃ に冷却してペトリ皿に分注する。

(xvi) 亜硫酸ビスマスカンテン培地

肉エキス	5.0 g
カゼイン製ペプトン	5.0 g
肉製ペプトン	5.0 g
ブドウ糖	5.0 g
リン酸三ナトリウム十二水和物	4.0 g
硫酸鉄(II)七水和物	0.30 g
亜硫酸ビスマス・インジケーター	8.0 g
プリリアントグリーン	0.025 g
カンテン	20.0 g
水	1000 mL

全成分を混和して、煮沸して溶かす。煮沸後の pH 7.4 ~ 7.8. 高圧蒸気滅菌をしてはならない。過剰な加熱は避ける。煮沸後、約 50℃ に冷却して、ペトリ皿に分注する。

(xvii) TSI (トリプルシュガーアイアン) カンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉製ペプトン	10.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
白糖	10.0 g
ブドウ糖	1.0 g
硫酸アンモニウム鉄(II)六水和物	0.20 g
塩化ナトリウム	5.0 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	0.20 g
フェノールレッド	0.025 g

カンテン	13.0 g
水	1000 mL

全成分を混和して、煮沸して溶かした後、小試験管に分注して 121℃ で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.1 ~ 7.5. 斜面カンテン培地として使用する。なお、上記の組合せに加えて、肉エキスや酵母エキス 3 g を含むものや、硫酸アンモニウム鉄(II)六水和物の代わりにクエン酸アンモニウム鉄(III)を含むものも使用して差し支えない。

(xviii) 7.5 % 食塩加ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0 g
ダイズ製ペプトン	3.0 g
塩化ナトリウム	75.0 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
ブドウ糖	2.5 g
水	1000 mL

(ii) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 (5 g 塩化ナトリウム含有) に塩化ナトリウム 70.0 g を加え、全成分を混和し、121℃ で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.1 ~ 7.5.

(xix) フォーゲル・ジョンソンカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
酵母エキス	5.0 g
D-マンニトール	10.0 g
リン酸水素二カリウム	5.0 g
塩化リチウム	5.0 g
グリシン	10.0 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	16.0 g
水	1000 mL

全成分を混和した後、1 分間煮沸して溶かす。121℃ で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌後、45 ~ 50℃ に冷却する。滅菌後の pH 7.0 ~ 7.4. これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液 (1 → 100) 20 mL を加えて混和する。

(xx) ベアード・パーカーカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉エキス	5.0 g
酵母エキス	1.0 g
塩化リチウム	5.0 g
グリシン	12.0 g
焦性ブドウ酸ナトリウム	10.0 g
カンテン	20.0 g
水	950 mL

全成分を混和し、時々激しく振り混ぜながら加熱し、1 分間煮沸する。121℃ で 15 ~ 20 分間高圧蒸気滅菌した後、45 ~ 50℃ に冷却する。滅菌後の pH 6.6 ~ 7.0. これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液 (1 → 100) 10 mL と卵黄乳濁液 50 mL を加えて緩やかに混和した後、ペトリ皿に分注する。卵黄乳濁液は卵黄約 30 %、生理食塩液約 70 % の割合で混和して調製する。

(xxi) マンニット・食塩カンテン培地

カゼイン製ペプトン	5.0 g
肉製ペプトン	5.0 g
肉エキス	1.0 g

D-マンニトール	10.0 g
塩化ナトリウム	75.0 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、時々激しく振り混ぜながら加熱し、1 分間煮沸した後、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH 7.2～7.6。

(3) 試薬・試液

(i) アムホテリシン B 試液 アムホテリシン B 粉末 22.5 mg を滅菌精製水 9 mL に溶かす。

アムホテリシン B 粉末 アムホテリシン B にデオキシコール酸ナトリウムが添加され γ 線滅菌されたもの。

(ii) 胆汁酸塩 動物の乾燥胆汁より製した黄褐色の粉末で、タウロコール酸ナトリウムやグリココール酸ナトリウムからなり、コール酸として 45% 以上を含む。5% 水溶液の pH は 5.5～7.5 の範囲にある。

(iii) TTC 試液 (2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム塩酸塩試液) 2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム塩酸塩 0.8 g を水に溶かし 100 mL とする。小試験管などに小分けした後、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。遮光して保存する。

(iv) ローズベンガル試液 ローズベンガル 1 g を水に溶かし 100 mL とする。

ローズベンガル $C_{20}H_{24}Cl_4Na_2O_5$ [特級] 赤褐色の粉末で、水に溶けて紫赤色を示す。

(4) 調製

(i) TTC 添加カンテン培地の調製 滅菌したカンテン培地 1 L 当たり TTC 試液 2.5～5 mL (20～40 mg/L) を使用直前に添加し、混和する。

(ii) アムホテリシン B 添加カンテン培地の調製 121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌したカンテン培地 1 L 当たりアムホテリシン B 試液 2 mL (5 mg/L) を使用直前に添加し、混和する。

(iii) ローズベンガル試液添加カンテン培地の調製 カンテン培地 1 L 当たりローズベンガル試液 5 mL (50 mg/L) を添加し、混和後、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。

6. 製剤試験法

6.01 眼軟膏剤の金属性異物試験法

眼軟膏剤の金属性異物試験法は、製剤総則中の眼軟膏剤の金属性異物を試験する方法である。

試料の調製

本剤 10 個をとり、できるだけ清潔な場所で、内容量が 5 g 未満の場合には全量をなるべく完全に取出し、5 g 以上の場合には 5 g をとり、それぞれ直径 60 mm の平底ペトリ皿に入れる。平底ペトリ皿にふたをして、85～110℃で 2 時間加熱して基剤を完全に溶かす。揺り動かさないように注意しながら室温で放置して固まらせる。

操作法

平底ペトリ皿を反転し、平底ペトリ皿の底の金属性異物をミクロメーターの付いた 40 倍以上の倍率の顕微鏡で観測する。光源は上方 45° の角度より照射し、それぞれの平底ペトリ皿につき、50 μ m 以上の金属性異物の数を数える。

注意：試験に用いる平底ペトリ皿は、泡、きずなどがなく、内面の周縁と底面の角度がなるべく直角のものを用いる。

6.02 製剤均一性試験法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆◆」で囲むことにより示す。

製剤均一性試験法とは、個々の製剤の間での有効成分含量の均一性の程度を示すための試験法である。したがって、本試験は、別に規定される場合を除き、単剤又は配合剤に含まれる個々の有効成分に対して適用される。

錠剤、カプセル剤、散剤又は顆粒剤の分包品、アンプル入り注射剤等は、個々の製剤中に有効成分の 1 回服用量あるいは複数個で 1 回用量になるように有効成分を含有している。そのような製剤の有効成分の含量の均一性を保証するには、ロット内の個々の製剤中の有効成分量が、表示量を中心とした狭い範囲内にあることを確認する必要がある。ただし、懸濁剤、乳剤又はゲルからなる外用の皮膚適用製剤へは本試験を適用しない。

製剤含量の均一性は、表 6.02-1 に示したように含量均一性試験又は質量偏差試験のいずれかの方法で試験される。含量均一性試験は、製剤個々の有効成分の含量を測定し、それぞれの成分の含量が許容域内にあるかどうかを確認する試験で、すべての製剤に適用できる。

質量偏差試験は次の製剤に適用できる。

- (1) ◆成分が完全に溶解した◆液を個別容器に封入した製剤(軟カプセルを含む)。
- (2) 他の有効成分及び添加剤を含まず、単一の成分のみからなる散剤、顆粒及び用時溶解の注射剤等の固形製剤を個別容器に封入したもの。
- (3) ◆成分が完全に溶解した◆液を、最終容器内で凍結乾燥することにより製した用時溶解の注射剤等の固形製剤で、その調製法がラベル又は添付文書に記載されているもの。
- (4) 硬カプセル、素錠又はフィルムコーティング錠で、有効成分含量が 25 mg 以上で、かつ製剤中の有効成分の割合が質量比で 25% 以上のもの。◆ただし、有効成分を含まない部分(コーティング部、カプセル殻など)を除いて計算する。◆25% より低い成分がある場合、その成分は含量均一性で試験する。

上記の条件を満たさない製剤は、含量均一性で試験する。ただし、(4) に示された製剤で、25 mg / 25% の閾値に達しなかった場合でも、製造工程のバリデーション及び製剤開発のデータから最終製剤の有効成分の濃度の相対標準偏差(RSD)が 2% 以下であることが示され、試験法の変更が認められた場合には、質量偏差試験を適用できる。有効成分濃度 RSD は、個々の製剤に対する有効成分濃度(w/w, w/v)の RSD で、個々の製剤中の有効成分含量を製剤質量で除することにより求

められる。RSD の一般式は表 6.02-2 を参照。

1. 含量均一性試験

試料 30 個以上をとり、下記に示す方法に従って試験する。定量法と含量均一性試験とで異なる測定法を用いた場合には、補正係数が必要となる場合もある。

固形製剤 試料 10 個について個々の製剤中の有効成分含量を適切な方法で測定し、表 6.02-2 を参照して判定値を計算する。

液剤 試料 10 個について、個々の容器から通常の使用法に従ってよく混合した内容物を取り出し、有効成分含量を測定し、表 6.02-2 を参照して判定値を計算する。

判定値の計算

次の式に従って判定値を計算する。

$$|M - \bar{X}| + ks$$

記号は表 6.02-2 で定義される。

2. 質量偏差試験

◆本試験は、有効成分濃度（有効成分質量を製剤質量で割ったもの）が均一であるという仮定で行われる試験である。◆

適当な方法によりロットを代表する試料について測定し、有効成分の平均含量を求める。この値を A とし、判定値の計算の項で示したように、表示量に対する % として表す。試料 30 個以上をとり、下記に示す方法に従って試験する。

素錠又はフィルムコーティング錠 試料 10 個について個々の質量を精密に量り、定量法により求めた平均含量から、計算により個々の試料の含量推定値を求め、表示量に対する % で表す。判定値を計算する。

硬カプセル 試料 10 個について、試料と質量の対応性に留意しながら、個々の質量をカプセルごと精密に量る。カプセルから内容物を適切な方法で除去し、個々の空のカプセルの質量を精密に量る。個々の試料の質量から対応する空のカプセルの質量を差し引いて、それぞれの試料の内容物の質量を求める。内容物の質量と定量法により求めた平均含量から、計算により個々の試料の含量推定値を求め、表示量に対する % で表す。判定値を計算する。

軟カプセル 試料 10 個について、試料と質量の対応性に留意しながら、個々の質量をカプセルごと精密に量る。カプセルを切り開き、内容物を適当な溶媒で洗い出す。室温に約 30 分間放置し、残存している溶媒を蒸発させて除去する。このとき、カプセルが吸湿又は乾燥することを避けなければならない。個々の空カプセルの質量を精密に量り、個々の試料の質量から対応する空カプセルの質量を差し引いて、内容物の質量を求める。内容物の質量と定量法により求めた平均含量から、計算により個々の試料の含量推定値を求め、表示量に対する % で表す。判定値を計算する。

錠剤とカプセル剤以外の固形製剤 「硬カプセル」の項に記載された方法と同様に個々の製剤を処理する。判定値を計算する。

液剤 試料 10 個について、内容物の質量又は容量と定量法により求めた平均含量から、計算により個々の試料の含量推定値を求め、表示量に対する % で表す。判定値を計算する。

判定値の計算

「含量均一性試験」の項に従って判定値を計算する。ただし、 \bar{X} は A_◆ に、また個々の試料の有効成分含量は下記に示した有効成分含量の推定値に置き換える。

x_1, x_2, \dots, x_n : 試料 1 個に含まれる有効成分含量の推定値

$$x_i = w_i \times \frac{A}{W}$$

w_1, w_2, \dots, w_n : 試験した個々の試料の質量

A : 適当な方法で測定して求めた有効成分含量（表示量に対する %）

\bar{W} : 個々の質量 (w_1, w_2, \dots, w_n) の平均値

3. 判定基準

別に規定するもののほか、次の判定基準を適用する。

固形製剤及び液剤 初めの試料 10 個について判定値を計算し、その値が L 1 % を超えないときは適合とする。もし判定値が L 1 % を超えるときは、更に残りの試料 20 個について同様に試験を行い、判定値を計算する。2 回の試験を併せた

表 6.02-1 含量均一性試験及び質量偏差試験の各製剤への適用

剤形	タイプ	サブタイプ	含量/有効成分濃度	
			25 mg 以上 かつ 25 % 以上	25 mg 未満 又は 25 % 未満
錠剤	素錠		MV	CU
	コーティング錠	フィルムコーティング錠	MV	CU
		その他	CU	CU
カプセル剤	硬カプセル		MV	CU
	軟カプセル	懸濁剤, 乳化剤, ゲル	CU	CU
		液剤	MV	MV
個別容器に入った固形製剤 ◆(分包品, 凍結乾燥製剤等)◆	単一組成		MV	MV
	混合物	最終容器内で溶液を凍結乾燥した製剤	MV	MV
		その他	CU	CU
個別容器に入った製剤 ◆(完全に溶解した液)◆			MV	MV
その他			CU	CU

CU : 含量均一性試験, MV : 質量偏差試験

表 6.02-2

変数	定義	条件	値
\bar{X}	表示量に対する % で表した個々の含量の平均 (x_1, x_2, \dots, x_n)		
x_1, x_2, \dots, x_n	試験した個々の試料に含まれる有効成分含量 (表示量に対する %)		
n	試料数 (試験した試料の全個数)		
k	判定係数	試料数 n が 10 のとき 試料数 n が 30 のとき	2.4 2.0
s	標準偏差		$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$
RSD	相対標準偏差 (平均値に対し, % で表した標準偏差)		$\frac{100s}{\bar{X}}$
M (ケース 1) $T \leq 101.5$ の場合に適用	基準値	$98.5\% \leq \bar{X} \leq 101.5\%$ $\bar{X} < 98.5\%$ $\bar{X} > 101.5\%$	$M = \bar{X}$ ($AV = ks$) $M = 98.5\%$ ($AV = 98.5 - \bar{X} + ks$) $M = 101.5\%$ ($AV = \bar{X} - 101.5 + ks$)
M (ケース 2) $T > 101.5$ の場合に適用	基準値	$98.5\% \leq \bar{X} \leq T$ $\bar{X} < 98.5\%$ $\bar{X} > T$	$M = \bar{X}$ ($AV = ks$) $M = 98.5\%$ ($AV = 98.5 - \bar{X} + ks$) $M = T\%$ ($AV = \bar{X} - T + ks$)
判定値 (AV)			一般式: $ M - \bar{X} + ks$ (種々の場合の計算は上に示した)
$L 1$	判定値の最大許容限度値		$L 1 = 15.0$ 他に規定する場合を除く.
$L 2$	個々の含量の M からの最大許容偏差	個々の含量の下限值は 0.75 M , 上限値は 1.25 M ($L 2 = 25.0$ とする)	$L 2 = 25.0$ 他に規定する場合を除く.
T	目標含量. 各条で別に規定する場合を除き, T は 100.0 % とする.		

30 個の試料の判定値が $L 1\%$ を超えず, かつ個々の製剤の含量が, 含量均一性試験又は質量偏差試験の「判定値の計算」の項で示した $(1 - L 2 \times 0.01)M$ 以上で, かつ $(1 + L 2 \times 0.01)M$ を超えるものがないときは適合とする. 別に規定するもののほか, $L 1$ を 15.0, $L 2$ を 25.0 とする.

6.03 製剤の粒度の試験法

製剤の粒度の試験法は, 製剤総則中の製剤の粒度の規定を試験する方法である.

操作法

(1) 顆粒剤

本剤は, 10 号 (1700 μm), 12 号 (1400 μm) 及び 42 号 (355 μm) ふるいを用いて試験を行う. ただし, 本試験法に用いるふるいの枠の内径は 75 mm とする.

本剤 20.0 g を正確に量り, 前記のふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ, 上ふたをした後, 3 分

間水平に揺り動かしながら, 時々軽くたたいてふるった後, 各々のふるい及び受器の残留物の質量を量る.

(2) 散剤

本剤は, 18 号 (850 μm), 30 号 (500 μm) 及び 200 号 (75 μm) のふるいを用いて試験を行う. ただし, この試験に用いるふるいの枠の内径は 75 mm とする.

本剤 10.0 g を正確に量り, 前記のふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ, 上ふたをした後, 3 分間水平に揺り動かしながら, 時々軽くたたいてふるった後, 各々のふるい及び受器の残留物の質量を量る.

6.04 制酸力試験法

制酸力試験法は, 胃において酸と反応し, 制酸作用を発現する医薬品原体及び製剤の制酸力を求める試験法である. 次の方法により試験を行うとき, 原体は, その 1 g に対応する 0.1 mol/L 塩酸の消費量 (mL) で示し, 製剤は, 用法及び用量の

1 日服用量（1 日服用量に幅がある場合には最小の 1 日服用量をいう）に対応する 0.1 mol/L 塩酸の消費量（mL）で示す。試料の調製

原体及び製剤総則散剤の規定に適合する固体製剤は、そのまま試料とする。ただし、分包されているものは、その 20 包以上をとり、その内容物質量を精密に量り、1 日服用量当たりの内容物の平均質量を算出し、均一に混合して試料とする。固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので、分包されている顆粒剤などは、その 20 包以上をとり、その内容物の質量を精密に量り、1 日服用量当たりの平均質量を算出した後、粉末とし、試料とする。固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので、分包されていない顆粒剤などは、その 20 回服用量以上をとり、粉末とし、試料とする。カプセル剤、錠剤などは、その 20 回服用量以上をとり、その質量を精密に量り、1 日服用量当たりの内容物の平均質量、又は平均質量を算出した後、粉末とし、試料とする。

液体製剤は、よく振り混ぜ、試料とする。

操作法

計算式で a の量が 20 ~ 30 mL になる量の試料をとり、試験を行う。

原体又は固体製剤の試料を精密に量り、200 mL の共栓フラスコに入れ、0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して $37 \pm 2^\circ\text{C}$ で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ただし、0.1 mol/L 塩酸を加える際にガスが発生する場合には注意して加え、密栓する。冷後、必要ならば再びろ過する。ろ液 50 mL を正確に量り、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (pH 測定法 (2.54)、終点 pH 3.5)。同様の方法で空試験を行う。

液体製剤は、試料を正確に量り、100 mL のメスフラスコに入れ、水を加えて 45 mL とし、振り混ぜながら 0.2 mol/L 塩酸 50 mL を正確に加え、次に水を加えて 100 mL とする。これを 200 mL の共栓フラスコに移し、残留物は水 20.0 mL で洗い込み、密栓して $37 \pm 2^\circ\text{C}$ で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 60 mL を正確に量り、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (pH 測定法 (2.54)、終点 pH 3.5)。同様の方法で空試験を行う。

制酸力 (0.1 mol/L 塩酸消費量/1 g 又は 1 日服用量)(mL)

$$= (b - a) f \times 2 \times t / s$$

a : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

b : 空試験における 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

f : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

t : 原体は 1000 mg, 製剤は 1 日服用量 (固体製剤の場合 mg, 液体製剤の場合 mL)

s : 試料の量 (原体及び固体製剤は mg, 液体製剤は mL)

6.05 注射剤の採取容量試験法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆◆」で囲むことにより示す。

◆注射剤の採取容量試験法は、表示量よりやや過剰に採取でき

る量が容器に充てんされていることを確認する試験法である。アンプル、プラスチックバッグなどの単回投与容器又は分割投与容器で提供される注射剤は、通常、表示量を投与するのに十分な量の注射液で充てんされており、過量は、製品の特性に応じて決まる。◆

懸濁性注射剤及び乳濁性注射剤では、内容物を採取する前及び密度を測定する前に振り混ぜる。油性注射剤及び粘性を有する注射剤では、必要ならば表示された方法に従って加温し、内容物を移し替える直前に振り混ぜてもよい。測定は、20 ~ 25 $^\circ\text{C}$ に冷やした後に行う。

(1) 単回投与注射剤

表示量が、10 mL 以上の場合は 1 個、3 mL を超え 10 mL 未満の場合は 3 個、3 mL 以下の場合は 5 個をとり、個々の容器ごとに全内容物を採取する。採取には 2.5 cm 以上の長さの 21 ゲージ針を取り付けた、測定しようとする容量の 3 倍を超えない容量の乾燥した注射筒を用いる。注射筒及び注射針内から気泡を排出した後、注射筒の全内容物を、注射針の中が空にならないように受用メスシリンダー中に排出し、容量を測定する。この代わりに、内容物の質量 (g) を密度で除して容量 (mL) に換算してもよい。受用メスシリンダーには測定しようとする容量が 40 % 以上となる乾燥したメスシリンダーを用いる。なお、表示量が 2 mL 以下の場合には適切な数の容器をとり、各容器について別々の乾燥した注射筒を用いて全内容物を採取し、それらを合わせて容量を測定してもよい。10 mL 以上の場合には、開封し、全内容物を直接受用メスシリンダー又は質量既知のビーカーへ入れて測定してもよい。

個々の製剤の採取容量は表示量以上である。表示量が 2 mL 以下の場合で複数個の内容物を合わせて測定したときは、採取容量は表示量の合計以上である。

(2) 分割投与注射剤

1 回の投与量と投与回数が表示されている分割投与注射剤では、1 個をとり、規定された投与回数と同数の別々の乾燥した注射筒を用いて内容物を採取し、単回投与注射剤の方法に従って操作する。

各注射筒から得られる採取容量は表示された 1 回の投与量以上である。

(3) カートリッジ又は注射筒に充てんされた注射剤

表示量が、10 mL 以上の場合は 1 個、3 mL を超え 10 mL 未満の場合は 3 個、3 mL 以下の場合は 5 個をとり、付属の注射針、押し子、注射筒などがある場合にはそれらを装着し、各容器の全内容物を、注射針の中が空にならないようにして、ゆっくりと一定速度で押し子を押しながら質量既知の乾いたビーカーへ排出する。内容物の質量 (g) を密度で除して容量 (mL) を求める。

個々の製剤の採取容量は表示量以上である。

(4) 輸液用注射剤

容器 1 個をとり、測定しようとする容量が 40 % 以上となる乾燥したメスシリンダー中に全内容物を排出し、容量を測定する。

製剤の採取容量は表示量以上である。

6.06 注射剤の不溶性異物検査法

注射剤の不溶性異物検査法は、注射剤中の不溶性異物の有無を調べる検査法である。

第1法 溶液である注射剤及び用時溶解して用いる注射剤の溶剤はこの方法による。

容器の外部を清浄にし、白色光源の直下、約 1000 lx の明るさの位置で、肉眼で観察するとき、澄明で、たやすく検出される不溶性異物を認めてはならない。ただし、プラスチック製水性注射剤容器を用いた注射剤にあっては、上部及び下部に白色光源を用いて 8000 ~ 10000 lx の明るさの位置で、肉眼で観察するものとする。

第2法 用時溶解して用いる注射剤はこの方法による。

容器の外部を清浄にし、異物が混入しないよう十分に注意して添付の溶剤又は注射用水を用いて溶解し、白色光源の直下、約 1000 lx の明るさの位置で、肉眼で観察するとき、澄明で、明らかに認められる不溶性異物を含んではならない。

6.07 注射剤の不溶性微粒子試験法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ●」で囲むことにより示す。

注射剤及び輸液中の不溶性微粒子試験法は、混在してはならない不溶性微粒子を試験する方法であり、第1法（光遮蔽粒子計数法）又は第2法（顕微鏡粒子計数法）で試験する。第1法での試験を優先するが、場合によってはまず第2法で試験し、次に第1法で試験する必要がある。すべての注射剤が両法で試験できるとは限らず、透明性が低いあるいは粘性の高い乳剤、コロイド、リポソーム、センサー内で気泡を生じる注射剤など、第1法で試験できない場合は第2法で試験する。注射剤の粘度が高く試験に支障をきたす場合は、必要に応じて適当な液で希釈し、粘度を下げて試験する。

本試験は一部のサンプルを対象として行われる抜取試験であるため、母集団の微粒子数を正しく推定するには、統計学的に適切なサンプリング計画の下で試験が行われなければならない。

第1法 光遮蔽粒子計数法

装置

微粒子の粒径及び各粒径の粒子数を自動的に測定できる光遮蔽原理に基づいた装置を用いる。◆校正、試料容量精度、試料流量及び計数精度の検証を少なくとも1年1回以上行うことが必要である。◆

◆校正

校正用粒子は、少なくとも粒径が 5 μm 、10 μm 及び 25 μm の真球状のポリスチレン系の単分散粒子（PSL 粒子）を用いて粒径感度測定を行う。PSL 粒子は、国内又は国際的な長さのトレーサビリティを持ち、不確かさが 3 % 以内とする。校正用粒子は「微粒子試験用精製水」に分散させる。

手動法

装置自身を用い、閾値設定チャンネルを少なくとも3チャンネル用いて、ウィンドー移動式ハーフカウント法で粒子感度の測定を行う。ウィンドーは測定粒径の $\pm 20\%$ とする。指定の粒径の粒子感度測定終了後、粒子感度測定点から製造会社の

指定する方法により粒径応答曲線を作成し、装置の 5 μm 、10 μm 及び 25 μm の閾値を求める。

電気法

多チャンネル波高分析装置を用い、手動法と同じウィンドー移動式ハーフカウント法で粒子感度の測定を行い、製造会社の指定する方法により粒子感度測定点より粒径応答曲線を作成し、装置の 5 μm 、10 μm 及び 25 μm の閾値を求める。この場合、製造会社又はユーザーは、手動法と同じ結果が得られることを検証しなければならない。

自動法

装置の粒径応答曲線は、装置の製造会社が供給するソフトウェア又はユーザーが作成したソフトウェアを用いて求めてもよいが、製造会社又はユーザーは、手動法と同じ結果が得られることを検証しなければならない。

試料容量

試料容量精度は、試験液 10 mL を測定し、試験液の減少を質量法で測定した場合に測定容量の 5 % 以内とする。

試料流量

センサーに導入する試料の流量は、測定容量と測定時間から算出し、製造会社の指定流量の範囲であることを確認する。

センサー

微粒子検出センサーの計数率及び粒径分解能は、同一型式のセンサーであっても部品精度、組立精度により個々のセンサーによって変わる可能性がある。また、閾値精度も確認する必要があるので、計数参照標準溶液（10 μm PSL 粒子、1000 個/mL $\pm 10\%$ 、CV 値 5 % 以下）を用いて、粒径分解能、計数率及び閾値設定精度を試験する。

なお、測定中は試料の濃度を均一にするためかき混ぜる。

粒径分解能

1. 装置の計数値から作成したヒストグラムの広がりを求める手動法
2. 装置の応答信号を多チャンネル波高分析機を用いて分級し、そのヒストグラムの広がりを求める電気法
3. 製造会社又はユーザーが作成したソフトウェアを用いて試験粒子の応答信号のヒストグラムの広がりを求める自動法のいずれかの方法を用いて測定し、試験粒径と総計数の 16 % 及び 84 % 計数する閾値粒径との差が 10 % 以内であること。ただし、電気法及び自動法は手動法と同じ結果が得られることを検証しなければならない。

計数率

5 μm 以上の計数値から 1 mL 当たり 763 ~ 1155 個であること。

閾値精度

5 μm 以上の計数値の 50 % 計数する閾値粒径が試験粒子の平均粒径の $\pm 5\%$ 以内であること。

試薬

微粒子試験用精製水：自動微粒子測定装置を用いて測定した不溶性微粒子数は、10 mL 中 10 μm 以上 5 個以下、25 μm 以上 2 個以下の精製水を用いる。◆

一般注意事項

試験は外部から微粒子が混入しない条件下、できればクリーンキャビネット中で行う。

メンブランフィルター以外のろ過器具及びガラス器具は、加温した洗剤液で十分に洗浄した後、水でよくゆすいで洗剤が残

らないようにする。また、使用直前に微粒子試験用精製水で器具の内外をよく洗浄する。試験注射液の一部を、測定用容器に移すときには気泡が入らないように特に注意する。

ガラス器具は清潔か、微粒子試験用精製水の微粒子数は規定以下であるかなど、5 mL の微粒子試験用精製水を用いて下記の操作を行い、試験環境が適切かどうかを検査する。測定は 5 回行い、10 μm 以上の微粒子数が 25 mL 中、25 個を超える場合は、試験環境は適切でないと判断する。この場合、試験環境が適切となるまで、微粒子試験用精製水を再検査すると共に、ガラス器具及びろ過器具の洗浄を繰り返す。

操作法

容器を 20 回連続して、ゆっくり上下に反転させ内容物を混和する。容器に封がしてある場合は注意して剥がす。容器開口部の外表面を微粒子試験用精製水で洗浄し、内部が汚染されないよう注意して栓を開ける。容器は 2 分間放置するか、超音波照射して、内部溶液の気泡を除く。

25 mL 以上の注射剤は個々の容器について試験する。25 mL 未満の注射剤は 10 個以上の容器内容物を集め、清潔な容器にまとめて入れ、25 mL 以上となるようにする。適当と判断できれば、微粒子試験用精製水で希釈し、25 mL としてもよい。微粒子試験用精製水が適当でない場合、微粒子が混入していない他の適当な溶剤を用いることができる。

粉末注射剤の場合、微粒子試験用精製水に溶解する。微粒子試験用精製水が適当でない場合、微粒子が混入していない他の適当な溶剤を用いることができる。

試料数は統計的に適切な数とする。25 mL 以上の注射剤については適切なサンプリング計画に従った 10 容器以下でよい。

5 mL 以上の試験液を 4 画分、正確に量り、10 μm 以上及び 25 μm の微粒子数を計測する。最初の画分の計測値は棄却し、残りの計測値から試験製剤の平均微粒子数を計算する。

判定

平均微粒子数が下記に規定する値のときは適合とする。規格値を超えたときは、第 2 法で試験する。

A：表示量が 100 mL \blacklozenge 以上 \blacklozenge の注射剤

1 mL 当たり 10 μm 以上のもの 25 個以下、25 μm 以上のもの 3 個以下。

B：表示量が 100 mL 未満の注射剤

容器当たり 10 μm 以上のもの 6000 個以下、25 μm 以上のもの 600 個以下。

第 2 法 顕微鏡粒子計数法

装置

双眼顕微鏡、微粒子捕集用ろ過器及びメンブランフィルターを用いる。

顕微鏡は、対物測微計で検定した接眼測微計、メンブランフィルターを保持し、ろ過部位のすべてを動かすことのできる可動ステージ、照明装置を備えたもので、100 \pm 10 倍に調節する。接眼測微計は円形直径目盛り付きレンズ（図 6.07-1）で、十字線で四分円に分けられた円視野目盛り領域（GFOV）と呼ばれる大円、100 倍倍率で直径 10 μm 及び 25 μm の透明及び黒色の参照円、及び 10 μm 刻みの直線目盛りからなる。国内又は国際的な規格機関によって保証されたステージ測微計を用いて検定するとき、直線目盛の相対誤差は \pm 2 % 以内である。

照明装置：二つの照明器を備えており、一つは顕微鏡内の上部からの視野照射、他は外部からの焦点可動補助照明器で 10

～ 20° 斜角照射ができる。

微粒子捕集用ろ過器：ガラス又は試験に支障をきたさない材質で製したフィルターホルダーとメンブランフィルターから構成され、吸引装置を備えている。メンブランフィルターは適当なサイズの、黒色又は灰色でかつ格子付き又は格子付きでないもので、孔径は 1.0 μm 以下である。

一般注意事項

試験は外部から微粒子が混入しない条件下、できればクリーンキャビネット中で行う。

ガラス器具及びメンブランフィルター以外のろ過器具は、加温した洗剤液で十分に洗浄した後、水でよくゆすいで洗剤が残らないようにする。また、使用直前に微粒子試験用精製水で器具の内外をよく洗浄する。試験注射液の一部を、測定用容器に移すときには気泡が入らないように特に注意する。

ガラス器具は清潔か、微粒子試験用精製水の微粒子数は規定以下であるかなど、5 mL の微粒子試験用精製水を用いて下記の操作を行い、試験環境が適切かどうかを検査する。測定は 5 回行い、10 μm 以上の微粒子数が 25 mL 中、25 個を超える場合は、試験環境は適切でないと判断する。この場合、試験環境が適切となるまで、微粒子試験用精製水を再検査すると共に、ガラス器具及びろ過器具の洗浄を繰り返す。

操作法

容器を 20 回連続して、ゆっくり上下に反転させ内容物を混和する。容器に封がしてある場合は注意して剥がす。容器開口部の外表面を微粒子試験用精製水で洗浄し、内部が汚染されないよう注意して栓を開ける。

25 mL 以上の製剤は個々の容器について試験する。25 mL 未満の製剤は 10 個以上の容器内容物を集め、別の清潔な容器に移す。適当と判断できれば、微粒子試験用精製水で希釈し、25 mL としてもよい。微粒子試験用精製水が適当でない場合、微粒子が混入していない他の適当な溶剤を用いることができる。

粉末注射剤の場合、微粒子試験用精製水に溶解する。微粒子試験用精製水が適当でない場合、微粒子が混入していない他の適当な溶剤を用いることができる。

試料数は統計的に適切な数とする。25 mL 以上の注射剤については適切なサンプリング計画に従った 10 容器以下でよい。

フィルターホルダーにメンブランフィルターを取り付け、ホルダー内部を数 mL の微粒子試験用精製水で濡らす。併合した全試験液又は 1 容器中の全試験液を、必要ならば漏斗に徐々に注いで、吸引ろ過する。ろ過後、微粒子試験用精製水を噴射し、フィルターホルダーの内壁を洗浄する。メンブランフィルターの表面に水分がなくなるまで吸引を行う。このフィルターをベトリ皿に移し、覆いをわずかに開けてフィルターを風乾する。風乾後、ベトリ皿を顕微鏡のステージ上に置き、反射光下、全フィルター上にある 10 μm 以上及び 25 μm 以上の微粒子数を計測する。フィルターの一視野の微粒子数を計測し、計算によりフィルター上の全微粒子数を求めてもよい。試験製剤の平均微粒子数を算出する。

円形直径目盛りを用いて微粒子を径ごとに分ける操作は、各微粒子の形状を円形とみなし、10 μm 及び 25 μm の参照円と比較して行うが、その際、視野目盛領域内の微粒子を移動させたり、参照円と重ねてはならない。白色及び透明な微粒子の大きさは、透明な円の内径を用いて測定し、暗色粒子の大きさは、黒円の外径を用いて測定する。

顕微鏡粒子計数法では非晶形、半固形のもの、あるいはメンブランフィルター上で汚れや変色したように見える形状が不明瞭なものについては、大きさや数を測定しない。これらの物質は表面の凸凹がほとんどなく、ゼラチン状あるいはフィルム状の外観を呈している。そのような物質の微粒子数の測定には、第1法が役立つ。

判定

平均微粒子数が下記に規定する値のときは適合とする。

A：表示量が 100 mL 以上 \blacklozenge の注射剤

1 mL 当たり 10 μm 以上のもの 12 個以下、25 μm 以上のもの 2 個以下。

B：表示量が 100 mL 未満の注射剤

容器当たり 10 μm 以上のもの 3000 個以下、25 μm 以上のもの 300 個以下。

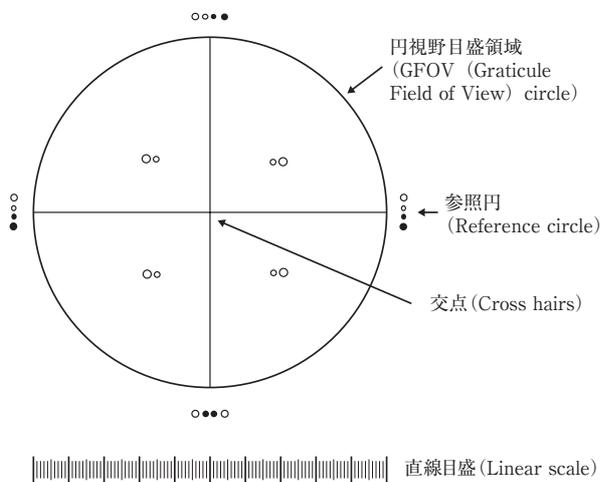


図 6.07-1 円形直径目盛り

6.08 点眼剤の不溶性微粒子試験法

点眼剤の不溶性微粒子試験法は、点眼剤中の不溶性微粒子の大きさ及び数を試験する方法である。

装置

測定装置には、顕微鏡、不溶性微粒子捕集用ろ過装置及び測定用メンブランフィルターを用いる。

顕微鏡：顕微鏡には対物測微計で検定した接眼測微計、可動ステージ及び照明装置を備え、倍率は 100 倍に調整する。

不溶性微粒子捕集用ろ過器：不溶性微粒子捕集用ろ過器は、ガラス又は試験に支障をきたさない材質で製したフィルターホルダーとクリップからなり、直径 25 mm 又は 13 mm の測定用メンブランフィルターを取り付けて、減圧で使用できるろ過器である。

測定用メンブランフィルター：測定用メンブランフィルターは、白色、直径 25 mm 又は 13 mm、孔径 10 μm 以下、一辺約 3 mm の格子付きで、あらかじめ試験するとき、フィルター上に 25 μm 以上の微粒子を認めないものを用いる。必要ならば微粒子試験用精製水を用いて洗浄する。

試薬

微粒子試験用精製水：100 mL につき 10 μm 以上の不溶性

微粒子が 10 個以下の精製水で、用時、孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターを用い、ろ過して製する。

操作法

水性点眼剤

操作は、塵埃の少ない清浄な設備又は装置内で注意して行う。フィルターホルダーに測定用メンブランフィルターを取り付け、クリップで固定し、フィルターホルダーの内側を微粒子試験用精製水で洗浄した後、微粒子試験用精製水 200 mL を 1 分間 20 ~ 30 mL の速度で吸引ろ過する。メンブランフィルター上から水がなくなるまで吸引し、メンブランフィルターを取り出し、平底ペトリ皿に入れ、ふたをずらして 50 $^{\circ}\text{C}$ 以下で十分に乾燥する。乾燥後、ペトリ皿を顕微鏡のステージに置き、照明装置を用いて落射し、メンブランフィルターの格子を可動ステージの座標軸に合わせ、不溶性微粒子を最も見やすいように調節した後、可動ステージを移動させながら、有効ろ過面上の 150 μm 以上の微粒子数を測定し、その個数が 1 個以下であることを確かめる。微粒子の大きさは最長径とする。

次に別のメンブランフィルターをフィルターホルダーに取り付け、クリップで固定し、フィルター内部を微粒子試験用精製水数 mL で潤す。試料は容器の外部を清浄にし、数回倒立するようにして穏やかに振り混ぜた後、キャップを開け、ノズル部分の外部を清浄にした後、あらかじめ微粒子試験用精製水でよく洗浄したメスシリンダーに入れる。この操作を繰り返し、試験用溶液 25 mL を調製する。これをフィルター内壁に沿うようにして徐々に注ぎ、常にフィルター上に試料を保つよう穏やかに吸引する。粘稠な試料は、あらかじめ微粒子試験用精製水又は適当な希釈用溶液で適当に薄めて同様にろ過する。メンブランフィルター上の試料が少量になったとき、微粒子試験用精製水又は適当な希釈用溶液 30 mL でフィルターホルダーの内壁を洗うように加える。更に微粒子試験用精製水 30 mL ずつで 3 回繰り返す。引き続きメンブランフィルター上から水がなくなるまで穏やかに吸引した後、メンブランフィルターを取り、ペトリ皿に入れ、ふたをずらして 50 $^{\circ}\text{C}$ 以下で乾燥する。乾燥後、ペトリ皿を顕微鏡のステージに置き、前記と同様に顕微鏡を操作し、有効ろ過面上の 300 μm 以上の不溶性微粒子数を測定する。不溶性微粒子の大きさは最長径とする。

用時溶解して用いる点眼剤

操作は水性点眼剤に準じて行う。ただし、添付の溶剤に溶解した後、試料量は 25 mL とする。

懸濁性点眼剤

操作は水性点眼剤に準じて行う。ただし、あらかじめ微粒子試験用精製水で洗浄した容器に試料 25 mL を量り、懸濁溶解用液若しくは適当な溶解用溶媒を適量加えて、振り混ぜて懸濁粒子を溶解し、試料溶液として試験を行う。

なお、溶媒を用いる場合には、使用する溶媒に耐えるメンブランフィルターを使用する。

1 回量包装点眼剤

操作は水性点眼剤に準じて行う。ただし、試料は 10 本を用いる。また、メンブランフィルターは直径 13 mm、微粒子捕集口径 4 mm のフィルターホルダーを用いる。

6.09 崩壊試験法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

崩壊試験法は、錠剤、カプセル剤、◆顆粒剤、丸剤◆が試験液中、定められた条件で規定時間内に崩壊するかどうかを確認する試験法である。崩壊試験法は、製剤中の有効成分が完全に溶解するかどうかを確認することを目的としていない。

装置

装置は、高さ 138 ~ 160 mm で浸漬部の内径が 97 ~ 115 mm の 1000 mL 低形ビーカー、 $37 \pm 2^\circ\text{C}$ で温度調節可能な恒温槽、1 分間 29 ~ 32 往復、振幅 53 ~ 57 mm で上下する試験器及び電動機からなっている。ビーカーに入れる試験液の量は、試験器が最も上がったとき、試験器の網面が液面から下へ少なくとも 15 mm 以上離れるようにし、試験器が最も下がったとき、網面はビーカーの底から 25 mm 以上で、試験器が完全に沈むことがあってはならない。電動機の上方及び下方への移動時間は等しくし、また上下の方向転換は、急ではなく滑らかに行われるようにする。試験器は垂直軸に沿って動作するようにし、水平方向に軸が動いたり移動したりしないようにする。

試験器 試験器には、長さ 77.5 ± 2.5 mm、内径 20.7 ~ 23 mm、厚さ 1.0 ~ 2.8 mm の両端が開口した透明な管 6 本と、これらの管を上下方向からはさみ垂直に立てておくための直径 88 ~ 92 mm、厚さ 5 ~ 8.5 mm の 2 枚のプラスチック板があり、これらの板には、それぞれ直径 22 ~ 26 mm の穴が 6 個、中心から等距離かつ等間隔で開いている。下のプラスチック板の下面には、網目の開き 1.8 ~ 2.2 mm、線径 0.57 ~ 0.66 mm の平らなステンレス網を取り付ける。試験器は、2 枚のプラスチック板を貫く 3 本の支柱を用いて、組み立て固定する。試験器は図 6.09-1 に示した構造に合うものである。ガラス管と網が規格に合っている限り、他の部分の多少の変更は可能で、◆例えば、ガラス管を試験器に固定するため、上のプラスチック板の上面及び下のプラスチック板の下面に、それぞれの穴に当たる部分に直径 22 ~ 26 mm の穴を 6 個あけた直径 88 ~ 92 mm、厚さ 0.5 ~ 1 mm の耐酸性の金属板を取り付けてもよい。◆試験器はその中心軸に沿って上下運動できるように、電動機に適当な方法で吊るす。

補助盤 補助盤は、各条にその使用が規定されている場合のみ、各ガラス管に入れて使用できる。補助盤は、高さ 9.5 ± 0.15 mm、直径 20.7 ± 0.15 mm の円柱状で、比重 1.18 ~ 1.20 の透明なプラスチックからなる。補助盤には、盤の上下を垂直に貫く直径 2 ± 0.1 mm の孔が五つ平行に開いており、一つは補助盤の中心に、他の四つは中心から 6 ± 0.2 mm の距離にそれぞれ等間隔に開いている。補助盤の側面には、盤面とほぼ直角に、同一の台形状の切り込みが 4 つ等間隔にある。台形は対称形で、上下の平行線は、中心軸から 6 mm にある隣接した 2 つの孔を結ぶ線と平行に位置している。台形の平行線の下線部は長さ 1.6 ± 0.1 mm で円周部から深さ 1.6 ± 0.1 mm の位置にあり、上線部は長さ 9.4 ± 0.2 mm で深さ 2.6 ± 0.1 mm の位置にある。補助盤は図 6.09-1 の規格に適合するもので、表面はすべて滑らかである。補助盤の使用が規定されている場合は、それぞれのガラス管に 1 個の補助盤を入れ、

操作法に従い試験する。なお、崩壊を自動的に検出する目的で、加工した特殊な補助盤を用いる場合、その補助盤の比重、サイズは規格に適合するものでなければならない。また、それが使用できるのは各条で規定されている場合にに限られる。

◆補助筒 補助筒は図 6.09-2 に示すように内径 12 ± 0.2 mm、外径 17 ± 0.2 mm、長さ 20 ± 1 mm のプラスチック筒 D の両端外側にねじを切り、内径 12 ± 0.2 mm、外径 17 ± 0.2 mm、長さ 2.5 ~ 4.5 mm のプラスチック筒 A の内側にねじを切り、網目の開き 0.42 mm、線径 0.29 mm の耐酸性の網を置いて、先の円筒の両端に密着させたものである。補助筒の上下の網の間隔は 20 ± 1 mm とし、外側中央部に直径 1 mm の耐酸性針金を用いて高さ 80 ± 5 mm の取手を付ける。補助筒は、顆粒剤及び腸溶顆粒を充てんしたカプセル剤を試験するときに用いる。◆

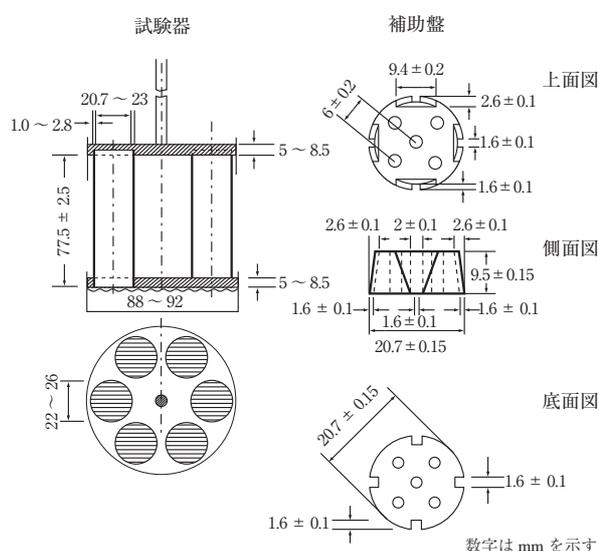
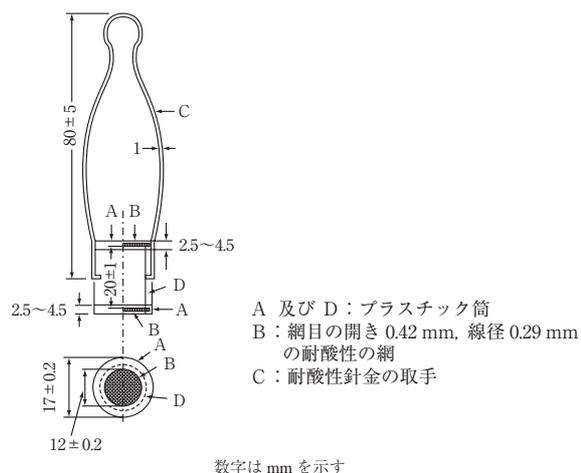


図 6.09-1 崩壊試験装置



◆図 6.09-2 補助筒◆

操作法

(1) 即放性製剤

錠剤、カプセル剤、◆丸剤 (生薬を含む丸剤を除く)◆については、試験器の 6 本のガラス管にそれぞれに試料 1 個ずつを入れ、補助盤の使用が規定されている場合は補助盤を入れ、◆別に規定するもののほか、試験液に水を用いて、◆ $37 \pm$

2°C で試験器を 작동させる。◆別に規定するもののほか、素錠は 30 分後、コーティング錠及び丸剤は 60 分後、カプセル剤は 20 分後、◆試験器を試験液から引き上げ、試料の崩壊の様子を観察する。◆試料の残留物をガラス管内に全く認めないか、又は認めても明らかに原形をとどめない軟質の物質であるとき、あるいは不溶性の剤皮又はカプセル皮膜の断片であるとき、試料は崩壊したものとす。◆すべての試料が崩壊した場合、適合とする。1 個又は 2 個が崩壊しなかった場合、更に 12 個の試料について試験を行い、計 18 個の試料うち 16 個以上の試料が崩壊した場合、適合とする。

◆生薬を含む丸剤については、試験液に崩壊試験第 1 液を用いて同様に、60 分間、試験を行う。試料の残留物をガラス管内に認めるときは、引き続き崩壊試験第 2 液で 60 分間、試験を行う。◆

◆顆粒剤については、30 号ふるい (500 μm) を用いて製剤の粒度の試験法 (6.03) の (1) 顆粒剤の規定に準じてふるい、30 号ふるいに残留するもの 0.10 g ずつをそれぞれ補助筒 6 個にとり、補助筒を試験器のガラス管に 1 個ずつ入れて固定し、別に規定するもののほか、試験液に水を用いて、37±2°C で試験器を 작동させる。別に規定するもののほか、剤皮を施していない顆粒は 30 分後、剤皮を施した顆粒は 60 分後、試験器を試験液から引き上げ、補助筒を取り出して試料の崩壊の様子を観察する。試料の残留物を補助筒内に全く認めないか、又は認めても明らかに原形をとどめない軟質の物質であるとき、あるいは剤皮の断片であるとき、崩壊したものとす。すべての補助筒内の試料が崩壊した場合、適合とする。1 個又は 2 個の補助筒内の試料が崩壊しなかった場合、更に 12 個の試料について試験を行い、計 18 個の試料うち 16 個以上の試料が完全に崩壊した場合、適合とする。◆

◆(2) 腸溶性製剤

別に規定するもののほか、崩壊試験第 1 液及び崩壊試験第 2 液による 2 つの試験を別々に行う。

(i) 腸溶錠及び腸溶性カプセル

(ア) 崩壊試験第 1 液による試験

試験液に崩壊試験第 1 液を用いて 120 分間、即放性製剤の操作法に従って試験を行う。腸溶錠及び腸溶性カプセルが壊れた場合、又は腸溶性皮膜が開口、破損した場合、崩壊したものとす。すべての試料が崩壊しない場合、適合とする。1 個又は 2 個が崩壊した場合は、更に 12 個の試料について試験を行い、計 18 個の試料うち 16 個以上の試料が崩壊しない場合、適合とする。

(イ) 崩壊試験第 2 液による試験

試験液に崩壊試験第 2 液を用いて 60 分間、即放性製剤の操作法に従って試験を行い、崩壊の適否を判定する。

(ii) 腸溶顆粒及び腸溶顆粒を充てんしたカプセル剤

顆粒剤又はカプセル剤中より取り出した内容物を 30 号ふるい (500 μm) を用いて製剤の粒度の試験法 (1) 顆粒剤の規定に準じてふるい、30 号ふるいに残留するもの 0.10 g ずつをそれぞれ補助筒 6 個にとり、補助筒を試験機のガラス管に 1 個ずつ入れて固定し、(ア) 崩壊試験第 1 液による試験及び (イ) 崩壊試験第 2 液による試験の 2 つの試験を行う。

(ア) 崩壊試験第 1 液による試験

試験液に崩壊試験第 1 液を用いて 60 分間、即放性製剤の操作法に従って試験を行う。試験器の網目から落ちる顆粒数が 15 粒以内のとき、適合とする。

(イ) 崩壊試験第 2 液による試験

試験液に崩壊試験第 2 液を用いて 30 分間、即放性製剤の操作法に従って試験を行い、崩壊の適否を判定する。◆

6.10 溶出試験法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

本試験は、経口製剤について溶出試験規格に適合しているかどうかを判定するために行うものであるが、◆併せて著しい生物学的非同等を防ぐことを目的としている。◆本試験における試料とは、最小投与量に相当するもので、錠剤では 1 錠、カプセルでは 1 カプセル、その他の製剤では規定された量を意味する。

装 置

回転バスケット法の装置 (装置 1)：装置は、ふたができるガラス又は透明で化学的に不活性な材質¹ の容器、モーター、回転軸及び円筒形のバスケットからなる。容器は、適当な大きさの恒温水槽に設置するか又は恒温ジャケットなどに入れ、加温する。恒温水槽又は恒温ジャケットは、試験中の容器内温度が 37±0.5°C となるように、また、恒温水槽内の液体が滑らかに動くように調整する。攪拌部の滑らかな回転以外には、装置が設置された周辺環境や装置に起因する揺動や振動が生じないようにする。試験中は、試料及び攪拌状態を観察できるようにする。容器は底部が半球形の円筒形で、容積は 1 L、高さ 160 ~ 210 mm、内径は 98 ~ 106 mm で、容器の上部には出縁がある。試験液の蒸発を防ぐために、容器にふたをする²。回転軸は、どの部分でも容器の垂直方向の中心軸からの隔たりを 2 mm 以内とし、滑らかに回転させ、結果に影響を及ぼすような揺動及び振動が生じないようにする。回転数の可変部は、規定された回転数の ±4 % の範囲で回転するよう調節する。

図 6.10-1 に示す回転軸とバスケットは、ステンレス (SUS 316) 製、あるいはそれと同等の不活性な材質を使用する。また、金で約 2.5 μm の厚さに被覆したバスケットを用いることができる。試験開始時に、試料を乾燥したバスケットに入れる。試験中は、容器の内底とバスケットの下端との距離は 25±2 mm に固定する。

パドル法の装置 (装置 2)：装置は、装置 1 と同様のものを用いるが、攪拌部には攪拌翼と回転軸からなるパドルを用いる。回転軸は、どの部分でも容器の垂直方向の中心軸からの隔たりが 2 mm 以内とし、滑らかに回転させ、結果に影響を及ぼすような揺動及び振動が生じないようにする。パドルの仕様は図 6.10-2 に示すとおりで、攪拌翼の垂直方向の軸が回転軸の中心を貫通し、攪拌翼の底部は回転軸の下端と同一平面となるようにする。試験中は、容器の内底と攪拌翼の下端との距離は 25±2 mm に固定する。攪拌翼と軸は金属又は化学的に不活性で堅牢な材質の一体化したのものを用いる。試験中に攪拌翼と回転軸をしっかり固定できるならば、両者が取り外せるパドルを用いることができる。攪拌翼と回転軸は、化学的に不活性に

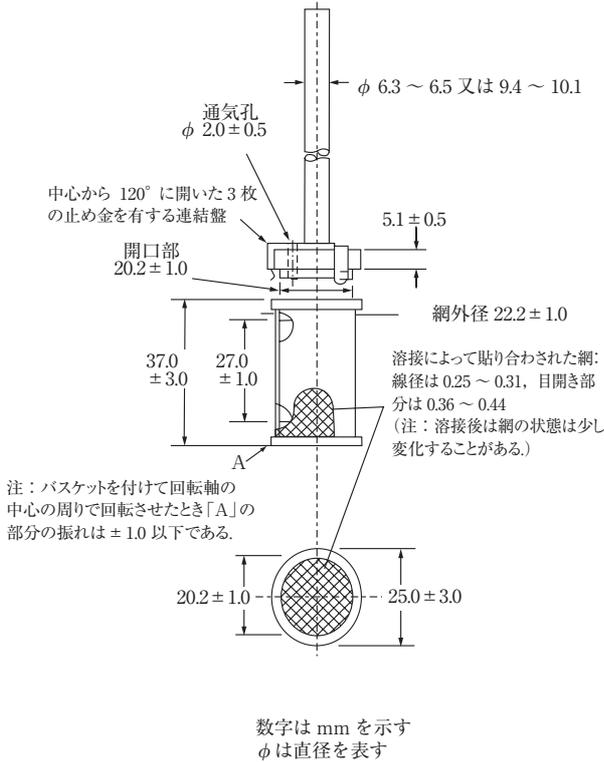


図 6.10-1 装置 1, 回転軸及びバスケットの部分

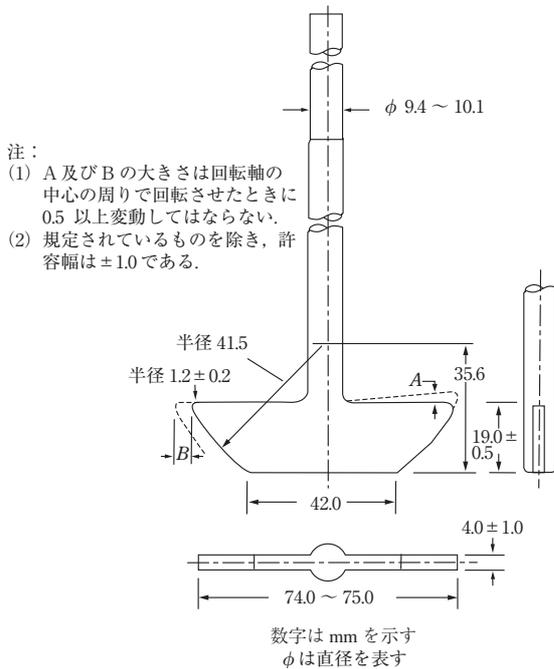


図 6.10-2 装置 2, 回転軸及びパドルの攪拌翼部分

するために適当な被覆剤で覆うことができる。試料は、攪拌翼の回転を始める前に、通常容器の底部に沈める。試料が浮く場合には、◆医薬品各条で規定されていれば、◆らせん状に数回巻いた針金のような、化学的に不活性な材質でできた小型の締め付けのないシンカーを試料に取り付けることができる。その他のシンカーの例を図 6.10-2 a に示した。また、他のバリデーションされたシンカーを用いることができる。

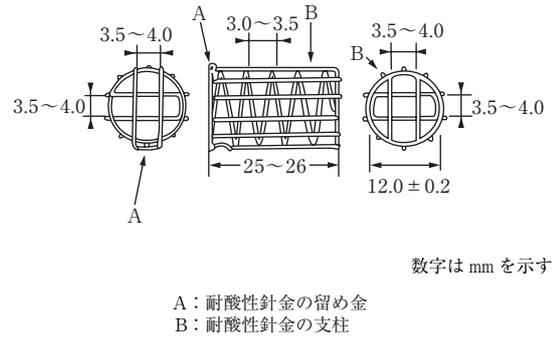


図 6.10-2 a シンカーの仕様例

フローセル法の装置 (装置 3) : 装置は、試験液の貯槽と送液用ポンプ、フローセル、試験液を $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に保つための恒温水槽からなる。フローセルは医薬品各条で規定された大きさのものを使用する。

送液用ポンプは、フローセルの中を上向きに試験液を送液する。送液用ポンプは、毎分 $4 \sim 16 \text{ mL}$ の送液が可能で標準的な毎分 $4, 8, 16 \text{ mL}$ の送液ができるものを使用する。送液用ポンプは定流量 (表示流量の $\pm 5\%$) で送液でき、脈流の波形は 120 ± 10 パルスの正弦型でなければならない。ただし、◆脈流が生じない送液用ポンプを用いてもよい。◆

透明で化学的に不活性な材質でできたフローセル (図 6.10-3 及び 6.10-4 参照) を垂直に設置し、セルの上部には、未溶解の粒子が流失するのを防ぐため、(医薬品各条で規定された) フィルターシステムを装着する。標準的なセルの直径は 12 及び 22.6 mm で、セルの下部にある円錐の先端に試験液導入チューブを保護するために直径約 5 mm のビーズを置き、その上に直径約 1 mm のガラスビーズを入れ円錐内を満たす。特殊な剤形では、ホルダー (図 6.10-3 及び 6.10-4 参照) を使用して試料を保持することができる。フローセルは恒温水槽に沈め、温度を $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に保つ。

漏れが生じないように 2 枚の O-リングを使用してフローセルをしっかり締める。送液用ポンプから発生する振動を遮蔽するために、送液用ポンプは溶出ユニットから離しておく。送液用ポンプは、貯槽より高いところに置いてはならない。接続チューブはできるだけ短くする。接続チューブにはテフロンのような化学的に不活性なものを使用し、その内径は約 1.6 mm で両端には化学的に不活性な接続用の縁が付いている。

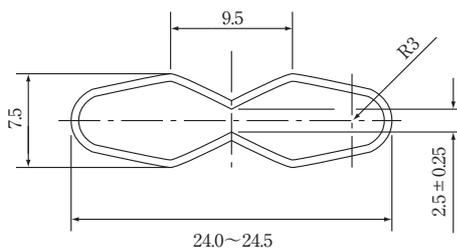
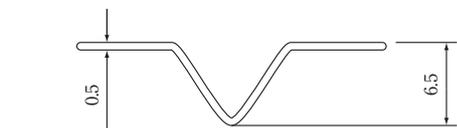
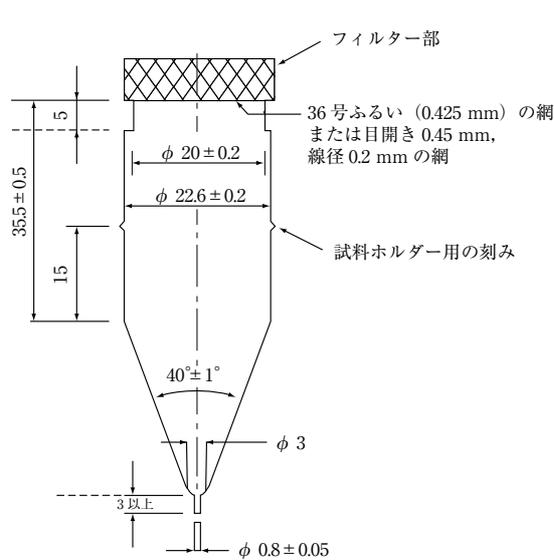
装置の適合性：溶出試験装置の適合性には、装置の寸法が上述した許容誤差に従っていることの確認が含まれる。また、使用中に定期的に監視が必要な重要な試験パラメータは、温度や試験液の容量、(回転バスケット法及びパドル法では) 回転速度、(フローセル法では) 試験液の流量などである。

定期的に、溶出試験装置が適切な性能を有しているかどうか判定する。

操作

回転バスケット法及びパドル法 即放射性製剤

操作：規定された容器に規定された容量 ($\pm 1\%$) の試験液を入れ、装置にセットする。試験液を $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に保ち、温度計を取り除く。試料の表面に気泡が付かないように注意しな



数字は mm を示す
φ は直径を表す

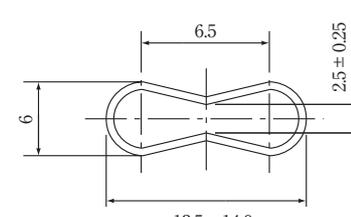
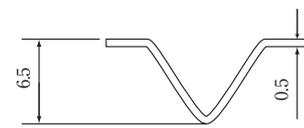
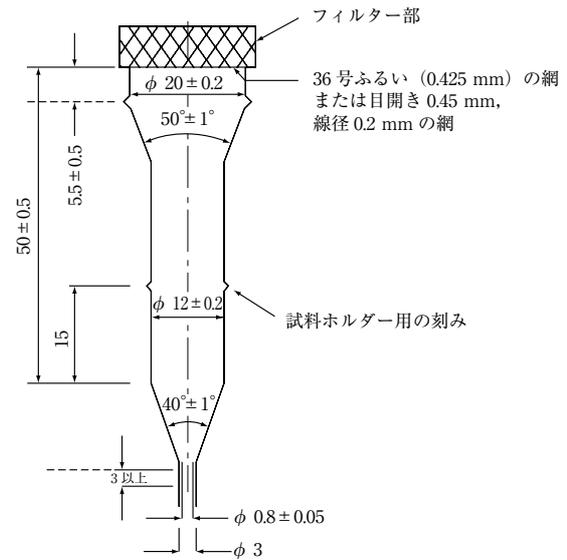
図 6.10-3 装置 3

(上) 錠剤及びカプセル用の大型フロースルーセル
(下) 大型フロースルーセル用の錠剤ホルダー
(他に記載がない場合には寸法は mm で表している.)

から各容器に試料を入れ、直ちに規定された回転速度で装置を動作させる。規定された間隔で又は規定された時間に、試験液の上面と回転バスケット又はパドルの攪拌翼の上面との中間で容器壁から 10 mm 以上離れた位置から、試験液を採取する。(注：複数回の試験液の採取が規定されている試験では、採取された量と等しい容量の 37°C の試験液を補充するか又は試験液の補充が必要ない場合には計算するときに容量変化を補正する。試験中、容器にはふたをし、適度な間隔で容器内の試験液の温度を確認する。) 指示された分析法を用いて溶出した有効成分量を測定する³。他の試料についても同様の操作を行う。

試験液の採取が自動化された装置を用いるか若しくは装置に手を加えて変更する場合には、それらの装置が一般試験法に示されている標準的な装置を用いて得た結果と同等の結果が得られることを確認しなければならない。

試験液：規定された試験液を用いる。試験液が緩衝液の場合、pH を規定値の ± 0.05 以内となるように調整する。(注：試験液に溶存している気体は気泡の原因となることがあり、試験結果に影響を与えることがある。溶存している気体が溶出試験結



数字は mm を示す
φ は直径を表す

図 6.10-4 装置 3

(上) 錠剤及びカプセル用の小型フロースルーセル
(下) 小型フロースルーセル用の錠剤ホルダー
(他に記載がない場合には寸法は mm で表している.)

果に影響を及ぼす場合には、試験の前に脱気する⁴。)

試験時間：1 時点での測定が規定されているときは、規定された溶出率に達した場合には、その時間より早く試験を終了することができる。それ以外では、規定された時間の $\pm 2\%$ 以内で試験液を採取する。

徐放性製剤

操作：即放性製剤の項と同じ。

試験液：即放性製剤の項における指示と同じ。

試験時間：通常 3 時点の測定を行い、単位は時間で表示する。

腸溶性製剤

◆操作：別に規定するもののほか、溶出試験第 1 液による試験及び溶出試験第 2 液による試験について、それぞれ独立して即放性製剤の項と同じ操作を行う。◆

◆試験液：溶出試験第 1 液による試験；試験液に溶出試験第 1 液を用いるほかは即放性製剤の項における指示に従う。溶出試験第 2 液による試験；試験液に溶出試験第 2 液を用いるほかは、即放性製剤における指示に従う。◆

◆試験時間：溶出試験第 1 液による試験；通例，錠剤，カプセルは 2 時間，顆粒は 1 時間とする。溶出試験第 2 液による試験；即放性製剤の項と同じ。◆試験液は規定時間の $\pm 2\%$ 以内に採取する。

フロースルーセル法

即放性製剤

操作：医薬品各条に規定された大きさのセルにガラスビーズを詰める。試料はガラスビーズの上に乗せるか，又はホルダーの使用が規定されている場合はホルダーの上に乗せる。上部のフィルター部分をセルにねじなどで取り付ける。37 \pm 0.5 $^{\circ}$ C に加温した試験液を，ポンプを用いて規定された値の 5 % 以内の誤差の流量でフロースルーセル底部よりセル内に導入する。規定された時間ごとに，試験液のフラクションを採取する。規定された分析法を用いて溶出した有効成分量を測定する。他の試料についても同様の操作を行う。

試験液：回転バスケット法及びパドル法における即放性製剤の項の指示に従う。

試験時間：回転バスケット法及びパドル法における即放性製剤の項の指示に従う。

徐放性製剤

操作：フロースルーセル法における即放性製剤の項の指示に従う。

試験液：フロースルーセル法における即放性製剤の項の指示に従う。

試験時間：通常 3 時点の測定を行い，単位は時間で表示する。

判定

即放性製剤

◆医薬品各条で Q 値が規定されている場合は判定法 1 に従い，その他の場合は判定法 2 に従う。◆

判定法 1：別に規定するもののほか，試料からの有効成分の溶出率が判定基準表 6.10-1 を満たすときに適合とする。S 1 又は S 2 を満たさない場合には，S 3 まで試験を行う。 Q は，◆規定された有効成分の溶出率であり，◆表示量に対する百分率で表す；表中の 5 %，15 %，25 % は， Q と同様に，有効成分の表示量に対する百分率で表されている。

判定基準表 6.10-1

水準	試験個数	判定基準
S 1	6	個々試料からの溶出率が $Q + 5\%$ 以上。
S 2	6	12 個 (S 1+S 2) の試料の平均溶出率 $\geq Q$ ， $Q - 15\%$ 未満のものが無い。
S 3	12	24 個 (S 1+S 2+S 3) の試料の平均溶出率 $\geq Q$ ， $Q - 15\%$ 未満のものが 2 個以下， $Q - 25\%$ 未満のものが無い。

◆判定法 2：別に規定するもののほか，試料 6 個について試験を行い，個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のときは適合とする。規定する値から外れた試料が 1 個又は 2 個のときは，新たに試料 6 個をとって試験を繰り返す。12 個中，10 個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする。◆

徐放性製剤

◆判定法 1：◆別に規定するもののほか，試料からの有効成分の溶出率が判定基準表 6.10-2 を満たすときに適合とする。L 1 又は L 2 を満たさない場合には，L 3 まで試験を行う。各

時点の溶出率の限度は，表示量に対する百分率で表されている。限度値は，規定された（場合によっては投与間隔を区切った）各試験液採取時間でのそれぞれの溶出率 Q_i の値である。各条に複数の範囲が示されている場合は，それぞれの範囲で判定基準を適用する。

判定基準表 6.10-2

水準	試験個数	判定基準
L 1	6	すべての個々の溶出率が，それぞれの規定範囲内（限度値も含む）であり，かつ，最終試験時間では，すべての個々の溶出率が規定された値以上である。
L 2	6	12 個 (L 1+L 2) の試料の平均溶出率が規定された範囲内（限度値も含む）であり，かつ，試験終了時の 12 個 (L 1+L 2) の試料の平均溶出率が規定された値以上である；また，個々の試料からの溶出率は，規定された範囲から表示量の $\pm 10\%$ を超えて外れるものがなく，かつ，試験終了時に規定された値より表示量の 10 % を超えて下回るものがない。
L 3	12	24 個 (L 1+L 2+L 3) の試料の平均溶出率が規定された範囲内（限度値も含む）であり，かつ，試験終了時の 24 個 (L 1+L 2+L 3) の試料の平均溶出率が規定された値以上である；規定された範囲から表示量の 10 % を超えて外れるものが，24 個のうち 2 個以下であり，かつ，試験終了時に規定された値よりも表示量の 10 % を超えて下回るものが，24 個のうち 2 個以下である。更に，規定された範囲から表示量の 20 % を超えて外れるものがなく，かつ，試験終了時に規定された値よりも表示量の 20 % を超えて下回るものがない。

◆判定法 2：別に規定するもののほか，試料 6 個について試験を行い，個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のときは適合とする。規定する値から外れた試料が 1 個又は 2 個のときは，新たに試料 6 個をとって試験を繰り返す。12 個中，10 個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする。複数の範囲が示されている場合は，それぞれの範囲で判定基準を適用する。◆

腸溶性製剤

◆医薬品各条において，溶出試験第 2 液による試験で Q 値が規定されている場合は判定法 1 に従い，その他の場合は判定法 2 に従う。

判定法 1：溶出試験第 1 液による試験 別に規定するもののほか，溶出試験第 1 液による試験においては，有効成分の溶出率が判定基準表 6.10-3 を満たすときに適合とする。A 2 で 25 % を超えるものがなく平均溶出率が適合しない場合には，A 3 まで試験を行う。◆

判定基準表 6.10-3

水準	試験個数	判定基準
A 1	6	個々の試料からの溶出率が 10 % 以下。
A 2	6	12 個 (A 1+A 2) の試料の平均溶出率が 10 % 以下で，かつ，25 % を超えるものがない。
A 3	12	24 個 (A 1+A 2+A 3) の試料の平均溶出率が 10 % 以下で，かつ，25 % を超えるものがない。

◆溶出試験第 2 液による試験◆ 別に規定するもののほか，有効成分の溶出率が判定基準表 6.10-4 を満たすときに適合とする。B 1 又は B 2 を満たさない場合には，B 3 まで試験を行う。 Q は，◆各条に規定された有効成分の溶出率であり，◆表示量に対する百分率で表す。表 6.10-4 中の 5 %，15 %，

25 % は、 Q と同様に、有効成分の表示量に対する百分率で表されている。

判定基準表 6.10-4

水準	試験個数	判定基準
B 1	6	個々試料からの溶出率が $Q + 5\%$ 以上。
B 2	6	12 個 (B 1+B 2) の試料の平均溶出率 $\geq Q$ 、 $Q - 15\%$ 未満のものがない。
B 3	12	24 個 (B 1+B 2+B 3) の試料の平均溶出率 $\geq Q$ 、 $Q - 15\%$ 未満のものが 2 個以下、 $Q - 25\%$ 未満のものがない。

◆判定法 2：別に規定するもののほか、溶出試験第 1 液、溶出試験第 2 液による試験共、試料 6 個について試験を行い、個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のときは適合とする。規定する値から外れた試料が 1 個又は 2 個のときは、新たに試料 6 個をとって試験を繰り返す。12 個中、10 個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする。◆

- 1 試料を吸着したり、試料と反応したり、試料の測定を妨害するような材質であってはならない。
- 2 ふたを用いる場合には、温度計や試験液を採取する器具が挿入できる差し込み口をあらかじめ開けておく。
- 3 採取した試験液は、ろ過が不要な場合を除いて、採取後直ちにろ過する。有効成分を吸着せず、また、分析を妨害する物質が溶出しないようなフィルターを使用する。
- 4 脱気法の例：試験液を攪拌しながら 41°C に加温し、直ちに吸引ろ過しながら孔径 $0.45\ \mu\text{m}$ 以下のフィルターを用いてろ過し、更に、5 分間減圧下で攪拌する。他のバリデーションされた脱気方法を用いてもよい。

7. 容器・包装材料試験法

7.01 注射剤用ガラス容器試験法

注射剤用ガラス容器は、内容医薬品と物理的又は化学的に作用してその性状又は品質に影響を与えないもので、完全に融封できるか、又は他の適当な方法によって微生物が侵入しないようにし、内容医薬品を保護できるものであり、次の規格に適合する。ただし、表面処理を施した輸液用容器は、アルカリ溶出試験第 1 法の融封できない容器の規定に適合した材質を用いて製する。

- (1) 容器は無色又は淡褐色透明で、注射剤の不溶性異物検査法 (6.06) の試験に支障をきたす気泡があってはならない。
- (2) 分割使用を目的とする容器は、ゴム栓又は他の適当な栓を用いて密封する。栓は内容医薬品と物理的又は化学的に作用しないもので、注射針を挿入したとき、栓の破片を混入することなく、また、注射針を抜きとったとき、直ちに外部からの汚染を防ぎうるものである。

輸液用を目的とする容器は、輸液用ゴム栓試験法 (7.03) の規定に適合した栓を用いて密封する。

- (3) アルカリ溶出試験 試験法は容器の形状及び内容医薬品の用途によって、次の 2 方法に分ける。

(i) 第 1 法 融封できる容器又は内容 100 mL 以上の輸液用容器以外の融封できない容器はこの方法による。

容器の内外をよく水で洗い、乾燥し、必要ならば粗く砕い

た後、その 30 ~ 40 g をとる、これを鉄製乳鉢に入れて、粉碎し、12 号 ($1400\ \mu\text{m}$) ふるいを通らないものは再び元の乳鉢に移し、同様の操作を、試料量の $2/3$ が 12 号 ($1400\ \mu\text{m}$) ふるいを通るまで繰り返す。次に 12 号 ($1400\ \mu\text{m}$) ふるいを通過した碎末を合わせ、18 号 ($850\ \mu\text{m}$) 及び 50 号 ($300\ \mu\text{m}$) ふるいを用い、5 分間水平に揺り動かしながら、時々軽くたたいてふるった後、18 号 ($850\ \mu\text{m}$) ふるいを通り、50 号 ($300\ \mu\text{m}$) ふるいを通らない大きさの碎末 7 g をとる。これを 50 号 ($300\ \mu\text{m}$) ふるいに入れて適当な容器中で水に浸し、1 分間ゆるく振り混ぜながら洗い、更にエタノール (95) で 1 分間洗い、 100°C で 30 分間乾燥し、デシケーター (シリカゲル) で放冷する。この碎末 5.0 g を正確に量り、200 mL の硬質三角フラスコに入れ、水 50 mL を加えて弱く振り混ぜ、碎末がなるべくフラスコの底部に平均に分散するようにし、硬質小ビーカー又は硬質時計皿でふたをし、水浴中で 2 時間加熱した後、直ちに常温に冷却する。内容液は 250 mL の硬質三角フラスコに移し、残留物は水 20 mL ずつで 3 回よく洗い、洗液は 250 mL の硬質三角フラスコ中の液に合わせ、プロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 5 滴を加え、 $0.01\ \text{mol/L}$ 硫酸で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$0.01\ \text{mol/L}$ 硫酸の消費量は、容器の種類によって次の量以下である。

融封できる容器	0.30 mL
融封できない容器 (容器として用いる注射筒を含む)	2.00 mL

(ii) 第 2 法 融封できない内容 100 mL 以上の輸液用容器はこの方法による。

容器の内外をよく水で洗い、乾燥する。容器の実容積の 90 % に対応する容量の水を加え、硬質小ビーカーでふたをするか、又は適当な栓で密封した後、高圧蒸気滅菌器を用いて 121°C で 1 時間加熱し、常温になるまで放置する。この液 100 mL を正確に量り、250 mL の硬質三角フラスコに入れ、プロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 5 滴を加え、 $0.01\ \text{mol/L}$ 硫酸で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。別に水 100 mL を正確に量り、250 mL の硬質三角フラスコに入れ、以下同様の方法で滴定して空試験を行い、補正するとき、 $0.01\ \text{mol/L}$ 硫酸の消費量は 0.10 mL 以下である。

(4) 着色容器の鉄溶出試験 着色容器 5 個以上をとり、水でよく洗い、 105°C で 30 分間乾燥し、表示された内容量の $0.01\ \text{mol/L}$ 塩酸を入れ、融封できる容器は融封し、融封できない容器は、硬質小ビーカー又は硬質時計皿でふたをして、 105°C で 1 時間加熱する。冷後、この液 40.0 mL をとり、鉄試験法 (1.10) の第 1 法により検液を調製し、B 法により試験を行う。比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える。

(5) 着色容器の遮光性試験 着色容器 5 個をとり、それぞれできるだけ湾曲の少ない切片に切断する。切片の表面を清浄にした後、分光光度計を用い、切片の中心部を光が垂直に透過するように切片をセルホルダーに固定し、空気を対照

とし、波長 290 ~ 450 nm 及び 590 ~ 610 nm における透過度を 20 nm の間隔で測定する。その透過率は波長 290 ~ 450 nm でそれぞれ 50 % 以下、波長 590 ~ 610 nm でそれぞれ 60 % 以上である。ただし、融封できない容器で器壁の厚さ 1.0 mm 以上のものにあつては波長 590 ~ 610 nm でそれぞれ 45 % 以上とする。

7.02 プラスチック製医薬品容器試験法

本試験法は、プラスチック製医薬品容器の設計及び品質評価に用いることができる。常に、どのような医薬品容器についても、ここに記述したすべての試験を行うことが必要なわけではない。他方、本試験法はプラスチック製医薬品容器の設計・品質評価に必要なすべての試験方法を示すものではない。したがって、必要に応じて他の試験を追加すべきである。

1. 灰化試験

1.1 強熱残分

容器の切片約 5 g を精密に量り、強熱残分試験法 (2.44) により操作して、試験を行う。

1.2 重金属

容器の切片の適当量を磁製るつぼにとり、重金属試験法第 2 法 (1.07) 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。

1.3 鉛

第 1 法：容器の切片 2.0 g を白金製又は石英製のつぼにとり、硫酸 2 mL で潤し、徐々に加熱して乾固した後、450 ~ 500 °C で灰化する。必要ならばこの操作を繰り返す。冷後、残留物を水で潤し、塩酸 2 ~ 4 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、更に塩酸 1 ~ 5 mL を加え、加温して溶かす。次にクエン酸一水和物溶液 (1 → 2)/塩酸混液 (1 : 1) 0.5 ~ 1 mL 及び加熱した酢酸アンモニウム溶液 (2 → 5) 0.5 ~ 1 mL を加える。不溶物が残るときはガラスろ過器 (G3) でろ過する。得られたろ液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 4) 10 mL 及びプロモチモールブルー試液 2 滴を加え、液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える。これに硫酸アンモニウム溶液 (2 → 5) 10 mL 及び水を加えて 100 mL とする。次に *N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液 (1 → 20) 20 mL を加えて混和し、数分間放置した後、4-メチル-2-ペンタノン 20.0 mL を加えて激しく振り混ぜる。これを静置して 4-メチル-2-ペンタノン層を分取し、必要ならばろ過し、試料溶液とする。

別に鉛標準液 2.0 mL をとり、水を加えて正確に 10 mL とし、この液 1.0 mL にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 4) 10 mL 及びプロモチモールブルー試液 2 滴を加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法 (2.23) により試験を行い、試料溶液中の鉛濃度を定量する。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

第 2 法：容器の切片を 5 mm 角以下に細断し、その 2.0 g

をビーカーにとり、2-ブタノン 50 mL 及び硝酸 0.1 mL を加えて加温し、溶解する。これにメタノール 96 mL を徐々に加えて樹脂分を沈殿させた後、吸引ろ過する。

ビーカー及び樹脂分をメタノール 12 mL、次に水 12 mL で洗い、洗液とろ液を合わせて減圧で約 10 mL になるまで濃縮し、分液漏斗に移す。これに酢酸エチル 10 mL 及び水 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後、静置し、水層を分取し、これを蒸発乾固する。残留物に塩酸 5 mL を加え、加温して溶かす。次にクエン酸一水和物溶液 (1 → 2)/塩酸混液 (1 : 1) 1 mL 及び加温した酢酸アンモニウム溶液 (2 → 5) 1 mL を加える。不溶物が残るときはガラスろ過器 (G3) でろ過する。得られた液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 4) 10 mL 及びプロモチモールブルー試液 2 滴を加え、液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える。これに硫酸アンモニウム溶液 (2 → 5) 10 mL 及び水を加えて 100 mL とする。次に *N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液 (1 → 20) 20 mL を加えて混和し、数分間放置した後、4-メチル-2-ペンタノン 20.0 mL を加え、激しく振り混ぜる。これを静置して 4-メチル-2-ペンタノン層を分取し、必要ならばろ過し、試料溶液とする。

別に鉛標準液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2.0 mL をとり、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 4) 10 mL 及びプロモチモールブルー試液 2 滴を加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液につき、第 1 法と同じ条件で原子吸光度法 (2.23) により試験を行い、試料溶液中の鉛濃度を定量する。

1.4 カドミウム

第 1 法：カドミウム標準液 2.0 mL にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 4) 10 mL 及びプロモチモールブルー試液 2 滴を加え、以下 1.3 の第 1 法の試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。1.3 の第 1 法の試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法 (2.23) により試験を行い、試料溶液中のカドミウム濃度を定量する。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ：カドミウム中空陰極ランプ

波長：228.8 nm

第 2 法：カドミウム標準液 2.0 mL にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 4) 10 mL 及びプロモチモールブルー試液 2 滴を加え、以下 1.3 の第 2 法の試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。1.3 の第 2 法の試料溶液及び標準溶液につき、第 1 法と同じ条件で原子吸光度法 (2.23) により試験を行い、試料溶液中のカドミウム濃度を定量する。

1.5 スズ

容器の切片を 5 mm 角以下に細断し、その 5.0 g をケルダールフラスコにとり、硫酸/硝酸混液 (1 : 1) 30 mL を加え、マッフル炉で穏やかに加熱しながら内容物が褐色澄明の液になるまで、時々、硫酸/硝酸混液 (1 : 1) を少量ずつ滴加して分解する。次に液の色が淡黄色澄明となるまで加熱した後、徐々に濃縮し、液をほとんど蒸発乾固するまで加熱する。冷後、残留物に塩酸 5 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 10 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、25

mL のメスフラスコ (A) にとり、次に残りの液を 25 mL のビーカー (B) に水 10 mL を用いて移し、プロモクレゾールグリーン試液 2 滴を加え、薄めたアンモニア水 (28) (1 → 2) を用いて中和し、中和に要した容量を a mL とする。次に A に液の色がわずかに微紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム試液を滴加した後、少量の L-アスコルビン酸を脱色するまで加える。次に 1 mol/L 塩酸試液 1.5 mL、クエン酸一水和物溶液 (1 → 10) 5 mL、薄めたアンモニア水 (28) (1 → 2) a mL 及びポリビニルアルコール試液 2.5 mL を順次加え、更にフェニルフルオロン・エタノール試液 5.0 mL 及び水を加えて 25 mL とし、よく振り混ぜて約 20 分間静置し、これを試料溶液とする。

別にスズ標準液 1.0 mL を正確に量り、水 5 mL を加え、液の色がわずかに微紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム試液を滴加し、以下、試料溶液と同様に操作して得た液を標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液につき、水を対照として紫外可視吸光度測定法 (2.24) により波長 510 nm の吸光度を測定する。

2. 溶出物試験

容器のできるだけ湾曲が少なく、厚さが均一な部分をとって切断し、厚みが 0.5 mm 以下のときは、表裏の表面積の合計が約 1200 cm² になるように、また、厚みが 0.5 mm を超えるときは、約 600 cm² になるように切断片を集め、更にこれらを、通例、長さ約 5 cm、幅約 0.5 cm の大きさに細断し、水で洗った後、室温で乾燥する。これを内容約 300 mL の硬質ガラス製容器に入れ、水 200 mL を正確に加え、適当に密栓した後、高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 1 時間加熱した後、硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し、この内容を試験液とする。

なお、複合材料容器の場合は、容器に表示容量の水を入れて抽出を行ってもよい。ただし、抽出液量と材料面積の比を記録しておくこと。

また、容器が 121 °C で変形する場合は、耐えられる最高温度で抽出する。その場合、温度と抽出時間の関係は次の通りとする：100 ± 2 °C, 2 ± 0.2 時間；70 ± 2 °C, 24 ± 2 時間；50 ± 2 °C, 72 ± 2 時間；37 ± 1 °C, 72 ± 2 時間。

別に水につき、同様の方法で操作し空試験液を調製する。ただし、複合材料容器の場合は、水を空試験液とする。試験液及び空試験液につき、次の試験を行う。

(i) 泡立ち 試験液 5 mL を内径約 15 mm、長さ約 200 mm の共栓試験管に入れ、3 分間激しく振り混ぜ、生じた泡がほとんど消失するまでの時間を測定する。

(ii) pH (2.54) 試験液及び空試験液 20 mL ずつをとり、これに塩化カリウム 1.0 g を水に溶かして 1000 mL とした液 1.0 mL ずつを加え、両液の pH を測定し、その差を算出する。

(iii) 過マンガン酸カリウム還元性物質 試験液 20 mL を共栓三角フラスコにとり、0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 20.0 mL 及び希硫酸 1 mL を加え、3 分間煮沸し、冷後、これにヨウ化カリウム 0.10 g を加えて密栓し、振り混ぜて 10 分間放置した後、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬：デンプン試液 5 滴)。別に空試験液 20.0 mL を用い、同様に操作する。試験液及び空試験液の 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液消費量の差を算出する。

(iv) 紫外吸収スペクトル 試験液につき、空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 220 ~ 240 nm の区間及び 241 ~ 350 nm のそれぞれの区間での最大吸光度を記録する。

(v) 蒸発残留物 試験液 20 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥し、その質量を量る。

3. 微粒子試験

容器の内外を試験に用いる水でよく洗い、容器に表示された内容量の水又は 0.9 w/v% 塩化ナトリウム溶液を入れ、表示内容量 500 mL につき容器内の空気の量が約 50 mL となるようにして密栓した後、高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 25 分間加熱し、2 時間放冷した後に取り出し、常温で約 24 時間静置する。なお、容器が 121 °C で変形する場合にあっては、溶出物試験の温度・時間条件に関する規定を準用する。次に容器の外部を清浄にし、5 ~ 6 回転倒混和した後、直ちに容器のゴム栓にフィルターのない清浄な輸液セットの針をさし、穏やかに振り混ぜながら、流出液を清浄な測定用容器にとり、試験液とする。試験液につき、次の微粒子試験法によって試験を行い、試験液 1.0 mL 中の 5 ~ 10 μm, 10 ~ 25 μm 及び 25 μm 以上の微粒子数を測定する。

微粒子試験法 微粒子の測定は、塵埃の少ない清浄な設備内又は装置内で光遮蔽型自動微粒子測定装置を用いて行う。装置のセンサーは、粒子径 1.5 μm 以上の微粒子が測定できるものを用い、測定用量は 10 mL とする。装置をあらかじめ調整した後、その状態で測定する。粒子径及び粒子数の校正は、光遮蔽型自動微粒子測定器校正用標準粒子を水又は 0.9 w/v% 塩化ナトリウム溶液に懸濁させた液を用いて行う。

試験液をかき混ぜながら粒子径 5 ~ 10 μm, 10 ~ 25 μm, 25 μm 以上の粒子数をそれぞれ 5 回測定し、初めの測定値を除いた 4 回の平均粒子数から試験液 1.0 mL 中の粒子数を求める。

注意：試験に用いる水及び 0.9 w/v% 塩化ナトリウム溶液は、微粒子試験法により試験するとき、5 ~ 10 μm の粒子数が 1.0 mL につき、0.5 個以下のものを用いる。

4. 透明性試験

第 1 法 容器表面に凹凸やエムボス加工などがなく、比較的湾曲の少ない容器の試験に適用できる。

容器の胴部から、できるだけ湾曲が少なく厚さが均一な部分をとって、約 0.9 × 4 cm の大きさに切断したもの 5 個を作り、それぞれを水を満たした紫外線吸収スペクトル測定用セルに浸し、水だけを満たしたセルを対照として、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により波長 450 nm の透過率を測定する。

第 2 法 官能試験 容器表面に凹凸やエムボス加工がある容器の試験に適用できる。また、内容医薬品の析出などによる濁りを見つける必要があるような医薬品の容器の透明性を試験する場合に適用できる。

試 液

ヘキサメチレンテトラミン試液 ヘキサメチレンテトラミン 2.5 g を 25 mL の水に溶かす。

ホルマジン乳濁原液 ヘキサメチレンテトラミン試液に硫酸ヒドラジニウム試液 25 mL を加え 25 ± 3 °C で 24 時間放置後使用する。本原液は表面に傷のないガラス容器中で約 2 カ月間有効である。用時よく振り混ぜて用いる。

標準乳濁液 ホルマジン乳濁原液 15 mL を水で薄めて

1000 mL とする。調製後 24 時間以内に使用する。

参照乳濁液 標準乳濁液 50 mL をとり、水で薄めて 100 mL とする。

試験

(i) 有対照法 試験容器 2 個を用意し、片方に参照乳濁液を表示容量だけ入れ、他方に水を同じ量だけ入れる。どちらに参照乳濁液を入れたか知らされていない 5 人の被験者それぞれに、個別にこの二つの試料をみせて比較させ、どちらが濁っているかを問い、正解率を求める。

(ii) 無対照法 試験容器 6 個を用意し、番号をふる。その中の 3 個には水を、他の 3 個には参照乳濁液を表示容量だけ入れる。どの容器に何が入っているか知らされていない被験者 5 人を個別に呼び、ランダムな順序でこの 6 個の容器を一つ一つみせて、内容液が濁っているかどうかを問い、水及び参照乳濁液を入れた 2 容器群について、濁っていると判断した率 (100 X/15: X は濁っていると判断された試験容器の数) を求める。

5. 水蒸気透過性試験

第 1 法 主に水性注射剤容器に適用する。容器に表示された内容量の水を入れ、密封した後、その質量を精密に量る。次に相対湿度 65±5 %、温度 20±2℃ で 14 日間放置した後、再び質量を精密に量り、その減量を算出する。

第 2 法 製剤の容器を通した吸湿性の評価に適用する。別に規定するもののほか、次の方法により試験を行う。

乾燥剤 微粉を入れないように注意しながら、水分測定用塩化カルシウムを浅い容器にとり、110℃ で 1 時間乾燥後、デシケーター中で放冷する。

操作法 容器 12 個をとり、乾燥布で表面を清浄にし、各容器を 30 回、毎回一様に開閉する。この中の 10 個を試験容器として、残りの 2 個を対照容器として用いる。ねじ付栓は、表 7.02-1 に規定されたトルクで閉める。試験容器 10 個をとり、各々に乾燥剤を内容 20 mL 以上の容器では栓から 13 mm 以内まで、内容 20 mL 未満の容器では容器容積の 2/3 まで加える。内部の深さが 63 mm 以上の容器では、容器と乾燥剤の総質量を最小にするような詰め物かスパーサーを底部に入れてもよいが、容器内の乾燥剤の層は 5 cm 以上になるようにする。乾燥剤を加えた後、直ちにねじ付栓を規定のトルクで閉める。対照容器 2 個をとり、試験容器の質量とほぼ等しくなるようにガラスビーズを加え、同様の強さで閉める。調製した各容器の質量を、内容 20 mL 未満の容器では 0.1 mg 単位まで、内容 20 mL 以上 200 mL 未満の容器では 1 mg 単位まで、内容 200 mL 以上の容器では 10 mg 単位まで精密に量り、相対湿度 75±3 %、温度 20±2℃ で保存する。

14 日間放置した後、同様にそれぞれの容器の質量を精密に量る。別に空容器 5 個をとり、水又は微細なガラスビーズのような非圧縮、非流動性の固体で、正しく栓をしたときの表面のレベルまで完全に満たす。それぞれの内容物をメスシリンダーに移し、平均内容量 (mL) を量る。水分透過速度 (mg/日/L) を次の式により計算する。

水分透過速度 (mg/日/L)

$$= (1000 / 14 V) \{ (T_i - T_0) - (C_i - C_0) \}$$

V: 平均内容量 (mL)

$T_i - T_0$: 各試験容器の最終時と開始時の質量の差 (mg)

$C_i - C_0$: 2 個の対照容器の最終時と開始時の質量の差の平均 (mg)

表 7.02-1 ねじ付容器に適切なトルク

栓の径 (mm)	トルク (N・cm)
8	59
10	60
13	88
15	59 ~ 98
18	78 ~ 118
20	88 ~ 137
22	98 ~ 157
24	118 ~ 206
28	137 ~ 235
30	147 ~ 265
33	167 ~ 284
38	196 ~ 294
43	196 ~ 304
48	216 ~ 343
53	235 ~ 402
58	265 ~ 451
63	284 ~ 490
66	294 ~ 510
70	314 ~ 569
83	363 ~ 735
86	451 ~ 735
89	451 ~ 794
100	510 ~ 794
110	510 ~ 794
120	618 ~ 1069
132	677 ~ 1069

6. 漏れ試験

容器にフルオレセインナトリウム溶液 (1 → 1000) をほとんど満たすまで加えて密封した後、容器の上下にろ紙をしき、20℃ において、単位面積 (cm²) 当たり 6.9 N (0.7 kg) の圧力を 10 分間加え、ろ紙の色をみて漏れを判定する。

7. 細胞毒性試験

細胞毒性試験は、プラスチック製医薬品容器材料の培地抽出液の細胞毒性を評価することによって、プラスチック中の毒性物質を検出するためのものである。本法以外にも、適切な標準試験方法を用いることができる。ただし、試験結果に疑義が生じた場合には、結果の判定は本法によるものとする。

細胞株

細胞株は L929 細胞 (ATCC. CCL1) 又は V79 (JCRB0603) とする。ただし、あらかじめコロニー形成性や結果の再現性を検定し、それらが記載した細胞株とほぼ同等であれば、他の細胞株を用いることができる。

培地

イーグルの最小必須培地を用いる。以下に示す物質を水 1000 mL に溶かし、高压蒸気滅菌器で 121 °C で 20 分間加熱して滅菌し、室温まで冷却した後、別に滅菌しておいた炭酸水素ナトリウム試液 22 mL 及びグルタミン試液 10 mL を加える。これに牛胎児血清を 10 vol% の割合になるように加える。

塩化ナトリウム	6.80 g
塩化カリウム	400 mg
リン酸二水素ナトリウム (無水)	115 mg
硫酸マグネシウム (無水)	93.5 mg
塩化カルシウム (無水)	200 mg
ブドウ糖	1.00 g
塩酸 L-アルギニン	126 mg
塩酸 L-リジン	73.0 mg
L-システイン塩酸塩一水和物	31.4 mg
L-チロシン	36.0 mg
L-ヒスチジン塩酸塩一水和物	42.0 mg
L-イソロイシン	52.0 mg
L-ロイシン	52.0 mg
メチオニン	15.0 mg
フェニルアラニン	32.0 mg
L-トレオニン	48.0 mg
L-トリプトファン	10.0 mg
L-バリン	46.0 mg
コハク酸	75.0 mg
コハク酸ナトリウム六水和物	100 mg
重酒石酸コリン	1.8 mg
葉酸	1.0 mg
ミオイノシトール	2.0 mg
ニコチン酸アミド	1.0 mg
D-パントテン酸カルシウム	1.0 mg
塩酸ピリドキサル	1.0 mg
リボフラビン	0.1 mg
塩酸チアミン	1.0 mg
ビオチン	0.02 mg
フェノールレッド	6.0 mg

試薬

(i) 炭酸水素ナトリウム試液 炭酸水素ナトリウム 10 g を水に溶かして 100 mL とし、気密状態で 121 °C で 20 分間高压蒸気滅菌するか、孔径 0.22 μm 以下のメンブランフィルターでろ過して滅菌する。

(ii) グルタミン試液 L-グルタミン 2.92 g を水に溶かして 100 mL とし、孔径 0.22 μm 以下のメンブランフィルターでろ過して滅菌する。

(iii) リン酸緩衝液 塩化カリウム 0.20 g、リン酸二水素カリウム 0.20 g、塩化ナトリウム 8.00 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 1.15 g を水に溶かして 1000 mL とし、高压蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 20 分間加熱する。

(iv) トリプシン試液 トリプシン 0.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.2 g をリン酸緩衝液に溶かして 1000 mL とし、孔径 0.22 μm 以下のメンブランフィルターでろ過して滅菌する。

(v) 希ホルムアルデヒド試液 ホルムアルデヒド液を水で 10 倍に薄める。

(vi) 希ギムザ試液 ギムザ試液を希釈液で約 50 倍に薄め、ろ紙でろ過して不溶物を除く。用時製する。

(vii) 希釈液 リン酸二水素カリウム 4.54 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 4.75 g を水に溶かして 1000 mL とする。

器具及び装置

(i) ピペット パスツールピペット、駒込ピペット、メスピペット、チップ式微量ピペット

(ii) スクリューキャップ式ガラス瓶 50 ~ 1000 mL

(iii) プラスチック製滅菌遠心沈殿管 15 mL 及び 50 mL

(iv) プラスチック製滅菌培養フラスコ 25 cm² 又は 75 cm²

(v) プラスチック製滅菌培養プレート (24 穴)

(vi) 顕微鏡 倒立顕微鏡及び実体顕微鏡

(vii) 炭酸ガス培養器 炭酸ガス濃度を 5 % に、温度を 37 °C に維持する。

対照材料及び対照物質

(i) 陰性対照材料 ポリエチレンフィルム

(ii) 陽性対照材料 A ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛を 0.1 % 含有するポリウレタンフィルム

(iii) 陽性対照材料 B ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛を 0.25 % 含有するポリウレタンフィルム

(iv) 対照物質 ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛及びジブチルジチオカルバミン酸亜鉛 (試薬 1 級)

操作

(i) 試験試料 容器材料が均一な場合は、試料容器を 2 × 15 mm 角程度に細切して試験試料とする。多層の材料の場合は、片面の面積が 2.5 cm² の試料を容器から切り出し、細切せずに試験試料とする。

(ii) 試験溶液の調製 試験試料をスクリューキャップ式ガラス瓶又はプラスチック製滅菌遠心沈殿管にとり、軽く栓をし、清浄なアルミニウム箔で覆い、121 °C で 20 分間高压蒸気滅菌する。試験試料が高压蒸気滅菌に耐えない場合は、適切な条件で酸化エチレン (EO) ガス滅菌を行い、残留 EO の影響のないように十分にエアレーションを行う。試験試料の片面 2.5 cm² に対して 1 mL、又は 1 g に対して 10 mL の培地を加えて軽く栓をした後、炭酸ガス培養器に移し、24 時間静置して抽出する。抽出液をあらかじめ高压蒸気滅菌しておいたガラス瓶又はプラスチック製滅菌遠心沈殿管に移し、これを 100 % 試験溶液とする。この試験溶液を新鮮な培地を用いて 2 倍ずつの系列希釈を行い、50 %、25 %、12.5 %、6.25 %、3.13 % などの試験溶液とする。

(iii) 細胞浮遊液の調製 細胞を培養しておいたプラスチック製滅菌培養フラスコから培地を除き、リン酸緩衝液適量を静かに加えて、フラスコをゆっくり 2、3 回傾けて細胞層を洗った後、リン酸緩衝液を捨てる。トリプシン試液を細胞層が露出しない程度に加え、フラスコの栓をして、炭酸ガ

ス培養器に入れ、1～2分間放置する。フラスコを培養器から取り出し、顕微鏡ではがれ具合を観察する。培地適量を加え、パスツールピペットで静かにピペッティングして、細胞をフラスコ壁面から完全にはがす。この液をプラスチック製滅菌遠心沈殿管に移し、1分間800～1000回転で2～5分間遠心分離する。上清を捨て、新しいリン酸緩衝液を適量加えて、パスツールピペットでピペッティングした後、再度遠心分離する。上清を捨て、新しい培地を一定量加えた後、パスツールピペットで静かにピペッティングして、均一な細胞浮遊液をつくる。細胞濃度を血球計算盤を用いて測る。

(iv) 細胞毒性試験 細胞浮遊液を培地で薄めて、細胞濃度を100個/mLにする。この0.5 mLずつをプラスチック製滅菌培養プレートの各穴に分注する。培養プレートを炭酸ガス培養器中で4～6時間静置して、細胞をプレートの底面に接着させる。培養プレートの各穴の培地を捨て、先に調製した種々の濃度の試験溶液又は新しい培地0.5 mLをそれぞれ別の穴に加える。それぞれの濃度の試験溶液あるいは新しい培地について、それぞれ4穴を使用する。培養プレートは直ちに炭酸ガス培養器に戻し所定の期間培養する。培養期間はL929細胞では7～9日間、V79細胞では6～7日間とする。培養終了後、培養プレートから試験溶液などを捨て、希ホルムアルデヒド試液を適量加えて、約30分間放置して細胞を固定する。各穴から希ホルムアルデヒド試液を捨て、希ギムザ試液を適量加える。コロニーがよく染色されたのを確認した後、希ギムザ試液を捨て、各穴のコロニー数を数える。各濃度の試験溶液でのコロニー数を平均し、その値を培地のみのときのコロニー数の平均値で除して、当該試験液濃度のコロニー形成率(%)を算出する。片対数グラフ用紙の対数軸に試験溶液濃度(%)を、もう片方の軸にコロニー形成率をとり、得られた結果をプロットし、増殖阻害曲線を得る。この曲線から、コロニー形成率が50%となる試験溶液濃度(IC₅₀(%))を読み取る。

なお、必要に応じて対照材料又は対照物質を試験して、試験の感度や再現性を確かめることが望ましい。

プラスチック製水性注射剤容器

水性注射剤に使用するプラスチック製容器をいう。容器は、内容医薬品と作用してその有効性、安全性、安定性に影響を与えず、また、内容剤が微生物汚染しないものであり、次の規格に適合する。

1. ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器

容器は、接着剤を使用していないもので、ポリエチレン製又はポリプロピレン製のものをいう。

- (1) 透明性 容器は、透明性試験・第1法で試験したとき、透過率は55%以上でなければならない。第1法で試験できない場合は、透明性試験・第2法、(ii)無対照法によって試験を行う。その場合、容器に水を入れた試料を“濁っている”と判断した率は20%未満であり、容器に参照乳濁液を入れた試料を“濁っている”と判断した率は80%以上でなければならない。
- (2) 外観 使用上差し支えを生じるようなすじ、きず、泡、またはその他の欠点のないものである。
- (3) 水蒸気透過性 第1法に従って試験したとき、減量

は0.20%以下である。

- (4) 重金属 検液の色は比較液より濃くない。ただし、容器切片採取量は1.0 gとする。
- (5) 鉛 第1法によって操作し、標準溶液と比較したとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。
- (6) カドミウム 第1法によって操作し、標準溶液と比較したとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。
- (7) 強熱残分 残分は0.1%以下である。
- (8) 溶出物
 - (i) 泡立ち 生じた泡は3分以内にほとんど消失する。
 - (ii) pH 試験液と空試験液の差は1.5以下である。
 - (iii) 過マンガン酸カリウム還元性物質 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液の消費量の差は1.0 mL以下である。
 - (iv) 紫外吸収スペクトル 波長220 nm以上241 nm未満における吸光度は0.08以下、波長241 nm以上350 nm以下における吸光度は0.05以下である。
 - (v) 蒸発残留物 1.0 mg以下である。
- (9) 細胞毒性 IC₅₀(%)は90%以上である。その他の標準試験方法を用いたときは、結果は陰性である。

2. ポリ塩化ビニル製水性注射剤容器

容器は、接着剤を使用していないもので、ポリ塩化ビニルの単一重合体よりなり、可塑剤としてフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)のみを使用しているものとする。また、容器は、水蒸気の透過を防ぐため容易に取り除けるもので包装することができる。この場合、水蒸気透過性試験はこの包装を施したものについて行う。

- (1) 厚さ 容器の袋の部分の厚さを異なった5箇所について測定するとき、その最大値と最小値の差は0.05 mm以内である。
- (2) 透明性 ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(1)を準用する。
- (3) 外観 ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(2)を準用する。
- (4) 漏れ 漏れ試験に従って試験したとき、漏れはない。
- (5) 柔軟性 漏れ試験を行った容器のゴム栓に針をさすとき、液は容器内を空気で置換することなくほとんど排出する。
- (6) 水蒸気透過性 ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(3)を準用する。
- (7) 重金属 検液の色は比較液より濃くない。ただし、容器切片採取量は1.0 gとする。
- (8) 鉛 第2法によって操作し、標準溶液と比較したとき、試験溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。
- (9) カドミウム 第2法によって操作し、標準溶液と比較したとき、試験溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。
- (10) スズ 試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない。
- (11) 塩化ビニル 容器の切片を水で洗い、ろ紙で水を十分にふきとった後、5 mm角以下に細断し、その1.0 gをとり、20 mLのメスフラスコに入れる。これにガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフラン約10 mLを加え、冷所で時々振り混ぜて溶かした後、メタノール・ドライアイス浴で冷却しながら、あらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷

却したガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフランを加えて 20 mL とし、試料溶液とする。

試料溶液及び塩化ビニル標準液 10 μ L につき、次の操作条件 1 及び 2 でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行うとき、いずれの操作条件においても、試料溶液の塩化ビニルのピーク高さは、標準液のピーク高さより大きくない。

操作条件 1

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ 2 ~ 3 m の管に、ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコールモノエーテルを 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 15 ~ 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：60 ~ 70 $^{\circ}$ C の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：塩化ビニルの保持時間が約 1.5 分になるように調整する。

カラムの選定：塩化ビニル標準液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、塩化ビニル、エタノールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：塩化ビニル標準液 10 μ L から得た塩化ビニルのピーク高さが 5 ~ 7 mm になるように調整する。

操作条件 2

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 1.5 m の管に 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロニトリル-ジビニルベンゼン共重合体 (孔径 0.06 ~ 0.08 μ m, 100 ~ 200 m^2/g) を充てんする。

カラム温度：120 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：塩化ビニルの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：塩化ビニル標準液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、塩化ビニル、エタノールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：塩化ビニル標準液 10 μ L から得た塩化ビニルのピーク高さが 5 ~ 7 mm になるように調整する。

(12) 微粒子 微粒子の数は、試験液 1.0 mL につき、5 ~ 10 μ m 100 個以下、10 ~ 25 μ m 10 個以下及び 25 μ m 以上 1 個以下である。

(13) 強熱残分 残分は 0.1 % 以下である。

(14) 溶出物 ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器 (8) を準用する。

(15) 細胞毒性 ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器 (9) を準用する。

3. その他の水性注射剤容器

以下の規格に適合するほかに、重金属、強熱残分、溶出物などに関する当該容器の材質に固有の規格を満足する。

(1) 透明性 ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注

射剤容器 (1) を準用する。

(2) 外観 ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器 (2) を準用する。

(3) 水蒸気透過性 ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器 (3) を準用する。

(4) 細胞毒性 ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器 (9) を準用する。

7.03 輸液用ゴム栓試験法

輸液用ゴム栓は、輸液として用いる注射剤に使用する内容 100 mL 以上の容器に用いるゴム栓 (プラスチック等の材料でコーティング又はラミネートしたものを含む。) をいう。使用するゴム栓は内容医薬品と物理的又は化学的に作用してその性状又は品質に影響を与えないもので、また、微生物の侵入を防止し、内容輸液の使用に支障を与えないものであり、次の規格に適合する。

(1) カドミウム ゴム栓を水で洗い、室温で乾燥した後、細かく切り、よく混ぜた後、その 2.0 g を白金製又は石英製のつぼにとり、硫酸 2 mL で潤し、徐々に加熱して乾固した後、450 ~ 500 $^{\circ}$ C で灰化する。もし灰化が不十分ならば硫酸 1 mL で潤し、加熱して乾固し、灰化する。必要ならばこの操作を繰り返す。冷後、残留物を水で潤し、塩酸 2 ~ 4 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、更に塩酸 1 ~ 5 mL を加え、加温して溶かす。次にクエン酸一水和物溶液 (1 \rightarrow 2)/塩酸混液 (1 : 1) 0.5 ~ 1 mL 及び加熱した酢酸アンモニウム溶液 (2 \rightarrow 5) 0.5 ~ 1 mL を加える。不溶物が残るときはガラスろ過器でろ過する。得られた液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 \rightarrow 4) 10 mL 及びプロモチモールブルー試液 2 滴を加え、液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える。これに硫酸アンモニウム溶液 (2 \rightarrow 5) 10 mL 及び水を加えて 100 mL とする。次に *N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液 (1 \rightarrow 20) 20 mL を加えて混和し、数分間放置した後、4-メチル-2-ペンタノン 20.0 mL を加え、激しく振り混ぜる。これを静置して 4-メチル-2-ペンタノン層を分取し、必要ならばろ過し、試料溶液とする。別にカドミウム標準液 10.0 mL をとり、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 \rightarrow 4) 10 mL 及びプロモチモールブルー試液 2 滴を加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法 (2.23) により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ：カドミウム中空陰極ランプ

波長：228.8 nm

(2) 鉛 鉛標準液 1.0 mL をとり、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 \rightarrow 4) 10 mL 及びプロモチモールブルー試液 2 滴を加え、以下 (1) の試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。(1) の試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法 (2.23) により試験を行うとき、試

料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

(3) 溶出物試験 ゴム栓を水で洗った後、室温で乾燥する。これを硬質ガラス製容器に入れ、試料質量の 10 倍量の水を正確に加え、適当な栓を施した後、高圧蒸気滅菌器を用いて 121℃ で 1 時間加熱した後、硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し、速やかにゴム栓を除き、この液を試験液とする。別に水につき、同様の方法で空試験液を調製する。試験液及び空試験液につき、次の試験を行う。

(i) 性状 試験液は無色澄明で、空試験液を対照とし、層長 10 mm で波長 430 nm 及び 650 nm の透過率を測定するとき、それぞれ 99.0 % 以上である。

(ii) 泡立ち 試験液 5 mL を内径約 15 mm、長さ約 200 mm の共栓試験管に入れ、3 分間激しく振り混ぜるとき、生じた泡は 3 分間以内にほとんど消失する。

(iii) pH (2.54) 試験液及び空試験液 20 mL ずつをとり、これに塩化カリウム 1.0 g を水に溶かして 1000 mL とした液 1.0 mL ずつを加え、両液の pH を測定するとき、その差は 1.0 以下である。

(iv) 亜鉛 試験液 10.0 mL に薄めた希硝酸 (1 → 3) を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に原子吸光度用亜鉛標準液 1.0 mL をとり、薄めた希硝酸 (1 → 3) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法 (2.23) により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：亜鉛中空陰極ランプ

波長：213.9 nm

原子吸光度用亜鉛標準液 亜鉛標準原液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL は亜鉛 (Zn) 0.01 mg を含む。

(v) 過マンガン酸カリウム還元性物質 試験液 100 mL を共栓三角フラスコにとり、0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 10.0 mL 及び希硫酸 5 mL を加え、3 分間煮沸する。冷後、これにヨウ化カリウム 0.10 g を加えて密栓し、振り混ぜて 10 分間放置した後、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬：デンプン試液 5 滴)。別に空試験液 100 mL を用い、同様に操作する。0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液の消費量の差は 2.0 mL 以下である。

(vi) 蒸発残留物 試験液 100 mL をとり、水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105℃ で 1 時間乾燥するとき、その量は 2.0 mg 以下である。

(vii) 紫外吸収スペクトル 試験液につき、空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 220 ~ 350 nm における吸光度は、0.20 以下である。

(4) 急性毒性試験 試験液につき、空試験液を対照とし、次の条件で試験を行うとき、適合する。

試験液及び空試験液の調製：ゴム栓を水及び注射用水で順次洗い、汚染を避けて室温で乾燥する。これを硬質ガラス製容器に入れ、試料質量の 10 倍量の生理食塩液を加え、適当な栓を施した後、高圧蒸気滅菌器を用いて 121℃ で 1 時間加熱した後、硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し、これを試験液とする。別に同様の方法で空試験液を調製する。

(i) 試験条件

試験動物 体重 17 ~ 23 g の均一系又は純系の雄マウスを用いる。

操作法 試験動物は各群を 10 匹とし、試験動物の体重 1 kg につき、それぞれ 50 mL を静脈内注射する。

(ii) 判定 注射後 5 日間観察するとき、異常又は死亡を認めない。

(5) 発熱性物質試験 (4) の試験液につき、空試験液を対照とし、発熱性物質試験 (4.04) を行うとき、これに適合する。

(6) 溶血性試験 (4) の試験液 10 mL にウサギ脱繊維血 0.1 mL を加え、37℃ で 24 時間放置するとき、溶血を認めない。別に対照として空試験液 10 mL をとり、同様に操作する。

8. その他

8.01 滅菌法及び無菌操作法並びに超ろ過法

(1) 滅菌法及び無菌操作法

1 滅菌法

滅菌とは、物質中のすべての微生物を殺滅又は除去することをいう。滅菌法は、一般に、微生物の種類、汚染状況、滅菌されるものの性質及び状態に応じて、その方法の適切な選択と操作法及び条件の適正化を検討して行う。

滅菌の適否は、通例、無菌試験法によって判定する。

滅菌操作は、温度、圧力などが目的とする滅菌条件に適合していることを十分に確認して行わなければならない。

なお、滅菌条件の選定又は滅菌効果の確認などを行うとき、それぞれの滅菌方法に適した滅菌指標体を用いることができる。

2 無菌操作法

無菌操作法は、無菌医薬品を製造する場合、医薬品を最終容器（医薬品が最終的に用いる容器のことをいう）に充てんした後、滅菌する方法である最終滅菌法を適用しない医薬品に用いる技術であり、ろ過滅菌後、又は原料段階から一連の無菌工程により無菌医薬品を製造するために用いる方法をいう。

本操作法を用いて無菌医薬品を製造する場合は、通例、あらかじめ使用するすべての器具及び材料を滅菌した後、環境微生物数及び微粒子数が適切に管理された無菌設備内において、適切な無菌操作法を用いて一定の無菌性保証水準を得られるように行う。

(2) 超ろ過法

超ろ過法とは、すべての種類の微生物及びエンドトキシンを除去する能力を持つ逆浸透膜、限外ろ過膜又はこれらの膜を組み合わせた膜ろ過装置を用い、十字流ろ過方式で水をろ過する方法である。

超ろ過により「注射用水」を製するときには、通例、前処理設備、注射用水製造設備及び注射用水供給設備を用いる。前処理設備は原水から固形物、溶存塩類及びコロイドなどを除去し、注射用水製造設備の負荷を軽減させるために、注射用水製造設備の前に設置する。本設備は凝集装置、沈降分離装置、ろ過装置、塩素殺菌装置、酸化・還元装置、残留塩素除去装置、精密ろ過装置、逆浸透装置、限外ろ過装置及びイオン交換装置などを原水の品質に応じて適切に組み合わせて構成される。注射用水製造設備は前処理水供給装置、紫外線殺菌装置、熱交換装置、膜モジュール、洗浄・殺菌用装置などから構成される。注射用水供給設備は、使用量の変動に対応するための貯水タンク、「注射用水」を使用箇所まで供給する配管、熱交換装置、循環ポンプ、調圧装置などから構成され、通例、超ろ過により製した「注射用水」を 80℃ 以上で循環、保持するなどにより微生物の増殖を阻止する。

本法を「注射用水」の製造に用いるときは、膜モジュールに微生物及び分子量約 6000 以上の物質を除去できる能力を持つものを用いる。

9. 標準品、標準液、試薬・試液、計量器・用器等

標準品

9.01 標準品

標準品は、日本薬局方に規定された試験に用いるために、一定の品質に調製されたものである。

日本薬局方標準品は、次のとおりである。

名 称	用 途
アクチノマイシン D 標準品	確認試験、定量法
アクラルビシン標準品	定量法
アザチオプリン標準品	確認試験、定量法
アジスロマイシン標準品	確認試験、定量法
アスコルビン酸標準品	定量法
アズトレオナム標準品	確認試験、純度試験、 定量法
アストロマイシン硫酸塩標準品	確認試験、定量法
アスピリン標準品	定量法
アスポキシリン標準品	確認試験、純度試験、 定量法
アセグルタミド標準品	確認試験、純度試験、 定量法
アセトアミノフェン標準品	確認試験、定量法
アドレナリン酒石酸水素塩標準品	純度試験
アトロピン硫酸塩標準品	確認試験、定量法
アミカシン硫酸塩標準品	確認試験、定量法
アミトリプチリン塩酸塩標準品	確認試験、溶出性、 定量法
アミノ安息香酸エチル標準品	定量法
アムホテリシン B 標準品	確認試験、純度試験、 定量法
アモキシシリン標準品	確認試験、定量法
アルプロスタジル標準品	確認試験、純度試験、 定量法
アルベカシン硫酸塩標準品	確認試験、定量法
アンピシリン標準品	確認試験、純度試験、 定量法
イコサペント酸エチル標準品	確認試験、純度試験、 定量法
イセパマイシン硫酸塩標準品	確認試験、純度試験、 定量法
イソフルラン標準品	確認試験、純度試験、 定量法
イダルビシン塩酸塩標準品	確認試験、製剤均一性、 定量法
イドクスウリジン標準品	確認試験、定量法
イミプラミン塩酸塩標準品	確認試験、溶出性、 定量法
イミベネム標準品	確認試験、製剤均一性、 定量法

名 称	用 途	名 称	用 途
インスリン標準品	純度試験, 定量法	クラリスロマイシン標準品	確認試験, 純度試験,
インターロイキン-2 標準品	定量法		製剤均一性, 溶出性,
インドメタシン標準品	確認試験, 純度試験,		定量法
	溶出性, 定量法	グリセオフルビン標準品	確認試験, 純度試験,
ウリナスタチン標準品	定量法		定量法
高分子量ウロキナーゼ標準品	定量法	グリチルリチン酸標準品	確認試験, 定量法
エストラジオール安息香酸エステル標準品	確認試験, 純度試験,	クリンダマイシン塩酸塩標準品	確認試験, 製剤均一性,
	定量法		溶出性, 定量法
エストリオール標準品	確認試験, 製剤均一性,	クリンダマイシンリン酸エステル標準品	確認試験, 純度試験,
	溶出性, 定量法		定量法
エチニルエストラジオール標準品	確認試験, 製剤均一性,	クロキサシリンナトリウム標準品	確認試験, 純度試験,
	溶出性, 定量法		定量法
エテンザミド標準品	定量法	クロフィブラート標準品	確認試験, 定量法
エトポシド標準品	確認試験, 定量法	クロミフェンクエン酸塩標準品	確認試験, 定量法
エドロホニウム塩化物標準品	確認試験, 定量法	クロラムフェニコール標準品	確認試験, 定量法
エピチオスタノール標準品	純度試験, 定量法	クロラムフェニコールコハク酸エステル標準品	定量法
エピルピシン塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験,		
	定量法	クロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品	確認試験, 定量法
エリスロマイシン標準品	確認試験, 純度試験,		
	定量法	クオルジアゼボキシド標準品	確認試験, 純度試験,
エルカトニン標準品	定量法		定量法
エルゴカルシフェロール標準品	確認試験, 定量法	クオルフェニラミンマレイン酸塩標準品	確認試験, 製剤均一性,
エルゴメトリンマレイン酸塩標準品	純度試験, 製剤均一性,		定量法
	定量法	クオルマジノン酢酸エステル標準品	確認試験, 定量法
エンドトキシン 100 標準品	エンドトキシン試験法	ゲンタマイシン硫酸塩標準品	確認試験, 定量法
	<4.01>	ゴナドレリン酢酸塩標準品	確認試験, 定量法
エンドトキシン 10000 標準品	エンドトキシン試験法	コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品	確認試験, 定量法
	<4.01>		
エンビオマイシン硫酸塩標準品	定量法	コリスチン硫酸塩標準品	定量法
オキシテトラサイクリン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法	コルチゾン酢酸エステル標準品	確認試験, 定量法
		コレカルシフェロール標準品	確認試験, 定量法
オキシトシン標準品	純度試験, 定量法	サイクロセリン標準品	確認試験, 定量法
カナマイシン一硫酸塩標準品	確認試験, 純度試験,	シアノコバラミン標準品	確認試験, 純度試験,
	定量法		定量法
カフェイン標準品	定量法	ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品	定量法
ガベキサートメシル酸塩標準品	確認試験, 純度試験,		
	定量法	ジギトキシン標準品	確認試験, 製剤均一性,
カモスタットメシル酸塩標準品	確認試験, 定量法		溶出性, 定量法
カリジノゲナーゼ標準品	定量法	シクラシリン標準品	確認試験, 定量法
カルビドバ標準品	確認試験, 純度試験,	ジクロキサシリンナトリウム標準品	確認試験, 定量法
	定量法	シクロスボリン標準品	確認試験, 純度試験,
カルモナムナトリウム標準品	確認試験, 純度試験,		定量法
	定量法	ジクロフェナミド標準品	確認試験, 純度試験,
d-カンフル標準品	定量法		溶出性, 定量法
dl-カンフル標準品	定量法	ジゴキシン標準品	確認試験, 製剤均一性,
ギトキシン標準品	純度試験		溶出性, 定量法
ギンセノシド Rb ₁ 標準品	確認試験, 定量法	シスプラチン標準品	確認試験, 定量法
ギンセノシド Rg ₁ 標準品	確認試験, 定量法	シソマイシン硫酸塩標準品	確認試験, 定量法
グアイフェネシン標準品	確認試験, 定量法	シッカニン標準品	確認試験, 定量法
クラブラン酸リチウム標準品	定量法	ジノスタチンステマラマー標準品	確認試験, 定量法
グラミシジン標準品	確認試験, 定量法	ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品	定量法

名 称	用 途	名 称	用 途
ジベカシン硫酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	セフカベンピボキシル塩酸塩標準品	確認試験, 製剤均一性, 定量法
シュウ酸カルシウム一水和物標準品	熱分析法 (2.52)	セフジトレンピボキシル標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法
ジョサマイシン標準品	確認試験, 成分含量比, 定量法	セフジニル標準品	確認試験, 純度試験, 溶出性, 定量法
ジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品	確認試験, 定量法	セフスロジンナトリウム標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品	純度試験, 定量法	セフタジジム標準品	確認試験, 定量法
シロスタゾール標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法	セフチゾキシム標準品	純度試験, 定量法
スウェルチアマリン標準品	確認試験, 定量法	セフチブテン塩酸塩標準品	定量法
スコボラミン臭化水素酸塩標準品	確認試験, 定量法	セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品	定量法
ストレプトマイシン硫酸塩標準品	確認試験, 定量法	セフトリアキソンナトリウム標準品	確認試験, 定量法
スピラマイシン酢酸エステルⅡ標準品	成分含量比, 定量法	セフピラミド標準品	純度試験, 定量法
スピロラクトン標準品	確認試験, 定量法	セフピロム硫酸塩標準品	確認試験, 定量法
スペクチノマイシン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法	セフブペラゾン標準品	定量法
スルタミシリンチル酸塩標準品	確認試験, 定量法	セフポドキシムプロキセチル標準品	確認試験, 異性体比, 定量法
スルバクタム標準品	純度試験, 定量法	セフミノクスナトリウム標準品	確認試験, 定量法
スルファジアジン銀標準品	確認試験, 定量法	セフメタゾール標準品	定量法
スルフィンピラゾン標準品	確認試験, 定量法	セフメノキシム塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
スルベニシリンナトリウム標準品	確認試験, 定量法	セフロキサジン標準品	確認試験, 定量法
血清性性腺刺激ホルモン標準品	定量法	セフロキシムアキセチル標準品	確認試験, 純度試験, 異性体比, 定量法
ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品	純度試験, 定量法	セフロキシムナトリウム標準品	確認試験, 定量法
ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品	定量法	セラセフェート標準品	確認試験
セファクロル標準品	確認試験, 純度試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法	センノシド A 標準品	確認試験, 定量法
セファゾリン標準品	純度試験, 定量法	センノシド B 標準品	定量法
セファトリジンプロピレングリコール標準品	確認試験, 定量法	ダウノルビシン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法
セファドロキシル標準品	確認試験, 定量法	タランピシリン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法
セファピリンナトリウム標準品	確認試験, 定量法	チアマラル標準品	定量法
セファレキシム標準品	定量法	チアミン塩化物塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
セファロチンナトリウム標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	チロジン標準品	定量法, 消化力試験法 (4.03)
セフィキシム標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	ツボクラリン塩化物塩酸塩標準品	確認試験, 定量法
セフェビム塩酸塩標準品	確認試験, 定量法	テイコプラニン標準品	確認試験, 定量法
セフォジジムナトリウム標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	デキサメタゾン標準品	確認試験, 定量法
セフォゾプラン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法	テストステロンプロピオン酸エステル標準品	確認試験, 定量法
セフォタキシム標準品	純度試験, 定量法	デスラノシド標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
セフォチアム塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	テトラサイクリン塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 異性体比, 定量法	デフェロキサミンメシル酸塩標準品	確認試験, 定量法
セフォテタン標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	デメチルクロールテトラサイクリン塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
セフォペラゾン標準品	定量法	ドキシサイクリン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法
		ドキシソルピシン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法

名 称	用 途	名 称	用 途
トコフェロール標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品	確認試験, 定量法
トコフェロールコハク酸エステル標準品	定量法	ヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品	確認試験, 定量法
トコフェロール酢酸エステル標準品	確認試験, 定量法	ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品	確認試験, 定量法
トコフェロールニコチン酸エステル標準品	確認試験, 定量法	ピブメシリナム塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
ドブタミン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法	ヒプロメロースフタル酸エステル標準品	確認試験
トブラマイシン標準品	確認試験, 定量法	ピペラシリン標準品	定量法
トラザミド標準品	確認試験, 定量法	ピマリシン標準品	確認試験, 定量法
トラネキサム酸標準品	確認試験, 純度試験, 溶出性, 定量法	ピラルピシン標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
トリアムシノロン標準品	確認試験, 定量法	ピリドキシリン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法
トリアムシノロンアセトニド標準品	確認試験, 定量法	ピロールニトリン標準品	確認試験, 定量法
トリクロルメチアジド標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法	ピンブラスチン硫酸塩標準品	確認試験, 製剤均一性, 定量法
トリコマイシン標準品	定量法	ファロベネムナトリウム標準品	確認試験, 製剤均一性, 定量法
トリヘキシフェニジル塩酸塩標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法	フィトナジオン標準品	定量法
トルナフタート標準品	確認試験, 定量法	フェネチシリンカリウム標準品	定量法
トルブタミド標準品	溶出性	プエラリン標準品	確認試験, 定量法
トロンピン標準品	定量法	フシジン酸ジエタノールアンモニウム標準品	定量法
ナイスタチン標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	フラジオマイシン硫酸塩標準品	確認試験, 定量法
ニコチン酸標準品	確認試験, 定量法	プラバスタチン 1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品	確認試験, 定量法
ニコチン酸アミド標準品	確認試験, 定量法	プリミドン標準品	定量法
無水乳糖標準品	確認試験	フルオキシメステロン標準品	確認試験, 定量法
乳糖標準品	確認試験	フルオシノニド標準品	確認試験, 定量法
ニルバジピン標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法	フルオシノロンアセトニド標準品	確認試験, 定量法
ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品	確認試験, 定量法	フルオロメトロン標準品	確認試験, 定量法
ネチルマイシン硫酸塩標準品	確認試験, 定量法	フルスルチアミン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法
ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品	純度試験, 定量法	プレオマイシン A ₂ 塩酸塩標準品	定量法
ノルゲストレル標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法	プレドニゾロン標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法
バイカリン標準品	確認試験, 定量法	プレドニゾロンコハク酸エステル標準品	確認試験, 定量法
バカンピシリン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法	プレドニゾロン酢酸エステル標準品	確認試験, 定量法
バクロフェン標準品	確認試験, 溶出性, 定量法	プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品	確認試験, 定量法
バシトラシン標準品	確認試験, 定量法	プロゲステロン標準品	確認試験, 定量法
バソプレシン標準品	定量法	フロセミド標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法
パニベネム標準品	定量法	プロタミン硫酸塩標準品	純度試験
パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品	純度試験	プロベネシド標準品	確認試験, 溶出性, 定量法
バンコマイシン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法	フロモキシセフトリエチルアンモニウム標準品	純度試験, 定量法
ビサコジル標準品	確認試験, 定量法	ペオニフロリン標準品	確認試験, 定量法
ヒトインスリン標準品	確認試験, 定量法	ペカナマイシン硫酸塩標準品	確認試験, 定量法
ヒドロクロロチアジド標準品	確認試験, 定量法		
ヒドロコルチゾン標準品	確認試験, 純度試験, 定量法		

名 称	用 途	名 称	用 途
バクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品	確認試験, 定量法	融点標準品 アセトフェネチジン	融点測定法 (2.60)
ベタメタゾン標準品	確認試験, 純度試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法	融点標準品 カフェイン	融点測定法 (2.60)
ベタメタゾン吉草酸エステル標準品	確認試験, 定量法	融点標準品 スルファニルアミド	融点測定法 (2.60)
ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品	確認試験, 定量法	融点標準品 スルファピリジン	融点測定法 (2.60)
ヘパリンナトリウム標準品	抗ヘパリン試験, 定量法	融点標準品 ワニリン	融点測定法 (2.60)
低分子量ヘパリン標準品	抗第Ⅱa 因子活性, 定量法	ユビデカレノン標準品	確認試験, 定量法
含糖ペブシン標準品	定量法	葉酸標準品	確認試験, 定量法
ペプロマイシン硫酸塩標準品	確認試験, 定量法	ラクツロース標準品	純度試験, 定量法
ベルフェナジン標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法	ラタモキシセファンモニウム標準品	純度試験, 定量法
ベルベリン塩化物標準品	確認試験, 定量法	ラナトシド C 標準品	確認試験, 純度試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法
ベンジルペニシリンカリウム標準品	確認試験, 定量法	ラニチジン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法
ベントバルビタール標準品	純度試験, 定量法	リゾチーム標準品	定量法
ホスフェストロール標準品	確認試験, 溶出性, 定量法	リトドリン塩酸塩標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法
ホスホマイシフェネチルアンモニウム標準品	定量法	リファンピシン標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
ポビドン標準品	確認試験	リボスタマイシン硫酸塩標準品	確認試験, 定量法
ホリナートカルシウム標準品	確認試験, 定量法	リボフラビン標準品	確認試験, 定量法
ポリミキシシ B 硫酸塩標準品	確認試験, 定量法	リマプロスト標準品	純度試験, 定量法
マイトマイシン C 標準品	確認試験, 定量法	リンコマイシン塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
マルトース標準品	定量法	レセルピン標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法
ミクロノマイシン硫酸塩標準品	確認試験, 定量法	レチノール酢酸エステル標準品	確認試験, ビタミンA 定量法 (2.55)
ミデカマイシン標準品	確認試験, 定量法	レチノールパルミチン酸エステル標準品	確認試験, ビタミンA 定量法 (2.55)
ミデカマイシン酢酸エステル標準品	確認試験, 定量法	レナンピシリン塩酸塩標準品	確認試験, 定量法
ミノサイクリン塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	ロイコマイシン A ₅ 標準品	成分含量比, 定量法
ムピロシリンリチウム標準品	純度試験, 定量法	ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法
メキシレチン塩酸塩標準品	確認試験, 純度試験, 定量法	ロキシシロマイシン標準品	確認試験, 純度試験, 定量法
メコバラミン標準品	確認試験, 定量法	ロキソプロフェン標準品	定量法
メストラノール標準品	確認試験, 定量法	ロキタマイシン標準品	確認試験, 定量法
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品	確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法	ワルファリンカリウム標準品	確認試験, 製剤均一性, 定量法
メチルジゴキシシン標準品	確認試験, 定量法		
メチルテストステロン標準品	確認試験, 製剤均一性, 定量法		
メチルドパ標準品	確認試験, 定量法		
メチルブレドニゾロンコハク酸エステル標準品	確認試験, 純度試験, 定量法		
メトキサレン標準品	確認試験, 定量法		
メトトレキサート標準品	確認試験, 定量法		
メナテトレノン標準品	確認試験, 純度試験, 定量法		
メロベナム標準品	確認試験, 定量法		
融点標準品 アセトアニリド	融点測定法 (2.60)		

標準液

9.21 容量分析用標準液

容量分析用標準液は、濃度が精密に知られた試薬溶液で、主として容量分析に用いるものである。

容量分析用標準液には規定のモル濃度に調製された液を用いる。それぞれの標準液につき規定された物質 1 モルが 1000 mL 中に正確に含まれるように調製した溶液が 1 モル濃度溶液であり、1 mol/L で表す。

また必要に応じて、それらを一定の割合に薄めた液を用いる。例えば 1 mol/L 溶液を 10 倍容量に薄めたものは 0.1 mol/L 溶液である。

容量分析用標準液は、別に規定するもののほか、無色又は遮光した共栓瓶に入れ、保存する。

調製及び標定

容量分析用標準液は、次のいずれかの方法によって調製し、規定された濃度 n (mol/L) からのずれの度合いは、ファクター f により表す。日本薬局方では、通例、ファクター f が 0.970 ~ 1.030 の範囲にあるように調製する。ファクターを決定する操作を標定という。

(1) 純物質約 1 モルあるいはその倍数又は分数に相当する量を精密に量り、規定の溶媒に溶かして正確に 1000 mL とし、規定の濃度 n (mol/L) に近似する濃度の標準液を調製する。この場合、秤量した純物質の質量 (g) をその物質 1 モルの質量 (g) で除し、更に規定されたモル濃度を表す数値 n で除した値をその標準液のファクター f とする。もし、純物質が得られない場合は、純度が正確にわかっている純度の高い物質を用いて差し支えない。

(2) 純物質又は純度が正確にわかっている純度の高い物質が得られない場合、それぞれの標準液につき定められた物質約 1 モルあるいはその倍数又は分数に相当する量を量り、規定の溶媒に溶かして約 1000 mL とし、規定された濃度 n (mol/L) 付近の標準液を調製する。この標準液の正確な濃度を知るため、標定操作を行ってそれぞれの標準液のファクター f を定める。標定法には直接法と間接法がある。

a) 直接法

標準試薬などそれぞれの標準液について規定された物質の規定量を精密に量り、規定の溶媒に溶かした後、この液を調製した標準液で滴定し、次の式を用いてそれぞれの標準液のファクター f を定める。

$$f = \frac{1000 m}{V M n}$$

M : 標準液の調製に用いた物質 (例えば、1 mol/L 塩酸であれば塩酸) 1 モルに対応する標準試薬などの質量 (g)

m : 標準試薬などの採取量 (g)

V : 調製した標準液の消費量 (mL)

n : 調製した標準液の規定されたモル濃度を表す数値 (例えば、濃度 0.02 mol/L の標準液であれば、 $n = 0.02$)

b) 間接法

直接に標準試薬などを用いない場合、調製した標準液の一定

量 V_2 (mL) をとり、ファクター既知 (f_1) の規定の滴定用標準液を用いて滴定し、次の式を用いて調製した標準液のファクター (f_2) を計算する。

$$f_2 = \frac{V_1 \times f_1}{V_2}$$

f_1 : 滴定用標準液のファクター

f_2 : 調製した標準液のファクター

V_1 : 滴定用標準液の消費量 (mL)

V_2 : 調製した標準液の採取量 (mL)

(3) ファクター既知の標準液の一定容量をとり、規定の方法で正確に希釈し、規定の濃度 n (mol/L) の標準液を調製する。この場合、元の標準液のファクターと希釈して調製した標準液のファクターとは変わらないものとする。

0.1 mol/L 亜鉛液

1000 mL 中亜鉛 (Zn: 65.41) 6.541 g を含む。

調製 亜鉛 (標準試薬) を希塩酸で洗い、次に水洗し、更にアセトンで洗った後、110°C で 5 分間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その 6.541 g に希塩酸 80 mL 及び臭素試液 2.5 mL を加え、静かに加温して溶かし、煮沸して過量の臭素を除き、水を加えて正確に 1000 mL とする。

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液

1000 mL 中亜硝酸ナトリウム (NaNO₂: 69.00) 6.900 g を含む。

調製 亜硝酸ナトリウム 7.2 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 ジアゾ化滴定用スルフェニルアミドを 105°C で 3 時間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 0.44 g を精密に量り、塩酸 10 mL、水 40 mL 及び臭化カリウム溶液 (3 → 10) 10 mL を加えて溶かし、15°C 以下に冷却した後、調製した亜硝酸ナトリウム液で、滴定終点検出法 (2.50) の電位差滴定法又は電流滴定法により滴定し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL

$$= 17.22 \text{ mg H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$$

注意: 遮光して保存する。長く保存したものは、標定し直して用いる。

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 (C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈ · 2H₂O: 372.24) 37.224 g を含む。

調製 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 38 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 亜鉛 (標準試薬) を希塩酸で洗い、次に水洗し、更にアセトンで洗った後、110°C で 5 分間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 1.3 g を精密に量り、希塩酸 20 mL 及び臭素試液 8 滴を加え、穏やかに加温して溶かし、煮沸して過量の臭素を追い出した後、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水酸

化ナトリウム溶液 (1 → 50) を加えて中性とし、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え、調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で、液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
= 6.541 mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水合物 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$: 372.24) 18.612 g を含む。
調製 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水合物 19 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 亜鉛 (標準試薬) を希塩酸で洗い、次に水洗し、更にアセトンで洗った後、110°C で 5 分間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 0.8 g を精密に量り、希塩酸 12 mL 及び臭素試液 5 滴を加え、穏やかに加温して溶かし、煮沸して過量の臭素を追い出した後、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 50) を加えて中性とし、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え、調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で、液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
= 3.271 mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水合物 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$: 372.24) 7.445 g を含む。
調製 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水合物 7.5 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に準じる。ただし、亜鉛 (標準試薬) を希塩酸で洗い、次に水洗し、更にアセトンで洗った後、110°C で 5 分間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、約 0.3 g を精密に量り、希塩酸 5 mL 及び臭素試液 5 滴を加え、以下同様に操作する。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
= 1.308 mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二

水合物 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$: 372.24) 3.7224 g を含む。

調製 用時、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に水を加えて正確に 2 倍容量とする。

0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水合物 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$: 372.24) 0.37224 g を含む。
調製 用時、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液
0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液
0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液
0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ。

0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液
0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ。

0.1 mol/L 塩化チタン (Ⅲ) 液

1000 mL 中塩化チタン (Ⅲ) ($TiCl_3$: 154.23) 15.423 g を含む。

調製 塩化チタン (Ⅲ) 75 mL に塩酸 75 mL を加え、新たに煮沸して冷却した水を加えて 1000 mL とし、遮光したため付きビュレットに入れ、空気を水素で置換し、48 時間放置した後を使用する。用時、次の標定を行う。

標定 硫酸アンモニウム鉄 (Ⅱ) 六水合物 3 g を 500 mL の広口三角フラスコに量り、二酸化炭素を通じながら、新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加えて溶かし、薄めた硫酸 (27 → 100) 25 mL を加え、二酸化炭素を通じながら、速やかに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 40 mL を正確に加える。これにほとんど終点近くまで、調製した塩化チタン (Ⅲ) 液を加えた後、直ちにチオシアン酸アンモニウム 5 g を加え、塩化チタン (Ⅲ) 液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の色が消えるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

注意：空気を水素で置換して保存する。

0.1 mol/L 塩化バリウム液

1000 mL 中塩化バリウム二水合物 ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$: 244.26) 24.426 g を含む。

調製 塩化バリウム二水合物 24.5 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した塩化バリウム液 20 mL を正確に量り、塩酸 3 mL を加えて加温する。あらかじめ加温した薄めた硫酸 (1 → 130) 40 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱した後、一夜放置する。この液をろ過し、ろ紙上の残留物を、ろ液に硝酸銀試液を加えても濁りを認めなくなるまで水洗した後、ろ紙と共にろ紙に移し、強熱灰化する。冷後、硫酸 2 滴を加え、再び約 700 °C で 2 時間強熱する。冷後、残留物の質量を精密に量り、硫酸バリウム (BaSO₄) の量とし、ファクターを計算する。

0.1 mol/L 塩化バリウム液 1 mL = 23.34 mg BaSO₄

0.02 mol/L 塩化バリウム液

1000 mL 中塩化バリウム二水和物 (BaCl₂ · 2H₂O : 244.26) 4.885 g を含む。

調製 塩化バリウム二水和物 4.9 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した塩化バリウム液 100 mL を正確に量り、塩酸 3 mL を加えて加温する。あらかじめ加温した薄めた硫酸 (1 → 130) 40 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱した後、一夜放置する。この液をろ過し、ろ紙上の残留物を、ろ液に硝酸銀試液を加えても濁りを認めなくなるまで水洗した後、ろ紙と共にろ紙に移し、強熱灰化する。冷後、硫酸 2 滴を加え、再び約 700 °C で 2 時間強熱する。冷後、残留物の質量を精密に量り、硫酸バリウム (BaSO₄) の量とし、ファクターを計算する。

0.02 mol/L 塩化バリウム液 1 mL = 4.668 mg BaSO₄

0.01 mol/L 塩化バリウム液

1000 mL 中塩化バリウム二水和物 (BaCl₂ · 2H₂O : 244.26) 2.4426 g を含む。

調製 用時、0.02 mol/L 塩化バリウム液に水を加えて正確に 2 倍容量とする。

0.05 mol/L 塩化マグネシウム液

1000 mL 中塩化マグネシウム六水和物 (MgCl₂ · 6H₂O : 203.30) 10.165 g を含む。

調製 塩化マグネシウム六水和物 10.2 g に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した塩化マグネシウム液 25 mL を正確に量り、水 50 mL、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。ただし、滴定の終点は、終点近くでゆっくり滴定し、液の赤紫色が青紫色に変わるときとする。

0.01 mol/L 塩化マグネシウム液

1000 mL 中塩化マグネシウム六水和物 (MgCl₂ · 6H₂O : 203.30) 2.0330 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L 塩化マグネシウム液に水を加えて正確に 5 倍容量とする。

2 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 72.92 g を含む。

調製 塩酸 180 mL に水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 塩酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム (標準試薬) 約 1.5 g を精密に量り、水 100 mL に溶かし、滴定 (2.50) する。

2 mol/L 塩酸 1 mL = 106.0 mg Na₂CO₃

1 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 36.461 g を含む。

調製 塩酸 90 mL に水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 炭酸ナトリウム (標準試薬) を 500 ~ 650 °C で 40 ~ 50 分間加熱した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 0.8 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、調製した塩酸で滴定 (2.50) し、ファクターを計算する (指示薬法：メチルレッド試液 3 滴、又は電位差滴定法)。ただし、指示薬法の滴定の終点は液を注意して煮沸し、ゆるく栓をして冷却するとき、持続するだいたい色 ~ だいたい赤色を呈するときとする。電位差滴定は、被滴定液を激しくかき混ぜながら行い、煮沸しない。

1 mol/L 塩酸 1 mL = 52.99 mg Na₂CO₃

0.5 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 18.230 g を含む。

調製 塩酸 45 mL に水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 塩酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム (標準試薬) 約 0.4 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、滴定 (2.50) する。

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 26.50 mg Na₂CO₃

0.2 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 7.292 g を含む。

調製 塩酸 18 mL に水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 塩酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム (標準試薬) 約 0.15 g を精密に量り、水 30 mL に溶かし、滴定 (2.50) する。

0.2 mol/L 塩酸 1 mL = 10.60 mg Na₂CO₃

0.1 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 3.6461 g を含む。

調製 用時、0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 2 倍容量とする。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 5.299 mg Na₂CO₃

0.05 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 1.8230 g を含む。
調製用時, 0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 4 倍容量とする。

0.02 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 0.7292 g を含む。
調製用時, 0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

0.01 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 0.36461 g を含む。
調製用時, 0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 20 倍容量とする。

0.001 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 0.036461 g を含む。
調製用時, 0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 200 倍容量とする。

0.1 mol/L 過塩素酸

1000 mL 中過塩素酸 (HClO₄ : 100.46) 10.046 g を含む。
調製 過塩素酸 8.7 mL を酢酸 (100) 1000 mL 中に約 20 °C に保ちながら徐々に加える。約 1 時間放置後, この液 3.0 mL をとり, 別途, 水分 (g/dL) を速やかに測定する (廃棄処理時には水を加える)。この液を約 20 °C に保ちながら, 無水酢酸 [(水分 (g/dL) - 0.03) × 52.2] mL を振り混ぜながら徐々に加え, 24 時間放置した後, 次の標定を行う。

標定 フタル酸水素カリウム (標準試薬) を 105 °C で 4 時間乾燥した後, デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し, その約 0.3 g を精密に量り, 酢酸 (100) 50 mL に溶かし, 調製した過塩素酸で滴定 (2.50) する (指示薬法: クリスタルバイオレット試液 3 滴, 又は電位差滴定法)。ただし, 指示薬法の終点は青色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い, 補正し, ファクターを計算する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.42 mg KHC₈H₄(COO)₂

注意: 湿気を避けて保存する。

0.05 mol/L 過塩素酸

1000 mL 中過塩素酸 (HClO₄ : 100.46) 5.023 g を含む。
調製用時, 0.1 mol/L 過塩素酸に非水滴定用酢酸を加えて正確に 2 倍容量とする。ただし, 非水滴定用酢酸 8.0 mL を量り, 水分 (g/dL) を速やかに測定し, 0.03 (g/dL) を超えるときは, この非水滴定用酢酸 1000 mL につき, 無水酢酸 [(水分 (g/dL) - 0.03) × 52.2] mL を加えたものを用いる。

0.02 mol/L 過塩素酸

1000 mL 中過塩素酸 (HClO₄ : 100.46) 2.0092 g を含む。
調製用時, 0.1 mol/L 過塩素酸に非水滴定用酢酸を加えて正確に 5 倍容量とする。ただし, 非水滴定用酢酸 8.0 mL を量り, 水分 (g/dL) を速やかに測定し, 0.03 (g/dL) を超えるときは, この非水滴定用酢酸 1000 mL につき, 無水酢酸 [(水分 (g/dL) - 0.03) × 52.2] mL を加えたものを用いる。

0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 を見よ。

0.05 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液

0.05 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 を見よ。

0.004 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液

0.004 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 を見よ。

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液

1000 mL 中過塩素酸 (HClO₄ : 100.46) 10.046 g を含む。
調製 過塩素酸 8.5 mL に 1,4-ジオキサンを加えて 1000 mL とし, 次の標定を行う。

標定 フタル酸水素カリウム (標準試薬) を 105 °C で 4 時間乾燥した後, デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し, その約 0.5 g を精密に量り, 非水滴定用酢酸 80 mL に溶かし, クリスタルバイオレット試液 3 滴を加え, 調製した過塩素酸・1,4-ジオキサン液で青色を呈するまで滴定 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い, 補正し, ファクターを計算する。

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
= 20.42 mg KHC₈H₄(COO)₂

注意: 湿気を避け, 冷所に保存する。

0.05 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液

1000 mL 中過塩素酸 (HClO₄ : 100.46) 5.023 g を含む。
調製用時, 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液に 1,4-ジオキサンを加えて正確に 2 倍容量とする。

0.004 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液

1000 mL 中過塩素酸 (HClO₄ : 100.46) 0.4018 g を含む。
調製用時, 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液に 1,4-ジオキサンを加えて正確に 25 倍容量とする。

0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液

1000 mL 中過塩素酸バリウム [Ba(ClO₄)₂ : 336.23] 1.6812 g を含む。

調製 過塩素酸バリウム 1.7 g を水 200 mL に溶かし, 2-プロパノールを加えて 1000 mL とし, 次の標定を行う。

標定 調製した過塩素酸バリウム液 20 mL を正確に量り, メタノール 55 mL 及びアルセナゾⅢ試液 0.15 mL を加え, 0.005 mol/L 硫酸で液の紫色が赤紫色を経て赤色を呈するまで滴定 (2.50) し, ファクターを計算する。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液

1000 mL 中過マンガン酸カリウム (KMnO₄ : 158.03) 3.1607 g を含む。

調製 過マンガン酸カリウム 3.2 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 15 分間煮沸して密栓し, 48 時間以上放置した後, ガラスろ過器 (G3 又は G4) を用いてろ過し, 次の標定を行う。

標定 シュウ酸ナトリウム (標準試薬) を 150 ~ 200 °C で 1 ~ 1.5 時間乾燥した後, デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し, その約 0.3 g を 500 mL の三角フラスコに精密に

量り、水 30 mL に溶かし、薄めた硫酸 (1 → 20) 250 mL を加え、液温を 30 ~ 35 °C とし、調製した過マンガン酸カリウム液をビュレットに入れ、穏やかにかき混ぜながら、その 40 mL を速やかに加え、液の赤色が消えるまで放置する。次に 55 ~ 60 °C に加温して滴定を続け、30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。ただし、終点前の 0.5 ~ 1 mL は注意して滴加し、過マンガン酸カリウム液の色が消えてから次の 1 滴を加える。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL
= 6.700 mg $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液

1000 mL 中過マンガン酸カリウム (KMnO_4 : 158.03) 0.31607 g を含む。

調製 用時、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

0.05 mol/L 酢酸亜鉛液

1000 mL 中酢酸亜鉛二水和物 [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 219.53] 10.977 g を含む。

調製 酢酸亜鉛二水和物 11.1 g に水 40 mL 及び希酢酸 4 mL を加えて溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 20 mL を正確に量り、水 50 mL、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え、調製した酢酸亜鉛液で滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。滴定の終点は液の青色が青紫色に変わるときとする。

0.02 mol/L 酢酸亜鉛液

1000 mL 中酢酸亜鉛二水和物 [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 219.53] 4.391 g を含む。

調製 酢酸亜鉛二水和物 4.43 g に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液に準じる。ただし、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 20 mL を正確に量り、標定する。

0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液

1000 mL 中に酢酸ナトリウム (CH_3COONa : 82.03) 8.203 g を含む。

調製 無水酢酸ナトリウム 8.20 g を酢酸 (100) に溶かし 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した酢酸ナトリウム液 25 mL を正確に量り、酢酸 (100) 50 mL 及び *p*-ナフトールベンゼイン試液 1 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で液の黄褐色が黄色を経て緑色を呈するまで滴定 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L 三塩化チタン液

0.1 mol/L 塩化チタン (III) 液 を見よ。

1/60 mol/L 重クロム酸カリウム液

1/60 mol/L ニクロム酸カリウム液 を見よ。

0.05 mol/L シュウ酸液

1000 mL 中シュウ酸二水和物 ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 126.07) 6.303 g を含む。

調製 シュウ酸二水和物 6.3 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製したシュウ酸液 25 mL を 500 mL の三角フラスコに正確に量り、10 ~ 15 分間煮沸し、 27 ± 3 °C に冷却した薄めた硫酸 (1 → 20) 200 mL を加え、新たに標定した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液をビュレットに入れ、穏やかにかき混ぜながら、その 22 mL を速やかに加え、液の赤色が消えるまで放置する。次に 55 ~ 60 °C に加温して滴定を続け、30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。ただし、終点前の 0.5 ~ 1 mL は注意して滴加し、過マンガン酸カリウム液の色が消えてから次の 1 滴を加える。

注意：遮光して保存する。

0.005 mol/L シュウ酸液

1000 mL 中シュウ酸二水和物 ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 126.07) 0.6303 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L シュウ酸液に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

0.005 mol/L シュウ酸ナトリウム液

1000 mL 中シュウ酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$: 134.00) 0.6700 g を含む。

調製 シュウ酸ナトリウム (標準試薬) を 150 ~ 200 °C で 2 時間乾燥し、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 0.6700 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

0.05 mol/L 臭素液

1000 mL 中臭素 (Br: 79.90) 7.990 g を含む。

調製 臭素酸カリウム 2.8 g 及び臭化カリウム 15 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した臭素液 25 mL をヨウ素瓶中に正確に量り、水 120 mL、次に塩酸 5 mL を速やかに加え、直ちに密栓して穏やかに振り混ぜる。これにヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、直ちに密栓して穏やかに振り混ぜて 5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

1/60 mol/L 臭素酸カリウム液

1000 mL 中臭素酸カリウム (KBrO_3 : 167.00) 2.7833 g を含む。

調製 臭素酸カリウム 2.8 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した臭素酸カリウム液 25 mL をヨウ素瓶中に正確に量り、ヨウ化カリウム 2 g 及び希硫酸 5 mL を加え、密栓して 5 分間放置した後、水 100 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 (AgNO_3 : 169.87) 16.987 g を含む。

調製 硝酸銀 17.0 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 塩化ナトリウム (標準試薬) を 500 ~ 650 °C で 40 ~ 50 分間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 80 mg を精密に量り、水 50 mL に溶かし、強くかき混ぜながら、調製した硝酸銀液で滴定 (2.50) し、ファクターを計算する (指示薬法: フルオレセインナトリウム試液 3 滴、又は電位差滴定法: 銀電極)。ただし、指示薬法の滴定の終点は、液の黄緑色が黄色を経てだいたい色を呈するときとする。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

注意: 遮光して保存する。

0.02 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 (AgNO_3 : 169.87) 3.3974 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 5 倍容量とする。

0.01 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 (AgNO_3 : 169.87) 1.6987 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

0.005 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 (AgNO_3 : 169.87) 0.8494 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 20 倍容量とする。

0.001 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 (AgNO_3 : 169.87) 0.16987 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 100 倍容量とする。

0.01 mol/L 硝酸ビスマス液

1000 mL 中硝酸ビスマス五水和物 [$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 485.07] 4.851 g を含む。

調製 硝酸ビスマス五水和物 4.86 g を希硝酸 60 mL に溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した硝酸ビスマス液 25 mL を正確に量り、水 50 mL 及びキシレノールオレンジ試液 1 滴を加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で、液の赤色が

黄色に変わるまで滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。

1 mol/L 水酸化カリウム液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH: 56.11) 56.11 g を含む。

調製 水酸化カリウム 65 g を水 950 mL に溶かし、これに新たに製した水酸化バリウム八水和物飽和溶液を沈殿がもはや生じなくなるまで滴加し、液をよく混ぜて密栓し、24 時間放置した後、上澄液を傾斜するか、又はガラスろ過器 (G3 又は G4) を用いてろ過し、次の標定を行う。

標定 アミド硫酸 (標準試薬) をデシケーター (減圧、シリカゲル) で約 48 時間乾燥し、その約 2.5 g を精密に量り、新たに煮沸して冷却した水 25 mL に溶かし、プロモチモールブルー試液 2 滴を加え、調製した水酸化カリウム液で緑色を呈するまで滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。

1 mol/L 水酸化カリウム液 1 mL = 97.09 mg HOSO_2NH_2

注意: 密栓した瓶又は二酸化炭素吸尿管 (ソーダ石灰) を付けた瓶に保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.5 mol/L 水酸化カリウム液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH: 56.11) 28.053 g を含む。

調製 水酸化カリウム 32 g をとり、1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて調製し、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 水酸化カリウム液に準じる。ただし、アミド硫酸 (標準試薬) 約 1.3 g を精密に量り、滴定 (2.50) する。

0.5 mol/L 水酸化カリウム液 1 mL = 48.55 mg HOSO_2NH_2

注意: 1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.1 mol/L 水酸化カリウム液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH: 56.11) 5.611 g を含む。

調製 水酸化カリウム 6.5 g をとり、1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて調製し、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 水酸化カリウム液に準じる。ただし、アミド硫酸 (標準試薬) 約 0.25 g を精密に量り、滴定 (2.50) する。

0.1 mol/L 水酸化カリウム液 1 mL = 9.709 mg HOSO_2NH_2

注意: 1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH: 56.11) 28.053 g を含む。

調製 水酸化カリウム 35 g を水 20 mL に溶かし、無アルデヒドエタノールを加えて 1000 mL とし、密栓し、24 時間放置した後、上澄液を速やかに傾斜してとり、次の標定を行う。

標定 0.25 mol/L 硫酸 15 mL を正確に量り、水 50 mL を加え、調製した水酸化カリウム・エタノール液で滴定 (2.50) し、ファクターを計算する (指示薬法: フェノールフタ

レイン試液 2 滴, 又は電位差滴定法). ただし, 指示薬法の滴定の終点は淡赤色を呈するときとする.

注意: 遮光した瓶に密栓して保存する. 標定は用時行う.

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH: 56.11) 5.611 g を含む.
調製 水酸化カリウム 7 g をとり, 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液に準じて調製し, 次の標定を行う.

標定 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液に準じる. ただし, 0.05 mol/L 硫酸 15 mL を正確に量り, 滴定 (2.50) する.

注意: 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液に準じて保存する. 標定は用時行う.

1 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH: 40.00) 39.997 g を含む.

調製 水酸化ナトリウム 42 g を水 950 mL に溶かし, これに新たに製した水酸化バリウム八水和物飽和溶液を沈殿がもはや生じなくなるまで滴加し, 液をよく混ぜて密栓し, 24 時間放置した後, 上澄液を傾斜するか, 又はガラスろ過器 (G 3 又は G4) を用いてろ過し, 次の標定を行う.

標定 アミド硫酸 (標準試薬) をデシケーター (減圧, シリカゲル) で約 48 時間乾燥し, その約 1.5 g を精密に量り, 新たに煮沸して冷却した水 25 mL に溶かし, 調製した水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) し, ファクターを計算する (指示薬法: プロモチモールブルー試液 2 滴, 又は電位差滴定法). ただし, 指示薬法の滴定の終点は緑色を呈するときとする.

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 97.09 mg HOSO₂NH₂

注意: 密栓した瓶又は二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けた瓶に保存する. 長く保存したものは標定し直して用いる.

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH: 40.00) 19.999 g を含む.

調製 水酸化ナトリウム 22 g をとり, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて調製し, 次の標定を行う.

標定 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じる. ただし, アミド硫酸 (標準試薬) 約 0.7 g を精密に量り, 滴定 (2.50) する.

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 48.55 mg HOSO₂NH₂

注意: 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて保存する. 長く保存したものは標定し直して用いる.

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH: 40.00) 7.999 g を含む.

調製 水酸化ナトリウム 9 g をとり, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて調製し, 次の標定を行う.

標定 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じる. ただし, アミド硫酸 (標準試薬) 約 0.3 g を精密に量り, 滴定 (2.50)

する.

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 19.42 mg HOSO₂NH₂

注意: 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて保存する. 長く保存したものは標定し直して用いる.

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH: 40.00) 3.9997 g を含む.

調製 水酸化ナトリウム 4.5 g をとり, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて調製し, 次の標定を行う.

標定 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じる. ただし, アミド硫酸 (標準試薬) 約 0.15 g を精密に量り, 滴定 (2.50) する.

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 9.709 mg HOSO₂NH₂

注意: 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて保存する. 長く保存したものは標定し直して用いる.

0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH: 40.00) 1.9999 g を含む.

調製 用時, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 2 倍容量とする.

0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH: 40.00) 0.7999 g を含む.

調製 用時, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする.

0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH: 40.00) 0.39997 g を含む.

調製 用時, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 10 倍容量とする.

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液

1000 mL 中チオシアン酸アンモニウム (NH₄SCN: 76.12) 7.612 g を含む.

調製 チオシアン酸アンモニウム 8 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 次の標定を行う.

標定 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に量り, 水 50 mL, 硝酸 2 mL 及び硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液 2 mL を加え, 振り動かしながら, 調製したチオシアン酸アンモニウム液で持続する赤褐色を呈するまで滴定 (2.50) し, ファクターを計算する.

注意: 遮光して保存する.

0.02 mol/L チオシアン酸アンモニウム液

1000 mL 中チオシアン酸アンモニウム (NH₄SCN: 76.12) 1.5224 g を含む.

調製 用時, 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液に水を加えて正確に 5 倍容量とする。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 248.18) 24.818 g を含む。

調製 チオ硫酸ナトリウム五水和物 25 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.2 g に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし, 1000 mL とし, 24 時間放置した後, 次の標定を行う。

標定 ヨウ素酸カリウム (標準試薬) を 120 ~ 140 °C で 1.5 ~ 2 時間乾燥した後, デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し, その約 50 mg をヨウ素瓶に精密に量り, 水 25 mL に溶かし, ヨウ化カリウム 2 g 及び希硫酸 10 mL を加え, 密栓し, 10 分間放置した後, 水 100 mL を加え, 遊離したヨウ素を調製したチオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬法, 又は電位差滴定法: 白金電極)。ただし, 指示薬法の滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき, デンプン試液 3 mL を加え, 生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い, 補正し, ファクターを計算する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 3.567 mg KIO_3

注意: 長く保存したものは標定し直して用いる。

0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 248.18) 12.409 g を含む。

調製 用時, 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 2 倍容量とする。

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 248.18) 4.964 g を含む。

調製 用時, 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする。

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 248.18) 2.4818 g を含む。

調製 用時, 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 10 倍容量とする。

0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 248.18) 1.2409 g を含む。

調製 用時, 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 20 倍容量とする。

0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 248.18) 0.4964 g を含む。

調製 用時, 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 50 倍容量とする。

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液

1000 mL 中テトラフェニルホウ酸ナトリウム [$\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$: 342.22] 6.844 g を含む。

調製 テトラフェニルホウ酸ナトリウム 7.0 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 次の標定を行う。

標定 フタル酸水素カリウム (標準試薬) 0.5 g を量り, 水 100 mL に溶かし, 酢酸 (31) 2 mL を加え, 水浴中で 50 °C に加温し, かき混ぜながら, 調製したテトラフェニルホウ酸ナトリウム液 50 mL をビュレットから徐々に加えた後に急冷し, 常温で 1 時間放置する。生じた沈殿を質量既知のガラスろ過器 (G4) にろ取し, テトラフェニルボロンカリウム試液 5 mL ずつで 3 回洗い, 105 °C で 1 時間乾燥し, その質量を精密に量り, テトラフェニルボロンカリウム [$\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$: 358.32] の量とし, ファクターを計算する。

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 7.167 mg $\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$

注意: 用時調製する。

0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 を見よ。

0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラブチルアンモニウムヒドロキシド [$(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{NOH}$: 259.47] 25.947 g を含む。

調製 用時, テトラブチルアンモニウムヒドロキシド 26.0 g に対応する量の 10 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり, 2-プロパノールを加えて 1000 mL とし, 次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, アセトン 50 mL に溶かし, 調製した 0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定 (2.50) 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 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 12.21 mg $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$

注意: 密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド [$(\text{CH}_3)_4\text{NOH}$: 91.15] 18.231 g を含む。

調製 用時, テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 18.4 g に対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり, 水を加えて 1000 mL とし, 次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, *N,N*-ジメチルホルムアミド 60 mL に溶かし, 調製した 0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定 (2.50) する (指示薬法: チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴, 又は電位差滴定法)。ただし, 指示薬法の滴定の終点は青色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い, 補正し, ファクターを計

算する。

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 24.42 mg C₆H₅COOH

注意：密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液
1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド [(CH₃)₄NOH : 91.15] 9.115 g を含む。

調製 用時、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 9.2 g に対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり、水を加えて 1000 mL とし、次の標定 (2.50) を行う。

標定 0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に準じる。ただし、安息香酸約 0.2 g を精密に量り、滴定 (2.50) する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 12.21 mg C₆H₅COOH

注意：密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液
1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド [(CH₃)₄NOH : 91.15] 1.8231 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド [(CH₃)₄NOH : 91.15] 9.115 g を含む。

調製 用時、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 9.2 g に対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり、メタノールを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に準じる。

注意：密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液

1000 mL 中ナトリウムメトキシド (CH₃ONa : 54.02) 5.402 g を含む。

調製 ナトリウムの新しい切片 2.5 g を氷冷したメタノール 150 mL 中に少量ずつ加えて溶かした後、ベンゼンを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし、チモールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え、調製したナトリウムメトキシド液で青色を呈するまで滴定 (2.50) する。同様の方法で空試験

を行い、補正し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 12.21 mg C₆H₅COOH

注意：湿気を避けて、冷所に保存する。標定は用時行う。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・ジオキサン液

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液 を見よ。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液

1000 mL 中ナトリウムメトキシド (CH₃ONa : 54.02) 5.402 g を含む。

調製 ナトリウムの新しい切片 2.5 g を氷冷したメタノール 150 mL 中に少量ずつ加えて溶かした後、1,4-ジオキサンを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 80 mL を加えて溶かし、チモールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え、調製したナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液で青色を呈するまで滴定 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液 1 mL
= 12.21 mg C₆H₅COOH

注意：湿気を避けて、冷所に保存する。標定は用時行う。

1/60 mol/L ニクロム酸カリウム液

1000 mL 中ニクロム酸カリウム (K₂Cr₂O₇ : 294.18) 4.903 g を含む。

調製 ニクロム酸カリウム (標準試薬) を粉末とし、100 ~ 110 °C で 3 ~ 4 時間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 4.903 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

0.1 mol/L フェリシアン化カリウム液

0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム液 を見よ。

0.05 mol/L フェリシアン化カリウム液

0.05 mol/L ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム液 を見よ。

0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム液

1000 mL 中ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム [K₃Fe(CN)₆ : 329.24] 32.924 g を含む。

調製 ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム 33 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製したヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り、ヨウ化カリウム 2 g 及び希塩酸 10 mL を加え、密栓して 15 分間放置した後、硫酸亜鉛試液 15 mL を追加し、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、

補正し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.05 mol/L ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液

1000 mL 中ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム

[$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$: 329.24] 16.462 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液に水を加えて正確に 2 倍容量とする。

0.05 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素 (I: 126.90) 12.690 g を含む。

調製 ヨウ素 13 g をヨウ化カリウム溶液 (2 → 5) 100 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製したヨウ素液 15 mL を正確に量り、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) し、ファクターを計算する (指示薬法: デンプン試液, 又は電位差滴定法: 白金電極)。ただし、指示薬法の滴定の終点は、液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは、標定し直して用いる。

0.01 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素 (I: 126.90) 2.5381 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L ヨウ素液に水を加えて正確に 5 倍容量とする。

0.005 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素 (I: 126.90) 1.2690 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L ヨウ素液に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

0.002 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素 (I: 126.90) 0.5076 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L ヨウ素液に水を加えて正確に 25 倍容量とする。

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液

1000 mL 中ヨウ素酸カリウム (KIO_3 : 214.00) 10.700 g を含む。

調製 ヨウ素酸カリウム (標準試薬) を 120 ~ 140 °C で 1.5 ~ 2 時間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 10.700 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

1/60 mol/L ヨウ素酸カリウム液

1000 mL 中ヨウ素酸カリウム (KIO_3 : 214.00) 3.567 g を含む。

調製 ヨウ素酸カリウム (標準試薬) を 120 ~ 140 °C で 2 時間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その 3.567 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

1/1200 mol/L ヨウ素酸カリウム液

1000 mL 中ヨウ素酸カリウム (KIO_3 : 214.00) 0.17833 g を含む。

調製 ヨウ素酸カリウム (標準試薬) を 120 ~ 140 °C で 1.5 ~ 2 時間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 0.17833 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液

1000 mL 中ラウリル硫酸ナトリウム ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$: 288.38) 2.8838 g を含む。

調製 ラウリル硫酸ナトリウム 2.9 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 定量用塩酸パバペリンを乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水に溶かし正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 5 mL、希硫酸 5 mL 及びジクロロメタン 60 mL を加え、更に指示薬として、メチルエローのジクロロメタン溶液 (1 → 500) 5 ~ 6 滴を加え、強く振り混ぜながら、調製した 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液で、最小目盛り 0.02 mL のビュレットを用いて滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は、0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液を滴加して強く振り混ぜ、しばらく放置するとき、ジクロロメタン層の黄色がだいたい赤色になるときとする。

0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液 1 mL

$$= 3.759 \text{ mg } \text{C}_{20}\text{H}_{41}\text{NO}_4 \cdot \text{HCl}$$

0.5 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 (H_2SO_4 : 98.08) 49.04 g を含む。

調製 硫酸 30 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え、放冷し、次の標定を行う。

標定 炭酸ナトリウム (標準試薬) を 500 ~ 650 °C で 40 ~ 50 分間加熱した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 0.8 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、調製した硫酸で滴定 (2.50) し、ファクターを計算する (指示薬法: メチルレッド試液 3 滴, 又は電位差滴定法)。ただし、指示薬法の滴定の終点は液を注意して煮沸し、ゆるく栓をして冷却するとき、持続するだいたい色~だいたい赤色を呈するときとする。電位差滴定法は、被滴定液を激しくかき混ぜながら行い、煮沸しない。

$$0.5 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 52.99 \text{ mg } \text{Na}_2\text{CO}_3$$

0.25 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 (H_2SO_4 : 98.08) 24.520 g を含む。

調製 硫酸 15 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え、放冷し、次の標定を行う。

標定 0.5 mol/L 硫酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム (標準試薬) 約 0.4 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、滴定 (2.50) する。

$$0.25 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 26.50 \text{ mg } \text{Na}_2\text{CO}_3$$

0.1 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 (H_2SO_4 : 98.08) 9.808 g を含む。

調製 硫酸 6 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え、放冷し、次の標定を行う。

標定 0.5 mol/L 硫酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム (標準試薬) 約 0.15 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、滴定 (2.50) する。

0.1 mol/L 硫酸 1 mL = 10.60 mg Na_2CO_3

0.05 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 (H_2SO_4 : 98.08) 4.904 g を含む。

調製 硫酸 3 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え、放冷し、次の標定を行う。

標定 0.5 mol/L 硫酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム (標準試薬) 約 80 mg を精密に量り、水 30 mL に溶かし、滴定 (2.50) する。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 5.299 mg Na_2CO_3

0.025 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 (H_2SO_4 : 98.08) 2.4520 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 2 倍容量とする。

0.01 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 (H_2SO_4 : 98.08) 0.9808 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 5 倍容量とする。

0.005 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 (H_2SO_4 : 98.08) 0.4904 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

0.0005 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 (H_2SO_4 : 98.08) 0.04904 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 100 倍容量とする。

0.1 mol/L 硫酸亜鉛液

1000 mL 中硫酸亜鉛七水和物 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: 287.58) 28.758 g を含む。

調製 硫酸亜鉛七水和物 28.8 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸亜鉛液 25 mL を正確に量り、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え、0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で、液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液

1000 mL 中硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物

[$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 392.14] 39.214 g を含む。

調製 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 40 g を硫酸 30 mL 及び水 300 mL の混液を冷却した液に溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 25 mL を正確に量り、水 25 mL 及びリン酸 5 mL を加え、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定 (2.50) し、ファクターを計算する。

注意：用時調製する。

0.02 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液

1000 mL 中硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物

[$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 392.14] 7.843 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液に薄めた硫酸 (3 → 100) を加えて正確に 5 倍容量とする。

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (III) 液

1000 mL 中硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物

[$\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$: 482.19] 48.22 g を含む。

調製 硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物 49 g を硫酸 6 mL 及び水 300 mL の混液を冷却した液に溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸アンモニウム鉄 (III) 液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り、塩酸 5 mL を加えて振り混ぜ、ヨウ化カリウム 2 g を加えて溶かし、密栓して 10 分間放置した後、水 50 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.1 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 を見よ。

0.02 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液

0.02 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 を見よ。

0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 を見よ。

0.01 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.01 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 を見よ。

0.1 mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム液

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (III) 液 を見よ。

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液

1000 mL 中硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 [$\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 632.55] 63.26 g を含む。

調製 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 64 g を 0.5 mol/L 硫酸に溶かし、1000 mL とし、24 時間放置した後、必要ならばガラスろ過器 (G3 又は G4) を用いてろ過

し、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り、水 20 mL 及び希硫酸 20 mL を加え、次にヨウ化カリウム 1 g を加えて溶かし、直ちに 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.01 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液

1000 mL 中硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 $[\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} : 632.55]$ 6.326 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液に 0.5 mol/L 硫酸を加えて正確に 10 倍容量とする。

9.22 標準液

標準液は日本薬局方における試験において、試験の比較の基礎として用いる液である。

亜鉛標準原液 亜鉛 (標準試薬) 1.000 g を正確に量り、水 100 mL 及び塩酸 5 mL を加えて徐々に加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 1000 mL とする。

亜鉛標準液 亜鉛標準原液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL は亜鉛 (Zn) 0.025 mg を含む。

亜鉛標準液、原子吸光度用 輸液用ゴム栓試験法 (7.03) を見よ。

アルミニウム標準原液 アルミニウム 1.0 g をとり、薄めた塩酸 (1 → 2) 60 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、水を加えて 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 30 mL 及び pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、アンモニア試液を滴加して、pH を約 3 とする。更に、Cu-PAN 試液 0.5 mL を加え、煮沸しながら 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり、1 分間以上持続したときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
= 0.2698 mg Al

アンモニウム標準液 塩化アンモニウム 2.97 g を正確に量り、アンモニウム試験用精製水に溶かし正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、これにアンモニウム試験用精製水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はアンモニウム (NH₄) 0.01 mg を含む。

塩化ビニル標準液 200 mL のメスフラスコに約 190 mL のガスクロマトグラフィー用エタノールを入れ、シリコーンゴム栓をする。このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴で冷却しながら、あらかじめ液化した塩化ビニル 0.20 g

をシリコーンゴム栓を通して注入し、更にあらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用エタノールをシリコーンゴム栓を通して注入し 200 mL とする。次にその 1 mL を正確にとり、これにあらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用エタノールを加えて正確に 200 mL とし、その 1 mL を正確にとり、これにあらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。この液は密封容器に入れ、-20℃ 以下で保存する。

カドミウム標準原液 カドミウム地金 1.000 g を正確に量り、希硝酸 100 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、希硝酸を加えて正確に 1000 mL とする。

カドミウム標準液 カドミウム標準原液 10 mL を正確に量り、薄めた希硝酸 (1 → 3) を加えて正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、薄めた希硝酸 (1 → 3) を加えて正確に 100 mL とする。用時製する。この液 1 mL はカドミウム (Cd) 0.001 mg を含む。

カリウム標準原液 塩化カリウムを 130℃ で 2 時間乾燥し、その 9.534 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はカリウム (K) 5.00 mg を含む。

カルシウム標準液 炭酸カルシウム 0.250 g を正確に量り、希塩酸 5 mL 及び水 25 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はカルシウム (Ca) 0.1 mg を含む。

カルシウム標準液、原子吸光度用 炭酸カルシウム 0.250 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL はカルシウム (Ca) 1.00 mg を含む。

金標準原液 テトラクロロ金 (III) 四水和物 0.209 g を正確に量り、王水 2 mL に溶かし、水浴上で 10 分間加熱した後、1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL は金 (Au) 1.00 mg を含む。

銀標準原液 硝酸銀 1.575 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は銀 (Ag) 1.00 mg を含む。

金標準液、原子吸光度用 金標準原液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL は金 (Au) 0.025 mg を含む。

銀標準液、原子吸光度用 銀標準原液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL は銀 (Ag) 0.01 mg を含む。

原子吸光度用亜鉛標準液 輸液用ゴム栓試験法 (7.03) を見よ。

原子吸光度用カルシウム標準液 カルシウム標準液、原子吸光度用を見よ。

原子吸光度用金標準液 金標準液、原子吸光度用を見よ。

原子吸光度用銀標準液 銀標準液、原子吸光度用を見よ。

シアン標準原液 シアン化カリウム 2.5 g を水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 100 mL を正確に量り、4-ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液 0.5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が赤色を呈するときとする。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.204 mg CN

シアン標準液 シアン (CN) 10 mg に相当するシアン標準原液を正確に量り、水酸化ナトリウム試液 100 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL はシアン (CN) 0.01 mg を含む。

シュウ酸塩 pH 標準液 pH 測定法 (2.54) を見よ。

硝酸標準液 硝酸カリウム 0.0722 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は窒素 (N) 0.01 mg を含む。

水銀標準液 塩化水銀 (II) をデシケーター (シリカゲル) で 6 時間乾燥し、その 0.0135 g を正確に量り、希硝酸 10 mL 及び水を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、希硝酸 10 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は水銀 (Hg) 0.1 μ g を含む。用時製する。

水酸化カルシウム pH 標準液 pH 測定法 (2.54) を見よ。

スズ標準液 スズ 0.250 g を正確に量り、硫酸 10 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、この液を薄めた塩酸 (1 → 5) 400 mL を用いて 500 mL のメスフラスコに移し、薄めた塩酸 (1 → 5) を加えて 500 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、薄めた塩酸 (1 → 5) を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL はスズ (Sn) 0.005 mg を含む。

セレン標準原液 二酸化セレン 1.405 g を正確に量り、0.1 mol/L 硝酸に溶かし、正確に 1000 mL とする。

セレン標準液 セレン標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL はセレン (Se) 1.0 μ g を含む。

炭酸塩 pH 標準液 pH 測定法 (2.54) を見よ。

鉄標準液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物 86.3 mg を正確に量り、水 100 mL に溶かし、希塩酸 5 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は鉄 (Fe) 0.01 mg を含む。

銅標準原液 銅 (標準試薬) 1.000 g を正確に量り、希硝酸 100 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、水を加えて正確に 1000 mL とする。

銅標準液 銅標準原液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL は銅 (Cu) 0.01 mg を含む。

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液 ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 1.000 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}]$ 0.01 mg を含む。

ナトリウム標準原液 塩化ナトリウム (標準試薬) を 130 °C で 2 時間乾燥し、その 2.542 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はナトリウム (Na) 1.00 mg を含む。

鉛標準原液 硝酸鉛 (II) 159.8 mg を正確に量り、希硝酸 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液の調製及び保存には可溶性鉛塩を含まないガラス容器を用いる。

鉛標準液 鉛標準原液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。用時製する。この液 1 mL は鉛 (Pb)

0.01 mg を含む。

ニッケル標準液 硫酸ニッケル (II) アンモニウム六水和物 6.73 g を正確に量り、水に溶かし、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 1000 mL とする。この液 1 mL はニッケル (Ni) 0.005 mg を含む。

粘度計校正用標準液 [日本工業規格、粘度計校正用標準液 (Z 8809)]

pH 標準液、シュウ酸塩 pH 測定法 (2.54) を見よ。

pH 標準液、水酸化カルシウム pH 測定法 (2.54) を見よ。

pH 標準液、炭酸塩 pH 測定法 (2.54) を見よ。

pH 標準液、フタル酸塩 pH 測定法 (2.54) を見よ。

pH 標準液、ホウ酸塩 pH 測定法 (2.54) を見よ。

pH 標準液、リン酸塩 pH 測定法 (2.54) を見よ。

ヒ素標準原液 ヒ素試験法 (1.11) を見よ。

ヒ素標準液 ヒ素試験法 (1.11) を見よ。

フタル酸塩 pH 標準液 pH 測定法 (2.54) を見よ。

フッ素標準液 酸素フラスコ燃焼法 (1.06) を見よ。

ホウ酸塩 pH 標準液 pH 測定法 (2.54) を見よ。

ホウ素標準液 ホウ酸をデシケーター (シリカゲル) で恒量になるまで乾燥し、その 0.286 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて 1000 mL とする。この液 1 mL はホウ素 (B) 0.5 μ g を含む。

水・メタノール標準液 水分測定法 (2.48) を見よ。

メタノール標準液 メタノール試験法 (1.12) を見よ。

リン酸塩 pH 標準液 pH 測定法 (2.54) を見よ。

リン酸標準液 リン酸二水素カリウムをデシケーター (シリカゲル) で恒量になるまで乾燥し、その 0.358 g を正確に量り、薄めた硫酸 (3 → 10) 10 mL 及び水を加えて溶かし正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL はリン酸 (PO₄ として) 0.025 mg を含む。

9.23 色の比較液

色の比較液は日本薬局方における試験において、色の比較の対照に用いるものである。

色の比較液は、次の比較原液から製する。比較原液は、次の方法によって製し、共栓瓶に保存する。色の比較液を用いて液の色を比較するには、別に規定するもののほか、ネスラー管に入れ、白色の背景を用いて側方から観察する。

塩化コバルトの色の比較原液 塩化コバルト (II) の色の比較原液 を見よ。

塩化コバルト (II) の色の比較原液 塩化コバルト (II) 六水和物 65 g に塩酸 25 mL 及び水を加えて溶かし、1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 250 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 75 mL 及びムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 0.05 g を加え、更に液の赤紫色がだいたい黄色に変わるまで薄めたアンモニア水 (28) (1 → 10) を滴加し、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただ

表 9.23-1 色の比較液

色の比較液の記号	塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液 (mL)	塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液 (mL)	硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液 (mL)	水 (mL)
A	0.1	0.4	0.1	4.4
B	0.3	0.9	0.3	3.5
C	0.1	0.6	0.1	4.2
D	0.3	0.6	0.4	3.7
E	0.4	1.2	0.3	3.1
F	0.3	1.2	-	3.5
G	0.5	1.2	0.2	3.1
H	0.2	1.5	-	3.3
I	0.4	2.2	0.1	2.3
J	0.4	3.5	0.1	1.0
K	0.5	4.5	-	-
L	0.8	3.8	0.1	0.3
M	0.1	2.0	0.1	2.8
N	-	4.9	0.1	-
O	0.1	4.8	0.1	-
P	0.2	0.4	0.1	4.3
Q	0.2	0.3	0.1	4.4
R	0.3	0.4	0.2	4.1
S	0.2	0.1	-	4.7
T	0.5	0.5	0.4	3.6

し、滴定の終点近くで薄めたアンモニア水 (28) (1 → 10) 0.2 mL を加え、滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.379 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

滴定によって得た数値から、1 mL 中に塩化コバルト(Ⅱ)六水和物 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 237.93) 59.5 mg を含むように、薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて比較原液とする。

硫酸銅の色の比較原液 硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液 を見よ。

硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液 硫酸銅(Ⅱ)五水和物 65 g に塩酸 25 mL 及び水を加えて溶かし、1000 mL とする。

この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 250 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 75 mL、塩化アンモニウム溶液 (3 → 50) 10 mL、薄めたアンモニア水 (28) (1 → 10) 2 mL 及びムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 0.05 g を加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の緑色が紫色に変わるときとする。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.497 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

滴定によって得た数値から、1 mL 中に硫酸銅(Ⅱ)五水和物 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 249.69) 62.4 mg を含むように、薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて比較原液とする。

塩化第二鉄の色の比較原液 塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液 を見よ。

塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液 塩化鉄(Ⅲ)六水和物 55 g に塩酸 25 mL 及び水を加えて溶かし、1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 15 mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、密栓し、暗所で 15 分間放置した後、水 100 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 27.03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

滴定によって得た数値から、1 mL 中に塩化鉄(Ⅲ)六水和物 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 270.30) 45.0 mg を含むように、薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて比較原液とする。

色の比較液 表 9.23-1 に示すそれぞれの色の比較原液及び水の一定量を 0.1 mL 以下の目盛りのあるビュレット又はピペットを用いて正確に量り、混和して製する。

試薬・試液等

9.41 試薬・試液

試薬は日本薬局方における試験に用いるものである。日本薬局方において容量分析用標準試薬、特級、1 級、水分測定用などと記載したもの又は単に試薬名を記載したものは、それぞれ日本工業規格試薬の容量分析用標準物質、特級、1 級、水分測定用などの規格に適合するもので、試験法は日本工業規格試薬の試験法に従う。日本薬局方の試薬名が日本工業規格と相違する場合は、これを併記する。医薬品各条に記載したものは、医薬品各条の規格に適合するものである。単に試験法を記載してある試薬については、日本薬局方の試験法を準用する。

試液は日本薬局方における試験に用いるために調製した液である。

アウリントリカルボン酸アンモニウム アルミノン を見よ。

亜鉛 Zn [K 8012, 特級]

亜鉛, ヒ素分析用 Zn [K 8012, ひ素分析用] 粒径約 800 μm のものを用いる。

亜鉛 (標準試薬) Zn [K 8005, 容量分析用標準物質]

亜鉛, 無ヒ素 亜鉛, ヒ素分析用 を見よ。

亜鉛粉末 Zn [K 8013, 特級]

亜鉛末 亜鉛粉末 を見よ。

アクリノール $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [医薬品各条, 「アクリノール水和物」]

アクリルアミド $\text{CH}_2\text{CHCONH}_2$ 微黄色の結晶性粉末である。

融点 83 ~ 86 °C

含量 97.0 % 以上。

アコニチン, 純度試験用 $\text{C}_{34}\text{H}_{47}\text{NO}_{11}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリル又はエタノール (99.5) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点: 約 185 °C (分解)。

確認試験 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測定するとき、波数 3500 cm^{-1} , 1718 cm^{-1} , 1278 cm^{-1} , 1111 cm^{-1} , 1097 cm^{-1} 及び 717 cm^{-1} 付

近に吸収を認める。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (230 nm) : 211 ~ 243 (5 mg, エタノール (99.5), 200 mL)。ただし, デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40 °C) で 12 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

- (1) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを, 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。
- (2) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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, 溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のアコニチン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のアコニチンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する。

移動相: ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (9:1)

流量: アコニチンの保持時間が約 26 分になるように調整する。

面積測定範囲: アコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り, アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL から得たアコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μL から得たアコニチンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能: 純度試験用アコニチン, 純度試験用ヒバコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 1 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 8 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす。この液 10 μL につき, 上記の条件で操作するとき, メサコニチン, ヒバコニチン, アコニチン, ジェサコニチンの順に溶出し, それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, アコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

水分 (2.48) 1.0 % 以下 (5 mg, 電量滴定法)。ただし, デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40 °C) で 12 時間以上乾燥したもの。

亜酸化窒素 N_2O 無色の気体で, においはない。耐圧金属製密封容器に入れたものを用いる。

亜ジチオン酸ナトリウム $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ [K 8737, 特級]

アジピン酸 $\text{C}_6\text{H}_8(\text{COOH})_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, エタノール (95) に溶けやすく, 水にやや溶けにくい。

融点 (2.60) 151 ~ 154 °C

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 1 g を精密に量り, 水 100 mL を加え, 加温して溶かし, 冷後, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 73.07 mg $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4$

アジマリン, 定量用 $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_2$ [医薬品各条, 「アジマリン」ただし, 乾燥したものを定量するとき, アジマリン ($\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_2$) 99.0 % 以上を含むもの]

亜硝酸カリウム KNO_2 [K 8017, 特級]

亜硝酸ナトリウム NaNO_2 [K 8019, 特級]

亜硝酸ナトリウム試液 亜硝酸ナトリウム 10 g を水に溶かし, 100 mL とする。用時製する。

アスコルビン酸 L-アスコルビン酸 を見よ。

L-アスコルビン酸 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ [K 9502, L(+)-アスコルビン酸, 特級]

アスコルビン酸, 鉄試験用 L-アスコルビン酸 を見よ。

アスコルビン酸・塩酸試液, 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液, 0.012 g/dL を見よ。

アスコルビン酸・塩酸試液, 0.02 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液, 0.02 g/dL を見よ。

アスコルビン酸・塩酸試液, 0.05 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液, 0.05 g/dL を見よ。

L-アスコルビン酸・塩酸試液, 0.012 g/dL L-アスコルビン酸 0.015 g をメタノール 25 mL に溶かし, 塩酸 100 mL を注意して加え, 混和する。用時製する。

L-アスコルビン酸・塩酸試液, 0.02 g/dL L-アスコルビン酸 0.025 g をメタノール 25 mL に溶かし, 塩酸 100 mL を注意して加え, 混和する。用時製する。

L-アスコルビン酸・塩酸試液, 0.05 g/dL L-アスコルビン酸 0.05 g をメタノール 30 mL に溶かし, 注意して塩酸を加えて 100 mL とする。用時製する。

アストラガロシドIV, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{41}\text{H}_{68}\text{O}_{14}$ 白色の粉末である。メタノールにやや溶けにくく, エタノール (99.5) に極めて溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +19 ~ +26° (10 mg, メタノール, 2 mL, 50 mm)。ただし, シリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 5 μL につき, 「補中益気湯エキス」の確認試験 (4) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

アスパラギン酸 L-アスパラギン酸 を見よ。

DL-アスパラギン酸 $\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$ 白色の結晶性の粉末で, 水にやや溶けにくい, 融点: 270 ~ 271 °C

L-アスパラギン酸 $\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$ [K 9045, 特級]

アスピリン $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$ [医薬品各条]

アセタール $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_2$ 無色澄明で, 揮発性の液である。本品

は水又はエタノール (95) と混和する。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 約 1.382

比重 (2.56) d_4^{20} : 約 0.824

沸点 (2.57) 約 103 °C

アセチルアセトン $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$ [K 8027, 特級]

アセチルアセトン試液 酢酸アンモニウム 150 g を適量の水に溶かし、酢酸 (100) 3 mL 及びアセチルアセトン 2 mL を加え、更に水を加えて 1000 mL とする。用時製する。

アセチレン 溶解アセチレン を見よ。

p-アセトアニジド $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$ 白色～帯紫白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがある。アセトニトリル又はエタノール (95) に溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

融点 (2.60) 126 ~ 132 °C

含量 98.0 % 以上。定量法 本品 0.1 g をエタノール (95) 5 mL に溶かす。この液 2 μL につき、ガスクロマトグラフィー (2.02) により次の条件で試験を行う。得られたガスクロマトグラムにつき、自動積分法により、それぞれの成分のピーク面積を測定する。

$$\text{含量} = \frac{p\text{-アセトアニジドのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}} \times 100$$

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エステルを酸処理及びシラン処理した 177 ~ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 % の割合で破覆したものを充てんする。

カラム温度：210 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：毎分 30 ~ 50 mL の間の一定量で p-アセトアニジドの保持時間が 11 ~ 14 分になるように調整する。

測定範囲：溶媒ピークの流出した後、p-アセトアニジドの保持時間の 3 倍まで測定する。

アセトアニリド $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 114 ~ 117 °C

2-アセトアミドグルタルイミド $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_3$: 170.17

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3350 cm^{-1} , 1707 cm^{-1} , 1639 cm^{-1} 及び 1545 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 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 20 μL ずつを正確にとり、「アセグルタミドアルミニウム」の純度試験 (3) を準用して試験を行うとき、2-アセトアミドグルタルイミド以外のピーク面積の合計は標準溶液のピーク面積より大きくない。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 20 mg を精密に量り、窒素定量法 (1.08) により試験を行う。

0.01 mol/L 硫酸 1 mL = 0.8509 mg $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_3$

アセトアニフェン $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$ [医薬品各条]

アセトアルデヒド CH_3CHO [K 8030, 1 級]

アセトアルデヒド, ガスクロマトグラフィー用 $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$ 無色澄明で、可燃性の液である。本品は水又はエタノール (95) と混和する。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 約 1.332

比重 (2.56) d_4^{20} : 約 0.788

沸点 (2.57) 約 21 °C

アセトアルデヒド, 定量用 CH_3CHO アセトアルデヒド 100 mL を減圧蒸留し、初めの留液 20 mL を除き、次の留液をとり、用いる。用時製する。

アセトニトリル CH_3CN [K 8032, 特級]

アセトニトリル, 液体クロマトグラフィー用 CH_3CN 無色澄明の液で水と混和する。

純度試験 紫外吸収物質 本品につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 200 nm で 0.07 以下、210 nm で 0.046 以下、220 nm で 0.027 以下、230 nm で 0.014 以下及び 240 nm で 0.009 以下である。

アセトリゾン酸 $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{NO}_3$ 白色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 0.06 g をメグルミン溶液 (3 → 1000) に溶かし、100 mL とする。この液 10 mL をとり、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。この液 5 μL につき、「アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液」の定量法を準用し、試験を行うとき、主ピーク以外にピークを認めない。

アセトン CH_3COCH_3 [K 8034, 特級]

アセトン, 生薬純度試験用 [K 8034, 特級] ただし、アセトン 300.0 mL を量り、減圧、40 °C 以下で濃縮し、アセトンを加えて正確に 1 mL とし、試料溶液とする。別に γ -BHC 2.0 mg を生薬純度試験用ヘキサソールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサソールを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサソールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 1 μL ずつを正確にとり、次の操作条件でガスクロマトグラフィー (2.02) 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、試料溶液の溶媒以外のピークの合計面積は、標準溶液 (1) の γ -BHC のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は、生薬試験法 (5.01) の純度試験 (2) の試験条件を準用する。

検出感度：標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサソールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 1 μL から得た γ -BHC のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液 (1) 1 μL から得た γ -BHC のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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 γ -BHC の保持時間の約 3 倍の範囲

アセトン, 非水滴定用 アセトンに過マンガン酸カリウムを少量ずつ加えて振り混ぜ、2 ~ 3 日放置して紫色が消えなく

なった後に蒸留する。留液に新たに焼いた炭酸カリウムを加えて脱水し、分留管を付け、湿気を避けて蒸留し、56°C の留分を集める。

アセナフテン $C_{12}H_{10}$ 白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異な芳香がある。クロロホルム又はジエチルエーテルに溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) のペースト法により測定するとき、波数 1605 cm^{-1} 、 840 cm^{-1} 、 785 cm^{-1} 及び 750 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 (2.60) 93 ~ 96°C

純度試験 本品 0.10 g をクロロホルム 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりアセナフテンの量を求めるとき、98.0 % 以上である。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：210°C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：アセナフテンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

検出感度：試料溶液 1.0 mL にクロロホルムを加えて 100 mL とした液 2 μL から得たアセナフテンのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % 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アセナフテンの保持時間の約 3 倍の範囲

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

亜セレン酸 H_2SeO_3 [K 8035, 特級]

亜セレン酸ナトリウム Na_2SeO_3 [K 8036, 特級]

亜セレン酸・硫酸試液 亜セレン酸 0.05 g を硫酸 10 mL に溶かす。

亜テルル酸カリウム K_2TeO_3 本品は二酸化テルルと炭酸カリウムの当量混合物を二酸化炭素気流中で融解して得られる白色の粉末又は小塊である。本品は水にやや溶けやすい。

含量 90.0 % 以上。定量法 本品約 1.0 g を精密に量り、水 100 mL に溶かした後、薄めた酢酸 (31) (1 → 3) 5 mL を加えて煮沸する。冷後、ろつば形ガラスろ過器 (1 G4) [$105 \pm 2^\circ\text{C}$ で 1 時間乾燥し、恒量としたもの (b (g))] で吸引ろ過する。ろ過後、水で洗浄し、ガラスろ過器を 110°C で 3 時間乾燥後、質量 a (g) を量る。

亜テルル酸カリウム (K_2TeO_3) の量 (%)

$$= \frac{(a - b) \times 1.5902}{S} \times 100$$

S：本品の秤取量 (g)

アトラクチレノリドⅢ、薄層クロマトグラフィー用 $C_{15}H_{20}O_3$

白色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノールに極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。融点：193 ~ 196°C

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 217 ~ 221 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 10 mL に溶かした液 2 μL につき、「加味逍遙散エキス」の確認試験 (3) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

p-アニスアルデヒド 4-メトキシベンズアルデヒド を見よ。

p-アニスアルデヒド・酢酸試液 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液 を見よ。

p-アニスアルデヒド・硫酸試液 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液 を見よ。

アニソール C_6H_5O [K 8041, 特級]

アニリン $C_6H_5NH_2$ [K 8042, 特級]

アプロチニン 健康なウシの肺又は耳下腺から抽出して得たアプロチニンを含む無色澄明の液で、pH は 5.0 ~ 7.0 である。

含量 1 mL 中アプロチニン 15000 ~ 25000 KIE 単位を含む。

定量法 (i) トリプシン溶液 結晶トリプシンの表示された FIP 単位に従いトリプシン約 250 FIP 単位に対応する量を量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。用時調製し、水冷保存する。

(ii) 試料溶液 本品の適量を量り、pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加え、その 1 mL 中に 800 KIE 単位を含むように薄め、試料溶液とする。

(iii) 装置 反応容器は内径 20 mm、高さ 50 mm のガラス製瓶で、pH 測定用のガラス/銀-塩化銀電極、窒素導入管及び排気口を取り付けたゴム栓をする。反応容器を恒温槽に固定する。恒温槽は精密な温度調節器を用い、浴温を $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ に保つ。

(iv) 操作法 N - α -ベンゾイル-L-アルギニンエチル試液 5.0 mL に pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 45.0 mL を加えて基質溶液とする。次にトリプシン溶液 1 mL を正確に量り、pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、試験溶液 I とする。基質溶液 10.0 mL をとり、反応容器に入れ、窒素を通じてかき混ぜながら、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加して液の pH を 8.00 に調整し、あらかじめ試験温度で 10 分間放置した試験溶液 I を正確に 1 mL 加え、直ちにかき混ぜながら反応液の pH を 8.00 に保つように 50 μL のマイクロピペット (最小目盛 1 μL) を用い、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を少量ずつ滴加し、pH が 8.00 に達したときの 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量及びその反応時間を求める。この操作は 6 分まで行う。別にトリプシン溶液 2 mL 及び試料溶液 1 mL をそれぞれ正確に量り、pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、試験溶液 II とする。基質溶液 10.0 mL をとり、反応容器に入れ、窒素を通じてかき混ぜながら、液の pH を 8.00 に調整し、あらかじめ試験温度で 10 分間放置した試験溶液 II を正確に 1 mL 加え、以

下同様の操作を行う。また、別に基質溶液 10.0 mL をとり、反応容器に入れ、窒素を通じてかき混ぜながら、液の pH を 8.00 に調整し、あらかじめ試験温度で 10 分間放置した pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 1.0 mL を加え、以下同様の操作で空試験を行う。

(v) 計算法 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (μL) を反応時間 (分) に対しプロットし、直線となる反応時間 t_1 及び t_2 を選び、これに対応する 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を v_1 及び v_2 とし、それぞれの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数を M とする。

$$M (\mu\text{mol NaOH/分}) = \frac{v_2 - v_1}{t_2 - t_1} \times \frac{1}{10} \times f$$

f : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

本品 1 mL 中の KIE 単位数

$$= \frac{2(M_A - M_0) - (M_B - M_0)}{L} \times n \times 32.5$$

L : 試験溶液 II に加えた試料溶液の量 (mL)

n : 本品の希釈係数

M_A : 試験溶液 I を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

M_B : 試験溶液 II を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

M_0 : 空試験溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

32.5: FIP 単位から KIE 単位への換算係数

ただし、1 KIE 単位とは pH 8、室温、2 時間でカリジノゲナーゼ 2 単位の効力を半減させるアプロチニン量とする。

貯法 遮光した密封容器に入れ、冷所に保存する。

アプロチニン試液 アプロチニンの適量を量り、pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、その 1 mL 中に 50 KIE 単位を含む溶液を調製する。

α -アポオキシテトラサイクリン $\text{C}_{22}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_8$ 黄褐色～緑色の粉末である。

融点 (2.60) 200 ~ 205 °C

β -アポオキシテトラサイクリン $\text{C}_{22}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_8$ 黄褐色～褐色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 8 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20 μL につき、「オキシテトラサイクリン塩酸塩」の純度試験 (2) を準用し、試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、 β -アポオキシテトラサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である。

アミグダリン、薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NO}_{11}$ 白色の粉末で、においはない。水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

純度試験 類縁物質 本品 20 mg をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、「キョウニン」の確認試験を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

アミドトリゾ酸、定量用 $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_4$ [医薬品各条、「アミドトリゾ酸」ただし、定量するとき、換算した乾燥物に対し、アミドトリゾ酸 ($\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_4$) 99.0 % 以上を含むもの]
アミド硫酸 (標準試薬) HOSO_2NH_2 [K 8005, 容量分析用標準物質]

アミド硫酸アンモニウム $\text{NH}_4\text{OSO}_2\text{NH}_2$ [K 8588, 特級]

アミド硫酸アンモニウム試液 アミド硫酸アンモニウム 1 g を水に溶かし、40 mL とする。

4-アミノアセトフェノン $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{COCH}_3$ 淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なにおいがある。

融点 (2.60) 105 ~ 108 °C

p -アミノアセトフェノン 4-アミノアセトフェノン を見よ。

4-アミノアセトフェノン試液 4-アミノアセトフェノン 0.100 g をメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。

p -アミノアセトフェノン試液 4-アミノアセトフェノン試液を見よ。

4-アミノ安息香酸 本品は白色～ごく微黄色の結晶性の粉末である。

溶状 本品 0.1 g をエタノール (95) 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。

p -アミノ安息香酸 4-アミノ安息香酸 を見よ。

4-アミノ安息香酸イソプロピル $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{COOCH}(\text{CH}_3)_2$ 微褐色の結晶である。

融点 (2.60) 83 ~ 86 °C

p -アミノ安息香酸イソプロピル 4-アミノ安息香酸イソプロピル を見よ。

アミノ安息香酸エチル $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$ [医薬品各条]

4-アミノアンチピリン $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}$ [K 8048, 特級]

4-アミノアンチピリン試液 4-アミノアンチピリン 0.1 g を水 30 mL に溶かし、炭酸ナトリウム十水和物溶液 (1 → 5) 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、更に水を加えて全量を 100 mL とする。用時製する。

2-アミノエタノール $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ [K 8109, 特級]

2-アミノエタンチオール塩酸塩 $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{SH} \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶又は粒状。

融点 (2.60) 65 ~ 71 °C

3-(2-アミノエチル)インドール $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2$ 黄褐色の結晶。

融点 (2.60) 約 118 °C

2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン、薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{ClNO}$ 黄色の結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 97 ~ 101 °C

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をとり、メタノールに溶かし、正確に 200 mL とした液につき、「クロルジアゼポキシド」の純度試験 (3) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない。

アミノ酸分析用無水ヒドラジン 無水ヒドラジン、アミノ酸分析用 を見よ。

1-2-アミノスベリン酸 $\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NO}_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +19.1 ~ +20.1° (乾燥後, 0.1 g,

5 mol/L 塩酸試液, 100 mm).

乾燥減量 (2.41) 0.3 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, ギ酸 6 mL を正確に加えて溶かした後, 酢酸 (100) 50 mL を正確に加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で, 滴定 (2.50) 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 = 18.92 mg $C_8H_{15}NO_4$

1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸 $C_{10}H_9NO_3S$ [K 8050, 特級]

1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 無水亜硫酸ナトリウム 5 g, 亜硫酸水素ナトリウム 94.3 g 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸 0.7 g をよく混和する. 用時この混合試薬 1.5 g を水に溶かし, 10 mL とする.

2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール

$C_4H_{11}NO_3$ [K 9704, 特級]

2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール塩酸塩 $C_4H_{11}NO_3 \cdot HCl$ 白色の結晶又は結晶性粉末.

3-アミノフェノール $H_2NC_6H_4OH$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 (2.60) 121 ~ 125 °C

含量 97.0 % 以上. 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 非水滴定用酢酸 50 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 10.91 mg $H_2NC_6H_4OH$

m-アミノフェノール 3-アミノフェノール を見よ.

2-アミノ-1-ブタノール $CH_3CH_2CH(NH_2)CH_2OH$ 無色~淡黄色澄明の液で, 水又はメタノールに混和する.

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.450 ~ 1.455

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.944 ~ 0.950

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をとり, メタノール 10 mL を正確に加えて混和した液 2 μ L につき, 「エタンブトール塩酸塩」の純度試験 (4) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない.

アミノプロピルシリル化シリカゲル, 前処理用 前処理用に製造したもの.

N-アミノヘキサメチレンイミン $(CH_2)_6NNH_2$ 無色~微黄色澄明の液体である.

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.482 ~ 1.487

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.936 ~ 0.942

4-アミノメチル安息香酸 $C_8H_9NO_2$ 白色の粉末である.

純度試験 本品 10 mg を水 100 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり, 「トラネキサム酸」の純度試験 (5) の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, 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 4-アミノメチル安息香酸以外のピークの各々の面積は標準溶液の 4-アミノメチル安息香酸のピーク面積より大きくない.

n-アミルアルコール $CH_3(CH_2)_4OH$ 無色澄明の液で, 特異なおいがある. 水にやや溶けにくい. エタノール (95) 又

はジエチルエーテルと混和する.

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.409 ~ 1.411

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.810 ~ 0.820

蒸留試験 (2.57) 135 ~ 140 °C, 95 vol% 以上.

t-アミルアルコール $(CH_3)_2C(OH)CH_2CH_3$

無色澄明の液で, 特異なおいがある. *t*-ブタノール又は 2-ブタノールと混和し, 水に溶けやすい.

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.808 ~ 0.815

純度試験 酸及びエステル 本品 20 mL にエタノール (95) 20 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 5.0 mL を加え, これに還流冷却器を付け, 水浴中で 10 分間穏やかに加熱する. 冷後, フェノールフタレイン試液 2 滴を加え, 0.1 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する. 同様の方法で空試験を行うとき, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 1.25 mL 以下である.

蒸発残留物 本品 50 mL を蒸発し, 残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき, その量は 1.6 mg 以下である.

蒸留試験 (2.57) 100 ~ 103 °C, 95 vol% 以上.

アミルアルコール, イソ 3-メチル-1-ブタノール を見よ.

アミルアルコール, 第三 *t*-アミルアルコール を見よ.

アモキシシリン $C_{16}H_{18}N_5O_5S \cdot 3H_2O$ [医薬品各条, 「アモキシシリン水和物」]

アラセプリル $C_{20}H_{26}N_2O_5S$ [医薬品各条]

アラセプリル, 定量用 $C_{20}H_{26}N_2O_5S$ [医薬品各条, 「アラセプリル」ただし, 乾燥したものを定量するとき, アラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) 99.0 % 以上を含むもの]

L-アラニン $C_3H_7NO_2$ [K 9101, 特級]

L-アラビノース $C_5H_{10}O_5$ [K 8054: 1991, *L*(+)-アラビノース, 特級]

アリザリン S アリザリンレッド S を見よ.

アリザリン S 試液 アリザリンレッド S 試液 を見よ.

アリザリンエロー GG $C_{13}H_8N_3NaO_5$ [K 8056, 特級]

アリザリンエロー GG 試液 アリザリンエロー GG 0.1 g をエタノール (95) 100 mL に溶かし, 必要ならば過する. アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 アリザリンエロー GG 試液 10 mL にチモールフタレイン試液 20 mL を混和する.

アリザリンコンプレキソン $C_{19}H_{16}NO_8$ (1,2-ジヒドロキシアントラキノ-3-イルメチルアミン-*N,N*-ジ酢酸) 黄褐色の粉末で, アンモニア試液にやや溶けやすく, 水, エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

感度 本品 0.1 g にアンモニア水 (28) 2 滴, 酢酸アンモニウム試液 2 滴及び水 20 mL を加えて溶かし, その 10 mL に pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液を加えて 100 mL とする. この液 1 滴を白色の滴板上にとり, フッ化ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 100000) 1 滴及び硝酸セリウム (III) 試液 1 滴を加えてかき混ぜ, 1 分後, 散光のもとで観察するとき, 液は青紫色を呈し, 比較液は赤紫色である. 比較液はフッ化ナトリウム溶液の代わりに水 1 滴を加え, 同様に操作したものを用いる.

アリザリンコンプレキソン試液 アリザリンコンプレキソン 0.390 g を新たに製した水酸化ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 50) 20 mL に溶かし, 水 800 mL 及び酢酸ナトリウム三水和物 0.2 g を加えて溶かした後, 1 mol/L 塩酸を加えて pH を

4 ~ 5 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

アリザリンレッド S $C_{14}H_7NaO_7S \cdot H_2O$ [K 8057, 特級]

アリザリンレッド S 試液 アリザリンレッド S 0.1 g を水に溶かし、100 mL とし、必要ならばろ過する。

アリストロキア酸 I, 生薬純度試験用 $C_{17}H_{11}NO_7$ 黄色の結晶性の粉末である。融点：約 280 °C (分解)。

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (318nm) : 384 ~ 424 (1mg, メタノール, 100 mL)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg を薄めたメタノール (3 → 4) 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたメタノール (3 → 4) 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 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ (2.01) により試験を行い、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、試料溶液のアリストロキア酸 I 以外のピークの合計面積は標準溶液のアリストロキア酸 I のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「サイシン」の純度試験 (3) の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアリストロキア酸 I の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

「サイシン」の純度試験 (3) のシステム適合性を準用する。

アリソール A, 薄層クロマトグラフィ用 $C_{30}H_{50}O_5$ 白色～微黄色の粉末である。メタノールに極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +86 ~ +106° (5 mg, メタノール, 1 mL, 50 mm)。ただし、シリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 5 μL につき、「柴茶湯エキス」の確認試験 (6) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

亜硫酸水 H_2SO_3 [K 8058, 特級]

亜硫酸水素ナトリウム [K 8059, 特級]

亜硫酸水素ナトリウム試液 亜硫酸水素ナトリウム 10 g を水に溶かし、30 mL とする。用時製する。

亜硫酸ナトリウム 亜硫酸ナトリウム七水和物 を見よ。

亜硫酸ナトリウム, 無水 Na_2SO_3 [K 8061, 亜硫酸ナトリウム, 特級]

亜硫酸ナトリウム試液, 1 mol/L 無水亜硫酸ナトリウム 1.26 g を水に溶かし、10 mL とする。

亜硫酸ナトリウム七水和物 $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$ [K 8060, 特級]

亜硫酸ビスマス・インジケータ 微生物試験用に製造したもの。

アルカリ性 1,3-ジニトロベンゼン試液 1,3-ジニトロベンゼン試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性 *m*-ジニトロベンゼン試液 1,3-ジニトロベンゼン試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性銅試液 銅試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性銅溶液 銅溶液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性 2,4,6-トリニトロフェノール試液 2,4,6-トリニトロフェノール試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性ピクリン酸試液 2,4,6-トリニトロフェノール試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性ヒドロキシルアミン試液 ヒドロキシルアミン試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性フェノールフタレイン試液 アルコール数測定法 (1.01) を見よ。

アルカリ性フェリシアン化カリウム試液 ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性ブルーテトラゾリウム試液 ブルーテトラゾリウム試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液 ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性硫酸銅試液 硫酸銅 (Ⅱ) 試液, アルカリ性 を見よ。

アルカリ銅試液 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 70.6 g, 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 40.0 g 及び無水硫酸ナトリウム 180.0 g を水 600 mL に溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) 20 mL を加える。この液にかき混ぜながら硫酸銅 (Ⅱ) 五水和物溶液 (2 → 25) 100 mL 及び 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 33.3 mL を加え、更に水を加えて 1000 mL とする。

L-アルギニン $C_6H_{14}N_4O_2$ 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る。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +26.9 ~ +27.9° (乾燥後, 4 g, 6 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 200 mm)。

乾燥減量 (2.41) 0.50 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

含量 98.0 ~ 102.0 %。定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 10 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄褐色が黄色を経て緑色になるときとする。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 = 8.710 mg $C_6H_{14}N_4O_2$

アルキレングリコールフタル酸エステル, ガスクロマトグラフィ用 ガスクロマトグラフィ用に製造したもの。

アルコール数測定用エタノール アルコール数測定法 (1.01) を見よ。

アルセナゾⅢ $C_{22}H_{18}As_2N_4O_{14}S_2$ [K 9524]

アルセナゾⅢ試液 アルセナゾⅢ 0.1 g を水に溶かし、50 mL とする。

アルデヒドデヒドロゲナーゼ 本品 1 mg は酵素活性 2 単位以上を含む。白色粉末である。

定量法 本品約 20 mg を精密に量り、水 1 mL に溶かし、氷冷したウシ血清アルブミン溶液 (1 → 100) を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。吸光度測定用セルに pH 9.0 のピロリン酸塩緩衝液 2.50 mL, β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (β -NAD) 0.0200 g を水に溶かして正確に 1 mL とした液 0.20 mL, ピラゾール溶液 (17 → 2500) 0.10 mL 及び試料溶液 0.10 mL を入れ、かき混ぜた後、密栓して 25 ± 1 °C で 2 分間放置する。この液にアセトアルデヒド溶液 (3 → 1000) 0.01 mL を加えて

かき混ぜた後、密栓し、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により波長 340 nm における吸光度を 30 秒ごとに測定し、時間と吸光度の関係が直線を示す部分より 1 分間当たりの吸光度の変化 (ΔA) を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間に 1 μmol のアセトアルデヒドを酸化させる酵素量を 1 単位とする。

本品中の酵素活性の単位 (単位/mg)

$$= \frac{2.91 \times \Delta A \times 200}{6.3 \times W \times 0.10 \times 1000}$$

W: 試料の採取量 (g)

アルデヒドデヒドロゲナーゼ試液 アルデヒドデヒドロゲナーゼ 70 単位に相当する量を水 10 mL に溶かす。用時製する。

RPMI-1640 粉末培地 1 L 当たり塩化ナトリウム 6 g, 塩化カリウム 400 mg, 無水リン酸二水素ナトリウム 800 mg, 硝酸カルシウム 100 mg, 硫酸マグネシウム 49 mg, デキストロース 2 g, L-アルギニン 200 mg, グルタチオン 1 mg, L-イソロイシン 50 mg, L-フェニルアラニン 15 mg, L-トリプトファン 5 mg, ビオチン 0.2 mg, ニコチンアミド 1 mg, 塩酸チアミン 1 mg, L-グルタミン 300 mg, L-アスパラギン 56.8 mg, グリシン 10 mg, L-ロイシン 50 mg, L-プロリン 20 mg, L-チロシン 20 mg, D-パントテン酸カルシウム 0.25 mg, シアノコバラミン 5 μg , アミノ安息香酸 1 mg, L-アスパラギン酸 20 mg, L-ヒスチジン 15 mg, L-リジン塩酸塩 40 mg, L-セリン 30 mg, L-バリン 20 mg, 葉酸 1 mg, 塩酸ピリドキシン 1 mg, L-グルタミン酸 20 mg, L-ヒドロキシプロリン 20 mg, L-メチオニン 15 mg, L-スレオニン 20 mg, 塩化コリン 3 mg, *i*-イノシトール 35 mg, リボフラビン 0.2 mg, L-シスチン 59 mg, フェノールレッド 5 mg を含有する細胞培養用培地。

アルビフロリン $\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_{11} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 無色の粉末で、においはない。水又はメタノールに溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

純度試験 本品 1 mg を量り、薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 10 μL につき、「シャクヤク」の定量法を準用し、液体クロマトグラフィー (2.01) によりペオニフロリンの保持時間の 2 倍まで試験を行う。試料溶液のアルビフロリン以外のピークの合計面積は、溶媒ピークの面積を除いた全ピークの 1/10 より大きくない。

アルブチン、成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用アルブチン。ただし、次の試験に適合するもの。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (280 nm): 70 ~ 76 (4 mg, 水, 100 mL)。ただし、デシケーター (減圧, シリカゲル) で 12 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 40 mg を水 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、試料溶液のアルブチン以外のピークの合計面積は標準溶

液 (1) のアルブチンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は、「ウワウルシ」の成分含量測定法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 10 μL から得たアルブチンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液 (1) 10 μL から得たアルブチンのピーク高さがフルスケールの約 20 % 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アルブチンの保持時間の約 3 倍の範囲

アルブチン、薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_7 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、酢酸エチル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

融点 (2.60) 199 ~ 201 $^{\circ}\text{C}$

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、エタノール (95)/水混液 (7:3) 1 mL を正確に加えて溶かした液 20 μL につき、「ウワウルシ」の確認試験 (2) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

アルブミン試液 新鮮なニワトリの卵 1 個から注意して卵白を分取し、水 100 mL を加え、よく振り混ぜて卵白が水と混和した後、ろ過する。用時製する。

アルミニウム Al [K 8069, 特級]

アルミノン $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_9$ [K 8011, 特級]

アルミノン試液 アルミノン 0.1 g を水に溶かし、100 mL とする。24 時間放置した後、用いる。

安息香酸 $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ [K 8073, 特級]

安息香酸イソアミル $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_2$

比重 (2.56) d_4^{15} : 0.993

沸点 (2.57) 260 ~ 262 $^{\circ}\text{C}$

安息香酸イソプロピル $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOCH}(\text{CH}_3)_2$ 無色澄明の液で、特異なにおいがある。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.490 ~ 1.498

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.008 ~ 1.016

安息香酸エチル $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOC}_2\text{H}_5$ 無色澄明の液体である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.502 ~ 1.507

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.045 ~ 1.053

安息香酸コレステロール $\text{C}_{34}\text{H}_{50}\text{O}_2$ 白色の結晶性の粉末である。融点 145 ~ 152 $^{\circ}\text{C}$

安息香酸ナトリウム $\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_2$ [医薬品各条]

安息香酸フェニル $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOC}_6\text{H}_5$ 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る。

融点 (2.60) 68 ~ 70 $^{\circ}\text{C}$

純度試験 溶状 本品 1.0 g をメタノール 20 mL に溶かすとき、液は澄明である。

安息香酸プロピル $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOC}_3\text{H}_7$ 無色澄明の液で、特異なにおいがある。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.498 ~ 1.503

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.022 ~ 1.027

安息香酸ベンジル $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOCH}_2\text{C}_6\text{H}_5$ [K 8079, 特級]

安息香酸メチル $C_9H_8COOCH_3$ 無色澄明の液体である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.515 ~ 1.520

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.087 ~ 1.095

純度試験 本品 0.1 mL を「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法の移動相に溶かし、50 mL とする。この液 10 μ L につき、「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法の操作条件に従い、液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について、各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により安息香酸メチルの量を求めるとき、99.0 % 以上である。

安息香酸メチル、エストリオール試験用 $C_9H_8COOCH_3$ 本品は無色澄明の液で、特異なにおいがある。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.515 ~ 1.520

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.087 ~ 1.095

酸価 (1.13) 0.5 以下。

アンチトロピンⅢ 白色の粉末である。

水分 (2.48) 5 % 以下。

含量 表示量の 80 ~ 130 %

アンチトロピンⅢ試液 アンチトロピンⅢ 10 単位を水 10 mL に溶かす。

アンチピリン $C_{11}H_{12}N_2O$ [医薬品各条]

アントロン $C_{14}H_{10}O$ [K 8082, 特級]

アントロン試液 アントロン 35 mg を硫酸 100 mL に溶かす。用時製する。

アンミントリクロロ白金酸アンモニウム、液体クロマトグラフィー用 $Cl_3H_7N_2Pt$ シスプラチン 20 g に 6 mol/L 塩酸試液 600 mL を加え、還流冷却器をつけ、水浴上で 4 ~ 6 時間かき混ぜながら加熱する。冷後、溶媒を留去し、だいたい色の残留物を室温で減圧乾燥する。このだいたい色の残留物にメタノール 300 mL を加え、約 50 °C に加温し、不溶性の黄色の残留物をろ過して除き、ろ液を得る。黄色の残留物をメタノール 10 mL で洗い、ろ液と洗液を合わせ、約 50 °C に加温し、酢酸エチル 100 mL をかき混ぜながらゆっくりと加える。この液を遮光し、室温まで冷却した後、約 -10 °C で 1 時間放置する。析出した結晶をろ過して除き、結晶をアセトン 100 mL で洗い、ろ液と洗液を合わせ、蒸発乾固し、だいたい色の結晶を得る。必要ならば、上記の精製の操作を繰り返し行い、不溶性の結晶を取り除く。だいたい色の結晶にアセトン/メタノール混液 (5:1) 300 ~ 500 mL を加え、約 50 °C で加熱してかき混ぜ、不溶性の結晶を熱時ろ過して除く。この結晶をアセトン/メタノール混液 (5:1) で洗い、洗液を先のろ液に合わせる。この操作を何度か繰り返した後、溶媒を留去する。得られた結晶をアセトン 50 mL に分散懸濁させ、ろ過し、得られた結晶をアセトン 20 mL で洗い、室温で減圧乾燥する。本品は黄褐色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を 80 °C で 3 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3480 cm^{-1} 、3220 cm^{-1} 、1622 cm^{-1} 、1408 cm^{-1} 及び 1321 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 シスプラチン 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品 10 mg をとり、*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にシスプラチン 10 mg をとり、*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶か

し、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液のシスプラチンのピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない。

試験条件

「シスプラチン」の定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 40 μ L につき、上記の条件で操作するとき、シスプラチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2500 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 40 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である。

アンモニア・エタノール試液 アンモニア水 (28) 20 mL にエタノール (99.5) 100 mL を加える。

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液, pH 8.0 塩化アンモニウム 1.07 g を水に溶かし、100 mL とし、薄めたアンモニア試液 (1 → 30) を加えて pH 8.0 に調整する。

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液, pH 10.0 塩化アンモニウム 70 g を水に溶かし、アンモニア水 (28) 100 mL を加え、次に水を加えて 1000 mL とした後、アンモニア水 (28) を滴加して、pH 10.0 に調整する。

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液, pH 10.7 塩化アンモニウム 67.5 g を水に溶かし、アンモニア水 (28) 570 mL を加え、次に水を加えて 1000 mL とする。

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液, pH 11.0 塩化アンモニウム 53.5 g を水に溶かし、アンモニア水 (28) 480 mL を加え、次に水を加えて 1000 mL とする。

アンモニアガス NH_3 アンモニア水 (28) を加熱して製する。アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 8.0 酢酸アンモニウム試液にアンモニア試液を滴加して pH 8.0 に調整する。アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 8.5 酢酸アンモニウム 50 g に水 800 mL 及びエタノール (95) 200 mL を加えて溶かし、アンモニア水 (28) を加えて pH 8.5 に調整する。

アンモニア試液 アンモニア水 (28) 400 mL に水を加えて 1000 mL とする (10 %).

アンモニア試液, 1 mol/L アンモニア水 (28) 65 mL に水を加えて 1000 mL とする。

アンモニア試液, 13.5 mol/L 水 9 mL を正確に量り、アンモニア水 (28) を加えて正確に 50 mL とする。

アンモニア水 アンモニア試液 を見よ。

アンモニア水 (28) NH_3 [K 8085, アンモニア水, 特級, 比重約 0.90, 密度 0.908 g/mL, 含量 28 ~ 30 %]

アンモニア水, 1 mol/L アンモニア試液, 1 mol/L を見よ。
アンモニア水, 13.5 mol/L アンモニア試液, 13.5 mol/L を見よ。

アンモニア水, 強 アンモニア水 (28) を見よ。

アンモニア銅試液 炭酸銅一水和物 0.5 g に水 10 mL を加えてすりつぶし、アンモニア水 (28) 10 mL を加える。

アンモニア飽和 1-ブタノール試液 1-ブタノール試液, アンモニア飽和 を見よ。

アンモニウム試験用次亜塩素酸ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウム試液, アンモニウム試験用 を見よ。

アンモニウム試験用精製水 精製水, アンモニウム試験用 を見よ。

EMB 平板培地 エオシンメチレンブルーカンテン培地を加熱して溶解した後, 約 50°C に冷却し, その約 20 mL をペトリ皿にとり, 水平にして固まらせる。次に皿のふたを少し開いてふらん器内に入れ, 内部の水蒸気及び平板上の凝固水を揮散させる。

イオウ S [K 8088, 特級]

イオタラム酸, 定量用 $C_{11}H_{13}N_2O_4$ [医薬品各条, 「イオタラム酸」]

イオボダートナトリウム, 定量用 $C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$ [医薬品各条, 「イオボダートナトリウム」ただし, 定量するとき, 換算した乾燥物に対し, イオボダートナトリウム ($C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$) 99.0 % 以上を含むもの]

イカリイン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{33}H_{40}O_{15}$ 淡黄色の結晶で, メタノール又はエタノール (99.5) に極めて溶けにくく, 水にほとんど溶けない。融点: 約 234°C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μ L につき, 「インヨウカク」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

イサチン 2,3-インドリンジオン を見よ。

イソamilアルコール 3-メチル-1-ブタノール を見よ。

イソオクタン オクタン, イソ を見よ。

イソニアジド $C_6H_7N_3O$ [医薬品各条]

イソニアジド, 定量用 $C_6H_7N_3O$ [医薬品各条, 「イソニアジド」]ただし, 乾燥したものを定量するとき, イソニアジド ($C_6H_7N_3O$) 99.0 % 以上を含むもの]

イソニアジド試液 定量用イソニアジド 0.1 g にメタノール 50 mL 及び塩酸 0.12 mL を加えて溶かし, 更にメタノールを加えて 200 mL とする。

イソニコチン酸 $C_6H_7NO_2$ 白色の結晶又は粉末である。融点: 約 315°C (分解)。

イソニコチン酸アミド $C_6H_8N_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 155 ~ 158°C

溶状 本品 1.0 g をメタノール 20 mL に溶かすとき, 液は澄明である。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 酢酸 (100) 20 mL を加え, 加温して溶かし, 冷後, ベンゼン 100 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (指示薬: クリスタルバイオレット試液 3 滴)。ただし, 滴定の終点は, 液の紫色が青緑色になるときとする。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 = 11.21 mg $C_6H_8N_2O$

イソブタノール 2-メチル-1-プロパノール を見よ。

イソプロパノール 2-プロパノール を見よ。

イソプロパノール, 液体クロマトグラフィー用 2-プロパノール, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

イソプロピルアミン プロピルアミン, イソ を見よ。

イソプロピルアミン・エタノール試液 イソプロピルアミン 20 mL にエタノール (99.5) を加えて 100 mL とする。用時製する。

イソプロピルエーテル プロピルエーテル, イソ を見よ。

L-イソロイシン $C_6H_{13}NO_2$ [医薬品各条]

一酸化炭素 CO 有毒な無色の気体である。胃酸に硫酸を作用させて発生する気体を水酸化ナトリウム試液層を通して製する。耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい。

一酸化窒素 NO 無色の気体である。硫酸鉄 (II) 七水和物の希硫酸溶液に亜硝酸ナトリウム試液を加えて製する。耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい。

一酸化鉛 酸化鉛 (II) を見よ。

一臭化ヨウ素 臭化ヨウ素 (II) を見よ。

イブプロフェン $C_{13}H_{18}O_2$ [医薬品各条]

イミダゾール $C_3H_4N_2$ 白色の結晶性の粉末で, 水又はメタノールに極めて溶けやすい。

融点 (2.60) 89 ~ 92°C

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (313 nm): 0.031 以下 (8 g, 水, 100 mL)。

イミダゾール, 薄層クロマトグラフィー用 $C_3H_4N_2$ 白色の結晶性の粉末で, 水又はメタノールに極めて溶けやすく, 酢酸エチル又はジクロロメタンに溶けやすい。

融点 (2.60) 89 ~ 92°C

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をとり, ジクロロメタン 20 mL を正確に加えて溶かした液につき, 「クロトリマゾール」の純度試験 (6) を準用し, 試験を行うとき, 主スポット以外のスポットを認めない。

イミダゾール試液 イミダゾール 8.25 g を水 65 mL に溶かし, 5 mol/L 塩酸試液を加えて pH 6.8 に調整した後, 水を加えて 100 mL とする。

イミノジベンジル $C_{14}H_{13}N$ 白色~淡褐色の結晶又は結晶性の粉末で, わずかに特異なおいがある。

融点 (2.60) 104 ~ 110°C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 20 mL を加え, 水浴上で加熱して溶かすとき, 液は澄明である。

(2) 類縁物質 「カルバマゼピン」の純度試験 (6) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.9 の主スポット以外のスポットを認めない。

窒素含量 (1.08) 6.8 ~ 7.3 %

インジゴカルミン $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ [K 8092, 特級]

インジゴカルミン試液 インジゴカルミン 0.20 g を水に溶かし, 100 mL とする。調製後 60 日間以内に用いる。

インターロイキン-2 依存性マウスナチュラルキラー細胞 NKC 3 C_3H/He マウスの脾細胞より付着性細胞及び食細胞を除去して得られる細胞を不連続密度勾配法により分画する。次に NK 活性の強い細胞画分を, インターロイキン-2 を含有する軟カンテン中で培養し, コロニーを得る。細胞株のうち液体培地中でインターロイキン-2 に依存して増殖する細胞株の一つをインターロイキン-2 含有液体培地中で継代したものを NKC 3 とする。

インドメタシン $C_{15}H_{16}ClNO_4$ [医薬品各条]

2,3-インドリンジオン $C_8H_7NO_2$ [K 8089, 特級]

ウィイス試液 三塩化ヨウ素 7.9 g 及びヨウ素 8.9 g をとり、それぞれを酢酸 (100) に溶かした後、両液を混和し、更に酢酸 (100) を加えて 1000 mL とする。遮光したガラス容器に入れて保存する。

ウサギ脱繊維血 ウサギから血液 100 mL を採血してフラスコにとり、径 8 mm のガラス球約 20 個を入れ、5 分間ゆるやかに振り混ぜた後、ガーゼを用いてろ過する。用時製する。

ウシ血清 牛の血液より得た血清で、使用前に 56°C で 30 分間加温してインターロイキン-2 依存性細胞増殖阻害物質を除く。

ウシ血清アルブミン ウシ血清より Cohn の第 5 分画として得られたもので、アルブミン 95 % 以上を含む。

ウシ血清アルブミン、ウリナスタチン試験用 ウシ血清よりアルブミン及び他の血漿たん白を変質させることのない方法で精製した白色の結晶性粉末であり、アルブミン含量は 99 % 以上である。

ウシ血清アルブミン、定量用 白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

アルブミンを 99 % 以上含むウシ血清アルブミン約 50 mg ずつ広口ガラス製アンプルにとり、あらかじめ塩化カルシウム飽和溶液で 25°C, 31 % RH に調湿したデシケーター内で 2 週間放置した後、アンプルを取り出し、速やかに密封する。

たん白質含量 88 % 以上。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 20 mL とする。この液 3 mL を正確にケルダールフラスコにとり、窒素定量法 (1.08) により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.8754 mg たん白質

貯法 4°C 以下で保存する。

ウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液, pH 7.2 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 10.75 g, 塩化ナトリウム 7.6 g 及びウシ血清アルブミン 1.0 g を水に溶かして 1000 mL とする。使用する直前に希水酸化ナトリウム試液又は薄めたリン酸 (1 → 10) で pH を 7.2 に調整する。

ウシ血清アルブミン・生理食塩液 ウシ血清アルブミン 1.0 g を生理食塩液 100 mL に溶かす。用時製する。

1 w/v% ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 ウシ血清アルブミン 1 g を pH 7.4 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 100 mL に溶かす。

ウシ血清アルブミン加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 ウシ血清アルブミン 10 g 及びチメロサル 0.1 g にリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液を加えて溶かし、1000 mL とする。

貯法 冷暗所に保存する。

ウシ血清アルブミン試液、セクレチン標準品用 ウシ血清アルブミン 0.1 g, L-アラニン 0.8 g, クエン酸一水和物 0.01 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.14 g 及び塩化ナトリウム 0.45 g を注射用水 100 mL に溶かす。

ウシ血清アルブミン試液、セクレチン用 ウシ血清アルブミン 0.1 g, L-システイン塩酸塩一水和物 0.1 g, L-アラニン 0.8 g, クエン酸一水和物 0.01 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.14 g 及び塩化ナトリウム 0.45 g を注射用水 100

mL に溶かす。

ウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 ウシ血清 100 mL に 0.1 g のチメロサルを溶かしたリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 900 mL を加えて 1000 mL とする。

貯法 遮光して、冷所に保存する。

ウシ胎児血清 ウシの胎児の血液より得た血清で、使用前に 56°C で 30 分間加温してインターロイキン-2 依存性細胞増殖阻害物質を除く。

ウシ由来活性化血液凝固 X 因子 ウシの血漿から得たたん白質で、プロトロンビンを特異的に限定分解してトロンビンを生成する作用を有する。トロンビン及びプラスミンを含まない。たん白質 1 mg 当たり 500 単位以上を含む。ただし、25°C で 1 分間に 1 μmol の N-ベンズイル-L-イソロイシル-L-グルタミル(γ-OR)-グリシル-L-アルギニル-L-ニトロアニリドを加水分解する量を 1 単位とする。

薄めたエタノール エタノール、薄めた を見よ。

ウラシル C₄H₄N₂O₂ 針状結晶で、冷水には溶けにくく、熱水には溶けやすい。

融点 (2.60) 335°C

ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン ウシ血清アルブミン、ウリナスタチン試験用 を見よ。

ウリナスタチン試験用トリプシン試液 トリプシン試液、ウリナスタチン試験用 を見よ。

ウリナスタチン定量用結晶トリプシン 結晶トリプシン、ウリナスタチン定量用 を見よ。

ウルソデオキシコール酸 C₂₄H₄₀O₄ [医薬品各条]

ウレタン カルバミン酸エチル を見よ。

エオシン エオシン Y を見よ。

エオシンメチレンブルーカンテン培地 カゼイン製ペプトン 10 g, リン酸水素二カリウム 2 g 及びカンテン 25 ~ 30 g に水約 900 mL を加え、煮沸して溶かす。これに乳糖一水和物 10 g, エオシン Y 溶液 (1 → 50) 20 mL, メチレンブルー溶液 (1 → 200) 13 mL 及び湯温を加えて 1000 mL とし、よく混和した後、分注する。121°C で 20 分間以上にわたらないように高圧蒸気滅菌を行い、速やかに冷水に浸して冷却する。又は 100°C で 30 分間、1 日 1 回、3 日間、間けつ滅菌する。

エオシン Y C₂₀H₆Br₄Na₂O₅ 赤色の塊又は粉末である。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 1000) 10 mL に、塩酸 1 滴を加えるとき、黄赤色の沈殿を生じる。

A 型赤血球浮遊液 A 型のヒト血液から赤血球を分離し、生理食塩液を加えて赤血球濃度が 1 vol% となるように調製する。

液状チオグリコール酸培地 無菌試験法 (4.06) 液状チオグリコール酸培地 を見よ。

液体クロマトグラフィー用アセトニトリル アセトニトリル、液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸アンモニウム アンミントリクロロ白金酸アンモニウム、液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用イソプロパノール 2-プロパノール、液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用エレウテロシド B エレウテロシド B、液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用 *N,N*-ジメチルホルムアミド *N,N*-ジメチルホルムアミド, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用セルモロイキン セルモロイキン, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用 2'-デオキシウリジン 2'-デオキシウリジン, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン テトラヒドロフラン, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用トリプシン トリプシン, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用 2-プロパノール 2-プロパノール, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用ヘキサン ヘキサン, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用 *n*-ヘキサン ヘキサン, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用メタノール メタノール, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用 5-ヨードウラシル 5-ヨードウラシル, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

エストリオール試験用安息香酸メチル 安息香酸メチル, エストリオール試験用 を見よ。

エタクリン酸, 定量用 $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ [医薬品各条, 「エタクリン酸」ただし, 乾燥したものを定量するとき, エタクリン酸 ($C_{13}H_{12}Cl_2O_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

エタノール エタノール (95) を見よ。

エタノール (95) C_2H_5OH [K 8102, 特級]

エタノール (99.5) C_2H_5OH [K 8101, 特級]

エタノール, 薄めた エタノール (99.5) を用いて製する。

エタノール, ガスクロマトグラフィー用 エタノール (99.5) に硫酸鉄 (II) 七水和物を加えて蒸留する。窒素を封入し, 冷暗所で保存する。

エタノール, 希 エタノール (95) 1 容量に水 1 容量を加える。 C_2H_5OH 47.45 ~ 50.00 vol% を含む。

エタノール, 消毒用 [医薬品各条]

エタノール, 中和 エタノール (95) 適量にフェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴を加え, これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液又は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を, 液が淡赤色を呈するまで加える。用時製する。

エタノール, 無アルデヒド エタノール (95) 1000 mL を共栓瓶にとり, 酢酸鉛 (II) 三水和物 2.5 g を水 5 mL に溶かした液を加え, よく混ぜる。別に水酸化カリウム 5 g を温エタノール (95) 25 mL に溶かす。冷後, この液を前の液にかき混ぜないで静かに加え, 1 時間後この液を激しく振り混ぜ, 一夜放置する。上澄液をとり, 蒸留する。

エタノール, 無水 エタノール (99.5) を見よ。

エタノール, メタノール不含 エタノール (95), メタノール不含 を見よ。

エタノール (95), メタノール不含 メタノール試験法 (I.12) を準用し, 標準液の代わりに本品を用いて試験を行うとき,

ほとんど無色である。

エタノール・生理食塩液 エタノール (95) 1 容量に生理食塩液 19 容量を加える。

エタノール不含クロロホルム クロロホルム, エタノール不含 を見よ。

エチドロン酸二ナトリウム, 定量用 $C_2H_5Na_2O_7P_2$ [医薬品各条, 「エチドロン酸二ナトリウム」ただし, 乾燥したものを定量するとき, エチドロン酸二ナトリウム ($C_2H_5Na_2O_7P_2$) 99.0 % 以上を含むもの]

エチニルエストラジオール $C_{20}H_{28}O_2$ [医薬品各条]

2-エチル-2-フェニルマロンジアミド $C_{11}H_{14}O_2N_2$ 白色の結晶で, においはない。本品はエタノール (95) にやや溶けやすく, 水に極めて溶けにくい。融点: 約 120 °C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg をとり, ピリジン 4 mL を加え, 更にビストリメチルシリルアセトアミド 1 mL を加え, よく振り混ぜた後, 100 °C で 5 分間加熱する。冷後, ピリジンを加えて正確に 10 mL とし, 試料溶液とする。この液 2 μ L につき, 「プリミドン」の純度試験 (3) の操作条件に従い, ガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行うとき, 本品及び溶媒以外のピークを認めない。ただし, 検出感度は試料溶液 2 μ L から得た 2-エチル-2-フェニルマロンジアミドのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整し, ピーク測定範囲は溶媒のピークの後から 2-エチル-2-フェニルマロンジアミドの保持時間の約 2 倍の範囲とする。

エチルベンゼン $C_6H_5C_2H_5$ 無色の液体で, アセトン又はエタノール (99.5) に溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.862 ~ 0.872

沸点 (2.57) 約 135 °C

N-エチルマレイミド $C_6H_7NO_2$ 白色の結晶で, 刺激性の特有な臭いがある。エタノール (95) に溶けやすく, 水に溶けにくい。

融点 (2.60) 43 ~ 46 °C

溶状 無色澄明 (1 g, エタノール (95), 20 mL)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.1 g を精密に量り, エタノール (95) 20 mL に溶かし, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加えた後, 0.1 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 12.51 mg $C_6H_7NO_2$

エチレングリコール $HOCH_2CH_2OH$ [K 8105, 特級]

エチレングリコール, 水分測定用 エチレングリコールを蒸留し, 195 ~ 198 °C の留分をとる。本品 1 mL 中の水分は 1.0 mg 以下である。

エチレンジアミン $C_2H_8N_2$ [医薬品各条]

エチレンジアミン試液 エチレンジアミン 70 g に水 30 g を加える。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液, 0.04 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 14.890 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液, 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 37.2

g を水に溶かし、1000 mL とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液, 0.4 mol/L, pH 8.5 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 148.9 g を水約 800 mL に溶かし、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH 8.5 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物

$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ [K 8107, 特級]

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 を見よ。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物 を見よ。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物

$C_{10}H_{12}N_2Na_2O_8Zn \cdot 4H_2O$ 白色の粉末である。本品の水溶液 (1 → 100) の pH は 6.0 ~ 9.0 である。

純度試験 溶状 本品 0.10 g を新たに煮沸し冷却した水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 80 mL 及び希硝酸を加えて pH を約 2 とし、0.01 mol/L 硝酸ビスマス液で滴定 (2.50) する (指示薬: キシレノールオレンジ試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする。

0.01 mol/L 硝酸ビスマス液 1 mL

= 4.717 mg $C_{10}H_{12}N_2Na_2O_8Zn \cdot 4H_2O$

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液, 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液, 0.1 mol/L を見よ。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物 を見よ。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物

$C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$ 青色の粉末である。

pH (2.54): 7.0 ~ 9.0

純度試験 溶状 本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき、液は青色澄明である。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.45 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 100 mL 及び希硝酸を加えて pH を約 1.5 とし、1,10-フェナントロリン-水和物のメタノール溶液 (1 → 20) 5 mL を加え、0.01 mol/L 硝酸ビスマス液で滴定 (2.50) する (指示薬: キシレノールオレンジ試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする。

0.01 mol/L 硝酸ビスマス液 1 mL

= 4.698 mg $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$

エーテル ジエチルエーテル を見よ。

エーテル, 生薬純度試験用 ジエチルエーテル, 生薬純度試験用 を見よ。

エーテル, 麻酔用 $C_2H_5OC_2H_5$ [医薬品各条]

エーテル, 無水 ジエチルエーテル, 無水 を見よ。

エテンザミド $C_8H_{11}NO_2$ [医薬品各条]

3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒド $C_9H_{10}O_3$ 本品は

白色~微黄白色の結晶であり、エタノール (95) に溶けやすく、水に溶けにくい。

融点 (2.60) 76 ~ 78 °C

含量 98.0 % 以上。定量法 本品をデシケーター (酸化リン (V)) で 4 時間乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定 (2.50) する (指示薬: チモールブルー試液)。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL

= 16.62 mg $C_9H_{10}O_3$

4-エトキシフェノール $C_8H_{10}O_2$ 白色~淡黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で、エタノール (95) に溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

融点 (2.60) 62 ~ 68 °C

純度試験 本品 0.5 g をエタノール (95) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により 4-エトキシフェノール以外の物質の量を求めるとき 2.0 % 以下である。

操作条件

検出器: 熱伝導度検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 150 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: 4-エトキシフェノールの保持時間が約 5 分になるように調整する。

検出感度: 試料溶液 1 μL から得た 4-エトキシフェノールのピーク高さが、フルスケールの 50 % 以上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 4-エトキシフェノール保持時間の約 3 倍の範囲

p-エトキシフェノール 4-エトキシフェノール を見よ。

エナント酸メテノロン $C_{27}H_{42}O_3$ [医薬品各条, 「メテノロンエナント酸エステル」]

エナント酸メテノロン, 定量用 $C_{27}H_{42}O_3$ エナント酸メテノロン 1 g に水 30 mL を加え、加温しながらメタノール 70 mL を徐々に加えて溶かす。熱時ろ過し、ろ液を水浴上で 30 分間放置する。冷所に一夜放置後、析出した結晶をろ取し、薄めたメタノール (1 → 3) 少量で洗う。同様の操作を行って再結晶し、得られた結晶をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 4 時間乾燥する。本品は白色の結晶で、においはない。

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (242 nm): 321 ~ 328 (1 mg, メタノール, 100 mL)。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +40 ~ +42° (0.2 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 (2.60) 69 ~ 72 °C

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をクロロホルムに溶かし、正確に 10 mL とした液 10 μL につき、「メテノロン

エンanto酸エステル」の純度試験(3)を準用し、試験を行うとき、主スポット以外のスポットを認めない。

NN 指示薬 2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 0.5 g と無水硫酸ナトリウム 50 g を混ぜ、均質になるまですりつぶして製する。

4-エピオキシテトラサイクリン $C_{22}H_{21}N_2O_9$ 緑褐色～褐色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 20 μ L につき、「オキシテトラサイクリン塩酸塩」の純度試験(2)を準用し、試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、4-エピオキシテトラサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である。

MTT 試液 塩化ナトリウム 8 g、塩化カリウム 0.2 g、無水リン酸水素二ナトリウム 1.15 g 及びリン酸二水素カリウム 0.2 g を水に溶かし、1000 mL とした後、121 $^{\circ}$ C で 15 分間、高圧蒸気滅菌し、PBS (-) 液とする。臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2H-テトラゾリウム 0.3 g を PBS (-) 液に溶かし、100 mL とする。孔径 0.45 μ m のメンブランフィルターでろ過滅菌し、遮光して冷所に保存する。

エリオクロムブラック T $C_{20}H_{12}N_3NaO_5S$ [K 8736, 特級]

エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 エリオクロムブラック T 0.1 g と塩化ナトリウム 10 g を混ぜ、均質になるまですりつぶして製する。

エリオクロムブラック T 試液 エリオクロムブラック T 0.3 g 及び塩酸ヒドロキシルアンモニウム 2 g をメタノールに溶かし、50 mL とする。1 週間以内に用いる。遮光して保存する。

エリスロマイシン B $C_{37}H_{67}NO_{12}$ 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液 (15:1) を加えて 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液 (15:1) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ L ずつを正確にとり、「エリスロマイシン」の純度試験(3)を準用して試験を行い、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、試料溶液のエリスロマイシン B 以外のピークの合計面積は、標準溶液のエリスロマイシン B のピーク面積より大きくない。

エリスロマイシン C $C_{36}H_{65}NO_{13}$ 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液 (15:1) を加えて 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液 (15:1) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ L ずつを正確にとり、「エリスロマイシン」の純度試験(3)を準用して試験を行い、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、試料溶液のエリスロマイシン C 以外のピークの合計面

積は、標準溶液のエリスロマイシン C のピーク面積より大きくない。

エルカトニン試験用トリプシン試液 トリプシン試液、エルカトニン試験用 を見よ。

エレウテロシド B, 液体クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{21}O_9 \cdot xH_2O$ 白色の結晶性の粉末で、メタノールにやや溶けにくく、水に溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくい。融点: 190 ~ 194 $^{\circ}$ C

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 \rightarrow 200000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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ィー (2.01) 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、試料溶液のエレウテロシド B 以外のピークの合計面積は標準溶液のエレウテロシド B のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は、「シゴカ」の確認試験の試験条件を準用する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後ろからエレウテロシド B の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「シゴカ」の確認試験のシステム適合性を準用する。

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たエレウテロシド B のピーク面積が、標準溶液 10 μ L から得たエレウテロシド B のピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

塩化亜鉛 $ZnCl_2$ [K 8111, 特級]

塩化亜鉛試液 塩化亜鉛 10 g 及びフタル酸水素カリウム 10 g を水 900 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えて pH 4.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

塩化亜鉛試液, 0.04 mol/L 塩化亜鉛 5.453 g を水に溶かし、1000 mL とする。

塩化アルミニウム 塩化アルミニウム (III) 六水和物 を見よ。
塩化アルミニウム (III) 六水和物 $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ [K 8114, 特級]

塩化アルミニウム試液 塩化アルミニウム (III) 試液 を見よ。

塩化アルミニウム (III) 試液 塩化アルミニウム (III) 六水和物 64.7 g を水 71 mL に溶かし、活性炭 0.5 g を加え、10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にかき混ぜながら水酸化ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 100) を加えて pH を 1.5 に調整し、必要ならばろ過する。

塩化アンチモン (III) $SbCl_3$ [K 8400, 特級]

塩化アンチモン (III) 試液 クロロホルムを等容量の水で 2 ~ 3 回洗った後、新たに強熱して冷却した炭酸カリウムを加えて密栓し、遮光して一夜放置する。クロロホルム層を分取し、なるべく遮光して蒸留する。このクロロホルムで塩化アンチモン (III) の表面を洗い、洗液が澄明となった後、ク

ロホルムを加えて飽和溶液とし、遮光した共栓瓶に入れる。用時製する。

塩化アンモニウム NH_4Cl [K 8116, 特級]

塩化アンモニウム・アンモニア試液 アンモニア水 (28) に等容量の水を加え、これに塩化アンモニウムを飽和する。

塩化アンモニウム緩衝液, pH 10 塩化アンモニウム 5.4 g を水に溶かし、アンモニア水 (28) 21 mL 及び水を加えて 100 mL とする。

塩化アンモニウム試液 塩化アンモニウム 10.5 g を水に溶かし、100 mL とする (2 mol/L)。

塩化カリウム KCl [K 8121, 特級]

塩化カリウム, 赤外吸収スペクトル用 塩化カリウム単結晶又は塩化カリウムを砕き、200 号 (75 μm) ふるいを通じたものを集め、120 °C で 10 時間又は 500 °C で 5 時間乾燥する。これを用いて錠剤を作り、赤外吸収スペクトルを測定するとき、異常な吸収を認めない。

塩化カリウム, 導電率測定用 [K 8121, 電気伝導率測定用]

塩化カリウム・塩酸緩衝液 塩化カリウム溶液 (3 → 20) 250 mL に 2 mol/L 塩酸試液 53 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

塩化カリウム試液, 0.2 mol/L 塩化カリウム 14.9 g を水に溶かし、1000 mL とする。用時製する。

塩化カリウム試液, 酸性 塩化カリウム 250 g を水に溶かし、1000 mL とした液に塩酸 8.5 mL を加える。

塩化カルシウム 塩化カルシウム二水和物 を見よ。

塩化カルシウム, 乾燥用 CaCl_2 [K 8124, 塩化カルシウム (乾燥用)]

塩化カルシウム, 水分測定用 CaCl_2 [K 8125, 塩化カルシウム (水分測定用)]

塩化カルシウム試液 塩化カルシウム二水和物 7.5 g を水に溶かし、100 mL とする (0.5 mol/L)。

塩化カルシウム二水和物 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K 8122, 特級]

塩化金酸 テトラクロロ金 (III) 酸四水和物 を見よ。

塩化金酸試液 テトラクロロ金 (III) 酸試液 を見よ。

塩化コバルト 塩化コバルト (II) 六水和物 を見よ。

塩化コバルト (II) 六水和物 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [K 8129, 特級]

塩化コバルト・エタノール試液 塩化コバルト (II) ・エタノール試液 を見よ。

塩化コバルト (II) ・エタノール試液 塩化コバルト (II) 六水和物を 105 °C で 2 時間乾燥し、その 0.5 g をエタノール (99.5) に溶かし、100 mL とする。

塩化コバルト試液 塩化コバルト (II) 試液 を見よ。

塩化コバルト (II) 試液 塩化コバルト (II) 六水和物 2 g に塩酸 1 mL 及び水を加えて溶かし、100 mL とする (0.08 mol/L)。

塩化コリン [(CH_3)₃NCH₂CH₂OH] Cl 白色の結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 303 ~ 305 °C (分解)。

水分 (2.48) 本品 1 g 中、水分 1 mg 以下とする。

塩化水銀 (II) HgCl_2 [K 8139, 特級]

塩化水銀 (II) 試液 塩化水銀 (II) 5.4 g を水に溶かし、100 mL とする。

塩化水素・エタノール試液 塩酸 100 mL に硫酸 100 mL を

徐々に滴加して発生した塩化水素を硫酸を入れた洗気瓶で乾燥し、これを氷冷したエタノール (99.5) 75 g にその増量が 25 g に達するまで通じる。用時製する。

塩化スキサメトニウム, 薄層クロマトグラフィー用

$\text{C}_{14}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [医薬品各条, 「スキサメトニウム塩化物水和物」]

塩化スズ (II) ・塩酸試液 スズ 20 g に塩酸 85 mL を加え、水素が発生しなくなるまで加熱し、放冷する。この液 1 容量に希塩酸 10 容量を加える。用時製する。

塩化スズ (II) 試液 塩化スズ (II) 二水和物 1.5 g を少量の塩酸を含む水 10 mL に溶かし、スズの小片を入れた共栓瓶に保存する。調製後 1 箇月以内に用いる。

塩化スズ (II) 試液, 酸性 塩化スズ (II) 二水和物 8 g を塩酸 500 mL に溶かし、共栓瓶に保存する。調製後 3 箇月以内に用いる。

塩化スズ (II) 二水和物 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K 8136, 特級]

塩化スズ (II) ・硫酸試液 塩化スズ (II) 二水和物 10 g を薄めた硫酸 (3 → 200) に溶かし、100 mL とする。

塩化ストロンチウム $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [K 8132, 特級]

塩化第一スズ 塩化スズ (II) 二水和物 を見よ。

塩化第一スズ試液 塩化スズ (II) 試液 を見よ。

塩化第一スズ試液, 酸性 塩化スズ (II) 試液, 酸性 を見よ。

塩化第一スズ・硫酸試液 塩化スズ (II) ・硫酸試液 を見よ。

塩化第二水銀 塩化水銀 (II) を見よ。

塩化第二鉄 塩化鉄 (III) 六水和物 を見よ。

塩化第二鉄・酢酸試液 塩化鉄 (III) ・酢酸試液 を見よ。

塩化第二鉄試液 塩化鉄 (III) 試液 を見よ。

塩化第二鉄試液, 希 塩化鉄 (III) 試液, 希 を見よ。

塩化第二鉄試液, 酸性 塩化鉄 (III) 試液, 酸性 を見よ。

塩化第二鉄・ピリジン試液, 無水 塩化鉄 (III) ・ピリジン試液, 無水 を見よ。

塩化第二鉄・メタノール試液 塩化鉄 (III) ・メタノール試液 を見よ。

塩化第二鉄・ヨウ素試液 塩化鉄 (III) ・ヨウ素試液 を見よ。

塩化第二銅 塩化銅 (II) 二水和物 を見よ。

塩化第二銅・アセトン試液 塩化銅 (II) ・アセトン試液 を見よ。

塩化チオニル SOCl_2 無色～淡黄色の澄明な液で、刺激臭がある。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 約 1.65 (第 3 法)

含量 95 % 以上。定量法 本品 0.1 g をはかり瓶に精密に量り、約 5 °C の水 50 mL を入れた共栓三角フラスコにはかり瓶ごと入れ、直ちに栓をし、注意して溶かした後、この液を 200 mL ビーカーに移す。共栓三角フラスコ及びはかり瓶を水 30 mL で洗い、洗液はビーカー中の液に合わせる。ポリビニルアルコール溶液 (1 → 10) 1 滴を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定 (2.50) 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 硝酸銀液 1 mL = 5.949 mg SOCl_2

塩化チタン (III) (20) TiCl_3 [K 8401, 塩化チタン (III) 溶液, 特級] 遮光した共栓瓶に保存する。

塩化チタン (III) 試液 塩化チタン (III) (TiCl_3) が 15 g/dL となるように塩化チタン (III) (20) に希塩酸を加える。用

時製する。

含量 14.0 ~ 16.0 g/dL. 定量法 本品 2 mL を正確に量り、水 200 mL 及び塩酸溶液 (2 → 3) 5 mL を加え、二酸化炭素を通じながら 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 液で滴定 (2.50) する (指示薬: チオシアン酸アンモニウム試液 5 mL)。ただし、滴定の終点は液がわずかに赤色を帯びるときとする。

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 液 1 mL
= 15.42 mg TiCl_3

塩化チタン (Ⅲ)・硫酸試液 塩化チタン (Ⅲ) 試液 20 mL を硫酸 13 mL と注意して混合し、この液に過酸化水素 (30) を少量ずつ液が黄色となるまで注意して加え、次いで白煙を生ずるまで加熱する。冷後、水を加えて再び同様に加熱し、この操作を液が無色になるまで繰り返した後、水を加えて 100 mL とする。

塩化鉄 (Ⅲ)・酢酸試液 塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物 0.1 g を薄めた酢酸 (31) (3 → 100) に溶かし、100 mL とする。

塩化鉄 (Ⅲ) 試液 塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物 9 g を水に溶かし、100 mL とする (0.33 mol/L)。

塩化鉄 (Ⅲ) 試液、希 塩化鉄 (Ⅲ) 試液 2 mL に水を加えて 100 mL とする。用時製する。

塩化鉄 (Ⅲ) 試液、酸性 酢酸 (100) 60 mL に硫酸 5 mL 及び塩化鉄 (Ⅲ) 試液 1 mL を加える。

塩化鉄 (Ⅲ)・ピリジン試液、無水 塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物 1.7 g をとり、直火で徐々に加熱し、融解、固化させる。冷後、クロロホルム 100 mL に溶かし、更にピリジン 8 mL を加え、ろ過する。

塩化鉄 (Ⅲ)・ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液 塩化鉄 (Ⅲ) 試液 20 mL にヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム 0.1 g を溶かす。用時製する。

塩化鉄 (Ⅲ)・メタノール試液 塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物 1 g をメタノールに溶かし、100 mL とする。

塩化鉄 (Ⅲ)・ヨウ素試液 塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物 5 g 及びヨウ素 2 g にアセトン 50 mL 及び L-酒石酸溶液 (1 → 5) 50 mL の混液を加えて溶かす。

塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [K 8142, 特級]

塩化テトラ *n*-ブチルアンモニウム $\text{C}_{16}\text{H}_{36}\text{ClN}$ 白色の結晶で、潮解性がある。

水分 (2.48) 6.0 % 以下 (0.1 g)。

含量 換算した脱水物に対し 95.0 % 以上。定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 23.97 mg $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HCl}$

塩化銅 (Ⅱ)・アセトン試液 塩化銅 (Ⅱ) 二水和物 0.3 g をアセトンに溶かし、10 mL とする。

塩化銅 (Ⅱ) 二水和物 $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K 8145, 特級]

塩化トリフェニルテトラゾリウム 2,3,5-トリフェニル-2*H*-テトラゾリウム塩酸塩 を見よ。

塩化トリフェニルテトラゾリウム試液 2,3,5-トリフェニル-2*H*-テトラゾリウム塩酸塩試液 を見よ。

塩化ナトリウム NaCl [K 8150, 特級]

塩化ナトリウム試液 塩化ナトリウム 10 g を水に溶かし、

100 mL とする。

塩化ナトリウム試液, 0.1 mol/L 塩化ナトリウム 6 g を水に溶かし、1000 mL とする。

塩化ナトリウム試液, 1 mol/L 塩化ナトリウム 29.22 g を水に溶かし、500 mL とする。

塩化ナトリウム (標準試薬) NaCl [K 8005, 容量分析用標準物質]

塩化 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム試液 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 を見よ。

塩化 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム試液, 噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液, 噴霧用 を見よ。

塩化白金酸 ヘキサクロロ白金 (Ⅳ) 酸六水和物 を見よ。

塩化白金酸試液 ヘキサクロロ白金 (Ⅳ) 酸試液 を見よ。

塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液 ヘキサクロロ白金 (Ⅳ) 酸・ヨウ化カリウム試液 を見よ。

塩化パラジウム 塩化パラジウム (Ⅱ) を見よ。

塩化パラジウム (Ⅱ) PdCl_2 [K 8154, 特級]

塩化パラジウム (Ⅱ) 試液 塩化パラジウム (Ⅱ) 0.2 g に 0.25 mol/L 硫酸試液 500 mL を加え、必要ならば加熱して溶かし、冷後、0.25 mol/L 硫酸試液を加えて 1000 mL とする。

塩化パラジウム試液 塩化パラジウム (Ⅱ) 試液 を見よ。

塩化バリウム 塩化バリウム二水和物 を見よ。

塩化バリウム試液 塩化バリウム二水和物 12 g を水に溶かし、100 mL とする (0.5 mol/L)。

塩化バリウム二水和物 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K 8155, 特級]

塩化バルマチン $\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{ClNO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 黄褐色の結晶性の粉末である。

純度試験 本品 1 mg を量り、メタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 20 μL につき、「オウバク」の定量法を準用し、液体クロマトグラフィー (2.01) によりベルベリンの保持時間の 2 倍まで試験を行う。試料溶液のバルマチン以外のピークの合計面積は、溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない。

塩化ビニル $\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}$ 無色の気体である。

沸点 (2.57) -14°C

融点 (2.60) -160°C

塩化 *n*-ブチル $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{Cl}$ 無色澄明の液で、エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和し、水にほとんど溶けない。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.401 ~ 1.405

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.884 ~ 0.890

沸点 (2.57) 約 78°C

塩化ベルベリン $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{ClNO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ [医薬品各条, 「ベルベリン塩化物水和物」]

塩化ベルベリン, 薄層クロマトグラフィー用 [医薬品各条, 「ベルベリン塩化物水和物」] ただし、次の試験に適合するもの。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、「オウバク」の確認試験 (2) を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から

得たスポットより濃くない。]

塩化ベンザルコニウム [医薬品各条, 「ベンザルコニウム塩化物」]

塩化ベンゼトニウム, 定量用 $C_{27}H_{42}ClNO_2$ [医薬品各条, 「ベンゼトニウム塩化物」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ベンゼトニウム塩化物 ($C_{27}H_{42}ClNO_2$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩化ベンゾイル C_6H_5COCl [K 8158, 特級]

塩化マグネシウム 塩化マグネシウム六水和物 を見よ。

塩化マグネシウム六水和物 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ [K 8159, 特級]

塩化メチルロザニリン クリスタルバイオレット を見よ。

塩化メチルロザニリン試液 クリスタルバイオレット試液 を見よ。

塩化リゾチーム用基質試液 基質試液, 塩化リゾチーム用 を見よ。

塩化リチウム $LiCl$ 白色の結晶又は塊である。

確認試験 本品につき, 炎色反応試験 (1) (1.04) を行うとき, 持続する赤色を呈する。

塩酸 HCl [K 8180, 特級]

塩酸, 希 塩酸 23.6 mL に水を加えて 100 mL とする (10 %).

塩酸, 精製 薄めた塩酸 (1 → 2) 1000 mL に過マンガン酸カリウム 0.3 g を加えて蒸留し, 初留液 250 mL を除き, 次の留液 500 mL をとる。

塩酸 4-アミノアンチピリン $C_{11}H_{13}N_3O \cdot HCl$ 淡黄色の結晶性の粉末で水に溶ける。融点: 232 ~ 238 °C (分解)。

純度試験 溶状 本品 1 g を水 25 mL に溶かすとき, ほとんど澄明である。

含量 100.6 ~ 108.5 %。 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 必要ならば 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和し (指示薬: 赤色リトマス紙), ジクロロフルオレセイン試液 4 滴を加え, 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定 (2.50) する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 27.79 mg $C_{10}H_{13}ClN$

塩酸 4-アミノアンチピリン試液 塩酸 4-アミノアンチピリン 1 g を水に溶かし, 50 mL とする。

塩酸 4-アミノフェノール $HOC_6H_4NH_2 \cdot HCl$ 白色又はわずかに着色した結晶で, 水又はエタノール (95) に溶けやすい。融点: 約 306 °C (分解)。

含量 99.0 % 以上。 定量法 本品約 0.17 g を精密に量り, 非水滴定用酢酸 50 mL 及び非水滴定用酢酸水銀 (II) 試液 5 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定 (2.50) する (指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
= 14.56 mg C_6H_5NOCl

貯法 遮光した気密容器。

塩酸 *p*-アミノフェノール 塩酸 4-アミノフェノール を見よ。

塩酸 L-アルギニン $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「L-アルギニン塩酸塩」]

塩酸イソプロメタジン, 薄層クロマトグラフィー用

$C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$ 白色の結晶性の粉末でにおいてはなく, 水, エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 (2.60) 193 ~ 197 °C

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg をとり, エタノール (95) 25 mL を正確に加えて溶かした液につき, 「プロメタジン塩酸塩」の純度試験 (3) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.65 の主スポット以外のスポットを認めない。

塩酸イミプラミン $C_{15}H_{24}N_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「イミプラミン塩酸塩」]

塩酸・エタノール試液 塩酸 23.6 mL にエタノール (95) を加えて 100 mL とする。

塩酸エチレフリン $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「エチレフリン塩酸塩」]

塩酸エチレフリン, 定量用 $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「エチレフリン塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, エチレフリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸 6-エピドキシサイクリン $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ 黄色~暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし, 試料溶液とする。試料溶液 20 μ L につき, 「ドキシサイクリン塩酸塩水和物」の純度試験 (2) を準用し, 試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりそれらの量を求めるとき, 6-エピドキシサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である。

塩酸エフェドリン $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ [医薬品各条, 「エフェドリン塩酸塩」]

塩酸エフェドリン, 定量用 $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ [医薬品各条, 「エフェドリン塩酸塩」ただし, 次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 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 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 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ィー (2.01) 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, 試料溶液のエフェドリン以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) のエフェドリンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は, 「マオウ」の定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 10 μ L から得たエフェドリンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また, 標準溶液 (1) 10 μ L から得たエフェドリンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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エフェドリンの保持時間の約 3 倍の範囲

塩酸エメチン, 成分含量測定用 $C_{29}H_{40}N_2O_4 \cdot 2HCl \cdot nH_2O$
白色又は淡黄色の結晶性の粉末である。水にやや溶けやすい。

融点 (2.60) 約 250 °C [分解, ただし, デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 50 °C) で 5 時間乾燥後].

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (283 nm) : 116 ~ 127 (10 mg, 薄めたメタノール (1 → 2), 400 mL). ただし, デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 50 °C) で 5 時間乾燥したもの.

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 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 (1) とする. 試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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, 試料溶液のエメチン以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) のエメチンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は, 「トコン」の成分含量測定法の操作条件を準用する.

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (2) とする. 標準溶液 (2) 10 μL から得たエメチンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する. また, 標準溶液 (1) 10 μL から得たエメチンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する.

面積測定範囲: エメチンの保持時間の約 3 倍の範囲

塩酸・塩化カリウム緩衝液, pH 2.0 0.2 mol/L 塩酸 10.0 mL に 0.2 mol/L 塩化カリウム試液 88.0 mL を加え, 更に 0.2 mol/L 塩酸又は 0.2 mol/L 塩化カリウム試液を加えて pH を 2.0 \pm 0.1 に調整した後, 水を加えて 200 mL とする.

塩酸オキシコドン, 定量用 $\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_4 \cdot \text{HCl} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [医薬品各条, 「オキシコドン塩酸塩水和物」ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対してオキシコドン塩酸塩 ($\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_4 \cdot \text{HCl}$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸クロロプロマジン, 定量用 $\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{ClN}_2\text{S} \cdot \text{HCl}$ [医薬品各条, 「クロロプロマジン塩酸塩」]

塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 3.5 酢酸アンモニウム 25 g を 6 mol/L 塩酸試液 45 mL に溶かし, 水を加えて 100 mL とする.

塩酸 2,4-ジアミノフェノール $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O} \cdot 2\text{HCl}$ 微黄褐色～灰黄緑色の結晶性の粉末で, 水に溶けやすく, エタノール (95) に溶けにくく, ジエチルエーテルにはほとんど溶けない.

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は澄明又はわずかに混濁する.

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間).

強熱残分 (2.44) 0.5 % 以下 (1 g).

含量 98.0 % 以上. 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定 (2.50) 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 硝酸銀液 1 mL = 9.854 mg $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O} \cdot 2\text{HCl}$

塩酸 2,4-ジアミノフェノール試液 塩酸 2,4-ジアミノフェノ

ール 1 g 及び亜硫酸水素ナトリウム 20 g を水 100 mL に溶かし, 必要ならばろ過する.

塩酸試液, 0.001 mol/L 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 0.01 mol/L 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 0.02 mol/L 0.2 mol/L 塩酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 0.05 mol/L 0.5 mol/L 塩酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 0.1 mol/L 1 mol/L 塩酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 0.2 mol/L 塩酸 18 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 0.5 mol/L 塩酸 45 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 1 mol/L 塩酸 90 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 2 mol/L 塩酸 180 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 3 mol/L 塩酸 270 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 5 mol/L 塩酸 450 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 6 mol/L 塩酸 540 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 7.5 mol/L 塩酸 675 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸試液, 10 mol/L 塩酸 900 mL に水を加えて 1000 mL とする.

塩酸ジエタノールアミン $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl}$ 淡黄色の液体である.

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.515 ~ 1.519

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.259 ~ 1.263

水分 (2.48) 本品 1 g 中, 水分は 1 mg 以下とする.

1-塩酸システイン 1-システイン塩酸塩一水和物 を見よ.

塩酸ジフェニドール $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{NO} \cdot \text{HCl}$ [医薬品各条, 「ジフェニドール塩酸塩」]

塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{N} \cdot \text{HCl}$ 塩酸ジフェニドール 1 g に 1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加え, 還流冷却器を付け, 1 時間加熱する. 冷後, クロロホルム 30 mL ずつで 2 回抽出する. クロロホルム油出液を合わせ, 水 10 mL ずつで 2 回洗った後, クロロホルムを減圧で留去する. 残留物をジエチルエーテル/エタノール (95) 混液 (3:1) から再結晶し, 得られた結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 2 時間乾燥する. 白色の結晶又は結晶性の粉末である.

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (250 nm) : 386 ~ 446 (0.01 g, 水, 1000 mL).

融点 (2.60) 176 ~ 180 °C

含量 99.0 % 以上. 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 酢酸 (100) 20 mL に溶かし, 無水酢酸 20 mL を加え, 0.05 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.40 mg $C_{21}H_{25}N \cdot HCl$

塩酸ジブカイン $C_{20}H_{29}N_3O_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ジブカイン塩酸塩」]

塩酸 *N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアミン *N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアミンモニウム二塩酸塩 を見よ。

塩酸ジルチアゼム $C_{22}H_{26}N_4O_4S \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ジルチアゼム塩酸塩」]

塩酸スレオプロカテロール $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$ 塩酸プロカテロールに 10 倍容量の 3 mol/L 塩酸試液を加え, 3 時間加熱還流する。冷後, 水酸化ナトリウム試液で中和 (pH 8.5) し, 析出する結晶をろ取する。この結晶を水に懸濁し, 塩酸を加えて pH 1 ~ 2 として溶解した後, 更に水酸化ナトリウム試液を加えて中和し, 析出する結晶をろ取する。この結晶を 2-プロパノールに懸濁した後, 塩酸を加えて pH 1 ~ 2 とする。結晶が溶解し, 再び結晶が析出する。この結晶をろ取し, 約 60 °C で通風乾燥する。白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。融点: 約 207 °C (分解)。

純度試験 本品 0.10 g を薄めたメタノール (1 → 2) 100 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 2 μL につき, 「プロカテロール塩酸塩水和物」の純度試験 (3) の操作条件に従い, 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりスレオプロカテロールの量を求めるとき, 95.0 % 以上である。ただし, 検出感度は試料溶液 5.0 mL に薄めたメタノール (1 → 2) を加えて 100 mL とした液 2 μL から得たスレオプロカテロールのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 10 % となるように調整し, 面積測定範囲は溶媒のピークの後からスレオプロカテロールの保持時間の約 2 倍の範囲とする。

塩酸セフカペンピボキシル $C_{23}H_{29}N_5O_8S_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ [医薬品各条, 「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」]

塩酸セミカルバジド $H_2NNHCONH_2 \cdot HCl$ 白色~淡黄色の結晶である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) 10 mL に, 硝酸銀試液 1 mL を加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

(2) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3420 cm^{-1} , 3260 cm^{-1} , 2670 cm^{-1} , 1684 cm^{-1} , 1582 cm^{-1} , 1474 cm^{-1} , 1386 cm^{-1} , 1210 cm^{-1} , 1181 cm^{-1} , 770 cm^{-1} 及び 719 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

塩酸タムスロシン $C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$ [医薬品各条, 「タムスロシン塩酸塩」]

塩酸チアラミド, 定量用 $C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$ [医薬品各条, 「チアラミド塩酸塩」] ただし, 乾燥したものを定量するとき, チアラミド塩酸塩 ($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸テトラサイクリン $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして 25 mL とし, 試料溶液とする。試料溶液 20 μL につき, 「オキシテトラサイクリン塩酸塩」の純度試験

(2) を準用し, 試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりそれらの量を求めるとき, テトラサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である。

塩酸ドパミン, 定量用 $C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ドパミン塩酸塩」] ただし, 乾燥したものを定量するとき, ドパミン塩酸塩 ($C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸トリメタジジン, 定量用 $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$ [医薬品各条, 「トリメタジジン塩酸塩」] ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, トリメタジジン塩酸塩 ($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸ニカルジピン, 定量用 $C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ニカルジピン塩酸塩」] ただし, 乾燥したものを定量するとき, ニカルジピン塩酸塩 ($C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸パバペリン $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「パバペリン塩酸塩」]

塩酸パバペリン, 定量用 $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「パバペリン塩酸塩」] ただし, 乾燥したものを定量するとき, パバペリン塩酸塩 ($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸パラアミノフェノール 塩酸 4-アミノフェノール を見よ。

L-塩酸ヒスチジン L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 を見よ。

塩酸ヒドララジン $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ヒドララジン塩酸塩」]

塩酸ヒドララジン, 定量用 $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ヒドララジン塩酸塩」] ただし, 乾燥したものを定量するとき, ヒドララジン塩酸塩 ($C_8H_8N_4 \cdot HCl$) 99.0 % 以上含むもの]

塩酸ヒドロキシアニンモニウム $NH_2OH \cdot HCl$ [K 8201, 塩化ヒドロキシルアンモニウム, 特級]

塩酸ヒドロキシアニンモニウム・エタノール試液 塩酸ヒドロキシアニンモニウム 34.8 g を水に溶かして 100 mL とし, A 液とする。酢酸ナトリウム三水和物 10.3 g 及び水酸化ナトリウム 86.5 g をとり, 水に溶かして 1000 mL とし, B 液とする。A 液 1 容, B 液 1 容及びエタノール (95) 4 容を混和する。

塩酸ヒドロキシアニンモニウム・塩化鉄 (III) 試液 塩化鉄 (III) 六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 200) 100 mL に塩酸を加えて酸性とし, 塩酸ヒドロキシアニンモニウム 1 g を加えて溶かす。

塩酸ヒドロキシアニンモニウム試液 塩酸ヒドロキシアニンモニウム 20 g を水に溶かし, 65 mL とする。この液を分液漏斗に入れ, チモールブルー試液 2 ~ 3 滴を加え, 液が黄色を呈するまでアンモニア水 (28) を加え, 更に *N,N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液 (1 → 25) 10 mL を加えてよく振り混ぜ, 5 分間放置する。次にこの液をクロロホルム 10 ~ 15 mL で抽出し, 抽出液 5 mL に硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1 → 100) 5 滴を加えて振り混ぜるとき, 液が黄色を呈しなくなるまで抽出を繰り返す。この水層にチモールブルー試液 1 ~ 2 滴を加え, 液が赤色を呈するまで希塩酸を滴加し, 更に水を加えて 100 mL とする。

塩酸ヒドロキシアニモニウム試液, pH 3.1 塩酸ヒドロキシアニモニウム 6.9 g を水 80 mL に溶かし, 希水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.1 に調整し, 更に水を加えて 100 mL とする。

塩酸ヒドロキシルアミン 塩酸ヒドロキシアニモニウム を見よ。

塩酸ヒドロキシルアミン・塩化第二鉄試液 塩酸ヒドロキシアニモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液 を見よ。

塩酸ヒドロキシルアミン試液 塩酸ヒドロキシアニモニウム試液 を見よ。

塩酸ヒドロキシルアミン試液, pH 3.1 塩酸ヒドロキシアニモニウム試液, pH 3.1 を見よ。

塩酸ヒドロコタルニン, 定量用 $C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$ [医薬品各条, 「ヒドロコタルニン塩酸塩水和物」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ヒドロコタルニン塩酸塩水和物 ($C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸ピペリジン $C_8H_{11}N \cdot HCl$ 白色の結晶性の粉末で, 水又はメタノールに溶ける。本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 5.0 である。

融点 (2.60) 247 ~ 252 °C

溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.25 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 薄めた硝酸 (1 → 3) 5 mL を加えた後, 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定 (2.50) 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 硝酸銀液 1 mL = 12.16 mg $C_8H_{11}N \cdot HCl$

塩酸 1-(4-ピリジル) ピリジニウムクロリド $C_{10}H_9ClN_2 \cdot HCl$ 本品は白色~黄白色の結晶性の粉末である。本品は水に極めて溶けやすく, エタノール (95) に極めて溶けにくく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 (2.60) 154 ~ 156 °C

塩酸ピリドキシシン $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ピリドキシシン塩酸塩」]

塩酸 o-フェナントロリン 塩酸 1,10-フェナントロリニウム一水和物 を見よ。

塩酸 1,10-フェナントロリニウム一水和物

$C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ [K 8202, 塩化 1,10-フェナントロリニウム一水和物, 特級]

塩酸フェニルヒドラジニウム $C_6H_5NHNH_2 \cdot HCl$ [K 8203, 塩化フェニルヒドラジニウム, 特級]

塩酸フェニルヒドラジニウム試液 希エタノールから再結晶した塩酸フェニルヒドラジニウム 65 mg をとり, 別に水 80 mL に硫酸 170 mL を注意しながら加えた液 100 mL に溶かす。

塩酸フェニルヒドラジン 塩酸フェニルヒドラジニウム を見よ。

塩酸フェニルヒドラジン試液 塩酸フェニルヒドラジニウム試液 を見よ。

塩酸フェニルピペラジン $C_{10}H_{14}N_2 \cdot HCl$ 白色の粉末である。融点: 約 247 °C (分解)。

塩酸フェネチルアミン $C_6H_5CH_2CH_2NH_2 \cdot HCl$ 白色の結晶又

は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 220 ~ 225 °C

塩酸プソイドエフェドリン $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。水, メタノール又は酢酸 (100) に溶けやすく, エタノール (99.5) にやや溶けやすく, 無水酢酸にほとんど溶けない。融点: 182 ~ 186 °C

純度試験 類縁物質 本品 1 mg を薄めたメタノール (1 → 2) 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 10 μ L につき, 「葛根湯エキス」の定量法 (1) を準用し, 液体クロマトグラフィー (2.01) によりエフェドリンの保持時間の 2 倍まで試験を行う。試料溶液のプソイドエフェドリン以外のピークの合計面積は溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない。

塩酸プロカイン $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「プロカイン塩酸塩」]

塩酸プロカイン, 定量用 $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「プロカイン塩酸塩」]

塩酸プロカインアミド $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ [医薬品各条, 「プロカインアミド塩酸塩」]

塩酸プロカインアミド, 定量用 $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ [医薬品各条, 「プロカインアミド塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, プロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸プロカテロール $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2 H_2O$ [医薬品各条, 「プロカテロール塩酸塩水和物」]

塩酸・2-プロパノール試液 2-プロパノール 100 mL に塩酸 0.33 mL を加えて混和し, 遮光して冷所で保存する。

塩酸プロプラノロール, 定量用 $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「プロプラノロール塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, プロプラノロール塩酸塩 ($C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$) 99.5 % 以上を含むもの]

塩酸ベチジン, 定量用 $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ベチジン塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ベチジン塩酸塩 ($C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸ベニジピン $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ベニジピン塩酸塩」]

塩酸ベニジピン, 定量用 $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ベニジピン塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ベニジピン塩酸塩 ($C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$) 99.5 % 以上を含むもの]

塩酸ベラパミル, 定量用 $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ベラパミル塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ベラパミル塩酸塩 ($C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸ベンゾイルメサコニン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{31}H_{43}NO_{10} \cdot HCl \cdot xH_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。水又はエタノール (99.5) にやや溶けやすい。融点: 約 250 °C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり, エタノール (99.5) 10 mL を正確に加えて溶かし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 10 μ L を, 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の

主スポット以外のスポットを認めない。

塩酸メタサイクリン $C_{22}H_{22}N_2O_8 \cdot HCl$ 黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 20 μ L につき、「ドキシサイクリン塩酸塩水和物」の純度試験(2)を準用し、試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、メタサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である。

塩酸・メタノール試液, 0.01 mol/L 0.5 mol/L 塩酸試液 20 mL にメタノールを加えて 1000 mL とする。

塩酸・メタノール試液, 0.05 mol/L 0.5 mol/L 塩酸試液 100 mL にメタノールを加えて 1000 mL とする。

dl-塩酸メチルエフェドリン $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$ [医薬品各条, 「dl-メチルエフェドリン塩酸塩」]

dl-塩酸メチルエフェドリン, 定量用 $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$ [医薬品各条, 「dl-メチルエフェドリン塩酸塩」]

塩酸メトホルミン, 定量用 $C_8H_{11}N_5 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「メトホルミン塩酸塩」]ただし、乾燥したものを定量するとき、メトホルミン塩酸塩 ($C_8H_{11}N_5 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸メビバカイン, 定量用 $C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$ [医薬品各条, 「メビバカイン塩酸塩」]ただし、乾燥したものを定量するとき、メビバカイン塩酸塩 ($C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸メフロキシン $C_{17}H_{16}F_6N_2O \cdot HCl$ [医薬品各条, 「メフロキシン塩酸塩」]

塩酸モルヒネ [医薬品各条, 「モルヒネ塩酸塩水和物」]

塩酸モルヒネ, 定量用 $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$ [医薬品各条, 「モルヒネ塩酸塩水和物」]ただし、定量するとき、換算した脱水物に対しモルヒネ塩酸塩 ($C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸 L-リジン $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「L-リジン塩酸塩」]

塩酸リトドリン $C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「リトドリン塩酸塩」]

塩酸ロキサチジンアセタート $C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」]

塩素 Cl_2 窒息性のおいがある黄緑色の気体で、空気より重く、水に溶ける。サラシ粉に塩酸を作用させて製する。耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい。

塩素酸カリウム $KClO_3$ [K 8207, 特級]

塩素試液 塩素の飽和水溶液を用いる。遮光した共栓瓶に入れ、全満してなるべく冷所に保存する。

遠藤培地 普通カンテン培地 1000 mL を水溶液中で加温して溶かし、pH を 7.5 ~ 7.8 に調整し、これにあらかじめ少量の水に溶かした乳糖一水和物 10 g を加え、よく混和した後、フクシン・エタノール試液 1 mL を加え、冷却して約 50 °C になったとき、新たに製した亜硫酸ナトリウム七水和物溶液 (1 → 10) を液が淡赤色になるまで少量ずつ滴加する。この際の亜硫酸ナトリウム七水和物溶液 (1 → 10) は約 10 ~ 15 mL を要する。この液を分注し、100 °C で 15 分間、1 日 1 回、3 日間、間けつ滅菌する。

遠藤平板培地 遠藤培地を加熱して溶解した後、約 50 °C に

冷却し、その約 20 mL をペトリ皿にとり、水平にして固まらせる。次に皿のふたを少し開いてふらん器内に入れ、内部の水蒸気及び平板上の凝固水を揮散させる。

エンドトキシン試験用水 [医薬品各条, 「注射用水」]又はその他の方法により製造した水で、エンドトキシン試験に用いるライセート試薬の検出限界で反応を示さないもの]

エンドトキシン試験用トリス緩衝液 トリス緩衝液, エンドトキシン試験用 を見よ。

エンフルラン $C_3H_2ClF_3O$ [医薬品各条]

オウゴニン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{16}H_{12}O_5$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノール又はエタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点: 204 ~ 208 °C

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 207 ~ 211 nm 及び 273 ~ 277 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μ L につき、「柴苓湯エキス」の確認試験 (3) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

王水 塩酸 3 容量に硝酸 1 容量を加える。用時製する。

p-オキシ安息香酸 パラオキシ安息香酸 を見よ。

p-オキシ安息香酸イソプロピル パラオキシ安息香酸イソプロピル を見よ。

p-オキシ安息香酸ベンジル パラオキシ安息香酸ベンジル を見よ。

2-オキシ-1-(2'-オキシ-4'-スルホ-1'-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 を見よ。

8-オキシキノリン 8-キノリノール を見よ。

オキシトシン $C_{43}H_{66}N_{12}O_{12}S_2$ [医薬品各条]

n-オクタデカン $C_{18}H_{38}$ 常温では無色又は白色の固体である。
純度試験 溶状 本品のクロロホルム溶液 (1 → 25) は澄明である。

オクタデシルシリル化シリカゲル, 前処理用 前処理用に製造したもの。

1-オクタノール $CH_3(CH_2)_6CH_2OH$ [K 8213, 特級]

n-オクタン C_8H_{18}

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.700 ~ 0.705

純度試験 本品 2 μ L につき、「ヒプロメロース」の定量法の操作条件に従い、ガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により n-オクタンの量を求めるとき、99.0 % 以上である。

オクタン, イソ 無色の液で、水にほとんど溶けない。クロロホルム又はジエチルエーテルと混和する。

純度試験 本品につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 230 nm, 250 nm 及び 280 nm における吸光度は、それぞれ 0.050, 0.010 及び 0.005 以下である。

1-オクタンスルホン酸ナトリウム $CH_3(CH_2)_7SO_3Na$ 白色の結晶又は粉末である。

強熱残分 (2.44) 32.2 ~ 33.0 % (1.0 g)。

オクチルアルコール 1-オクタノール を見よ。

n-オクチルベンゼン $C_{14}H_{22}$ 無色澄明の液で、特異なにおいがある。

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.854 ~ 0.863

蒸留試験 (2.57) 263 ~ 265 °C, 95 vol% 以上。

オストール, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{15}H_{16}O_3$ 白色の結晶性の粉末で、においはない。メタノール又は酢酸エチルに溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。融点: 83 ~ 84 °C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μ L につき、「ジャシヨウシ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

オフロキサシン脱メチル体 「(±)-9-フルオロ-2,3-ジヒドロ-3-メチル-7-オキソ-7H-10-(1-ピペラジニル)-ピリド[1,2,3-*de*][1,4]ベンゾキサジン-6-カルボン酸」 $C_{17}H_{18}FN_3O_4$ 白色~淡緑黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3050 cm^{-1} , 2840 cm^{-1} , 1619 cm^{-1} , 1581 cm^{-1} , 1466 cm^{-1} , 1267 cm^{-1} , 1090 cm^{-1} , 1051 cm^{-1} 及び 816 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

オリブ油 [医薬品各条]

オルシン $C_7H_5O_2$ 白色~淡赤褐色の結晶又は結晶性の粉末で、不快な甘味を有し、空气中で酸化されて赤くなる。水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶ける。

融点 (2.60) 107 ~ 111 °C

オルシン・塩化第二鉄試液 オルシン・塩化鉄 (III) 試液 を見よ。

オルシン・塩化鉄 (III) 試液 塩化鉄 (III) 六水和物の塩酸溶液 (1 → 1000) 1 mL にオルシン 10 mg を加えて溶かす。用時製する。

オルトキシレン *o*-キシレン を見よ。

オルトトルエンスルホンアミド *o*-トルエンスルホンアミド を見よ。

海砂 [K 8222, 特級]

カイニン酸 $C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$ [医薬品各条, 「カイニン酸水和物」]

カイニン酸, 定量用 $C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$ [医薬品各条, 「カイニン酸水和物」]

過塩素酸 $HClO_4$ [K 8223, 特級, 密度約 1.67 g/mL, 濃度 70.0 ~ 72.0 %]

過塩素酸・エタノール試液 過塩素酸 25.5 mL をエタノール (99.5) 50 mL に注意しながら加え、冷後、エタノール (99.5) を加えて 100 mL とする (3 mol/L)。

過塩素酸カリウム $KClO_4$ [K 8226, 特級]

過塩素酸第二鉄 過塩素酸鉄 (III) 六水和物 を見よ。

過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液 過塩素酸鉄 (III) ・エタノール試液 を見よ。

過塩素酸鉄 (III) ・エタノール試液 過塩素酸鉄 (III) 六水和物 0.8 g を過塩素酸・エタノール試液に溶かし、100 mL とする。

貯法 気密容器に入れ、冷所に保存する。

過塩素酸鉄 (III) 六水和物 $Fe(ClO_4)_3 \cdot 6H_2O$ 吸湿性のある

薄紫色の結晶で、エタノール (99.5) 溶液 (1 → 125) は澄明な橙赤色を呈する。

過塩素酸ナトリウム $NaClO_4 \cdot H_2O$ [K 8227, 過塩素酸ナトリウム一水和物, 特級]

過塩素酸バリウム $Ba(ClO_4)_2$ [K 9551, 特級]

過塩素酸ヒドロキシルアミン $NH_2OH \cdot HClO_4$ 吸湿性のある白色結晶で、水又はエタノール (95) に溶ける。

融点 (2.60) 87.5 ~ 90 °C

過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 過塩素酸ヒドロキシルアミン試液 2.99 mL にエタノール (99.5) を加えて 100 mL とする。

貯法 気密容器に入れ、冷所に保存する。

過塩素酸ヒドロキシルアミン試液 過塩素酸ヒドロキシルアミンを 13.4 % 含むエタノール (99.5) 溶液である。

貯法 気密容器に入れ、冷所に保存する。

過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 を見よ。

過塩素酸・無水エタノール試液 過塩素酸・エタノール試液 を見よ。

過ギ酸 ギ酸 9 容量に過酸化水素 (30) 1 容量を混和し、室温で 2 時間放置する。

貯法 冷所に保存する。

核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸 重塩酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用重水 重水, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸 重水素化ギ酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム 重水素化クロロホルム, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド 重水素化ジメチルスルホキシド, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン 重水素化ピリジン, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール 重水素化メタノール, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化溶媒 重水素化溶媒, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシラン テトラメチルシラン, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用トリフルオロ酢酸 トリフルオロ酢酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d₄ 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d₄, 核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ。

過酸化水素 (30) H_2O_2 [K 8230, 過酸化水素, 特級, 濃度 30.0 ~ 35.5 %]

過酸化水素試液 過酸化水素 (30) 1 容量に水 9 容量を加える。用時製する (3 %)。

過酸化水素試液, 希 過酸化水素 (30) 1 mL に水 500 mL

を混和する。この液 5 mL に水を加えて 100 mL とする。
用時製する。

過酸化水素水、強 過酸化水素 (30) を見よ。

過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 水/過酸化水素 (30) 混液 (9:1) にプロモフェノールブルー試液 3 滴を加え、液の色が紫青色を呈するまで 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加える。用時製する。

過酸化ナトリウム Na_2O_2 [K 8231, 特級]

過酸化ベンズイル, 25 % 含水 $(\text{C}_6\text{H}_5\text{CO})_2\text{O}_2$ 白色の湿った結晶又は粉末で、クロロホルム又はジエチルエーテルにやや溶けやすく、水又はエタノール (95) に極めて溶けにくい。

本品を乾燥したものの融点 (2.60) 103 ~ 106 °C (分解)。

乾燥減量 (2.41) 30 % 以下 (0.1 g, 減圧, シリカゲル, 恒量)。

ガスクロマトグラフィー用アセトアルデヒド アセトアルデヒド, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エステル アルキレングリコールフタル酸エステル, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用エタノール エタノール, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステル コハク酸ジエチレングリコールポリエステル, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 6 % シアノプロピル-6 % フェニル-メチルシリコーンポリマー 6 % シアノプロピル-6 % フェニル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 7 % シアノプロピル-7 % フェニル-メチルシリコーンポリマー 7 % シアノプロピル-7 % フェニル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールアジピン酸エステル ジエチレングリコールアジピン酸エステル, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールコハク酸エステル ジエチレングリコールコハク酸エステル, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサン 5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサン, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸 ステアリン酸, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物 (L) 石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物 (L), ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 D-ソルビトール D-ソルビトール, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフラン テトラヒドロフラン, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用テレフタル酸 テレフタル酸, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ (エチレンオキシ) エタノール ノニルフェノキシポリ (エチレンオキシ) エタノール, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸 パルミチン酸, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 25 % フェニル-25 % シアノプロピル-メチルシリコーンポリマー 25 % フェニル-25 % シアノプロピル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 35 % フェニル-メチルシリコーンポリマー 35 % フェニル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマー 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 65 % フェニル-メチルシリコーンポリマー 65 % フェニル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-50 % メチルポリシロキサン 50 % フェニル-50 % メチルポリシロキサン, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコール ポリアルキレングリコール, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコールモノエーテル ポリアルキレングリコールモノエーテル, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールエステル化物 ポリエチレングリコールエステル化物, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 400 ポリエチレングリコール 400, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 600 ポリエチレングリコール 600, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 1500 ポリエチレングリコール 1500, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 6000 ポリエチレングリコール 6000, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 15000-ジエポキシド ポリエチレングリコール 15000-ジエポキシド, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M ポリエチレングリコール 20 M, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用無水トリフルオロ酢酸 無水トリフルオロ酢酸, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマー メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

カゼイン, 乳製 カゼイン (乳製) を見よ。

カゼイン (乳製) [K 8234, 特級]

カゼイン製ペプトン ペプトン, カゼイン製 を見よ.

活性アルミナ 吸着力の特に強い酸化アルミニウム.

活性炭 [医薬品各条, 「薬用炭」]

活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液 リン脂質 0.4 mg に相当する量の活性部分トロンボプラスチン時間測定用試薬をとり, 水 1 mL に溶かす.

活性部分トロンボプラスチン時間測定用試薬 ウサギ脳から抽出, 精製したリン脂質 (0.4 mg/mL) を 2-[4-(2-ヒドロキシメチル)-1-ピペラジニル]プロパンスルホン酸溶液 (61 → 5000) 1 mL に懸濁し, シリカゲル 4.3 mg 及びデキストランを添加後, 凍結乾燥したもので, ヒト正常血漿を用いたときの活性部分トロンボプラスチン時間は 25 ~ 45 秒である.

カテコール $C_6H_4(OH)_2$ [K 8240, 特級]

果糖 $C_6H_{12}O_6$ [医薬品各条]

カドミウム地金 Cd [H 2113, 1 種]

カドミウム・ニンヒドリン試液 酢酸カドミウム二水和物 0.05 g に水 5 mL 及び酢酸 (100) 1 mL を加えて溶かし, 更に 2-ブタンオンを加えて 50 mL とする. この液にニンヒドリン 0.1 g を加えて溶かす. 用時製する.

カフェイン $C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$ [医薬品各条, 「カフェイン水和物」]

カフェイン, 無水 $C_8H_{10}N_4O_2$ [医薬品各条, 「無水カフェイン」]

カプサイシン, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用カプサイシン. ただし, 次の試験に適合するもの.

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1cm}$ (281 nm): 97 ~ 105 (0.01 g, メタノール, 200 mL). ただし, デシケーター (減圧, 酸化リン (V), 40°C) で 5 時間乾燥したもの.

純度試験 類縁物質 本品 0.010 g をメタノール 50 mL に溶かし, 試験溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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, 試料溶液のカプサイシン以外のピークの合計面積は標準溶液のカプサイシンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「トウガラシ」の成分含量測定法の試験条件を準用する.

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からカプサイシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「トウガラシ」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する.

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 20 mL とする. この液 20 μ L から得たカプサイシンのピーク面積が, 標準溶液のカプサイシンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する.

カプサイシン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{18}H_{27}NO_3$ 白色の結晶で強い刺激臭がある. メタノールに極めて溶けやすく, エタノール (95), ジエチルエーテルに溶けやすく, 水には

ほとんど溶けない.

融点 (2.60) 64.5 ~ 66.5°C

純度試験 類縁物質 本品 20 mg をメタノール 2 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 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, 「トウガラシ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, 試料溶液から得た R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

カプリル酸 $CH_3(CH_2)_6COOH$ 無色澄明の油状液体で, わずかに不快なおいがある. エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすく, 水に極めて溶けにくい.

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.426 ~ 1.430

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.908 ~ 0.912

蒸留試験 (2.57) 238 ~ 242°C, 95 vol% 以上.

n-カプリル酸エチル $C_{10}H_{20}O_2$ 無色~ほとんど無色澄明の液体である.

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.864 ~ 0.871

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g を, ジクロロメタン 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液 (1) とする. 試料溶液及び標準溶液 (1) 5 μ L ずつを正確にとり, 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) 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 *n*-カプリル酸エチル以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) の *n*-カプリル酸エチルのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は, 「ハッカ油」の定量法の操作条件を準用する.

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り, ジクロロメタンを加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (2) とする. 標準溶液 (2) 5 μ L から得た *n*-カプリル酸エチルのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する. また, 標準溶液 (1) 5 μ L から得た *n*-カプリル酸エチルのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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 *n*-カプリル酸エチルの保持時間の約 3 倍の範囲

過マンガン酸カリウム $KMnO_4$ [K 8247, 特級]

過マンガン酸カリウム試液 過マンガン酸カリウム 3.3 g を水に溶かし, 1000 mL とする (0.02 mol/L).

過マンガン酸カリウム試液, 酸性 過マンガン酸カリウム試液 100 mL に硫酸 0.3 mL を加える.

過ヨウ素酸カリウム KIO_4 [K 8249, 過よう素酸カリウム, 特級]

過ヨウ素酸カリウム試液 過ヨウ素酸カリウム 2.8 g に水 200 mL を加え, これに硫酸 20 mL を振り混ぜながら滴加して溶かし, 冷後, 水を加えて 1000 mL とする.

過ヨウ素酸ナトリウム $NaIO_4$ [K 8256, 過よう素酸ナトリウム, 特級]

過ヨウ素酸ナトリウム試液 過ヨウ素酸ナトリウム 60.0 g を 0.05 mol/L 硫酸試液 120 mL 及び水に溶かし, 1000 mL とする. 遮光して保存する.

ガラクトース D-ガラクトース を見よ。

D-ガラクトース $C_6H_{12}O_6$ 。白色の結晶，粒又は粉末である。

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3390 cm^{-1} ， 3210 cm^{-1} ， 3140 cm^{-1} ， 1151 cm^{-1} ， 1068 cm^{-1} ， 956 cm^{-1} ， 836 cm^{-1} ， 765 cm^{-1} 及び 660 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: $+79 \sim +82^\circ$ (デシケーター (シリカゲル) で 18 時間乾燥後，2.5 g，薄めたアンモニア水 (28) (1 → 300)，25 mL，100 mm)。

カリジノゲナーゼ測定用基質試液 (1) 基質試液 (1)，カリジノゲナーゼ測定用 を見よ。

カリジノゲナーゼ測定用基質試液 (2) 基質試液 (2)，カリジノゲナーゼ測定用 を見よ。

カリジノゲナーゼ測定用基質試液 (3) 基質試液 (3)，カリジノゲナーゼ測定用 を見よ。

カリジノゲナーゼ測定用基質試液 (4) 基質試液 (4)，カリジノゲナーゼ測定用 を見よ。

過硫酸アンモニウム ペルオキシ二硫酸アンモニウム を見よ。

過硫酸カリウム ペルオキシ二硫酸カリウム を見よ。

カルバゾクロム $C_{10}H_{12}N_4O_3$ 。黄赤色～赤色の結晶又は結晶性の粉末である。融点: 約 222°C (分解)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.2 g を精密に量り，酢酸 (100) 20 mL を加え，加温して溶かした後，無水酢酸 80 mL を加え，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 23.62 mg $C_{10}H_{12}N_4O_3$

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム，成分含量測定用 [医薬品各条，「カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物」ただし，水分を測定するとき，14.0 ~ 15.0 %，また換算した脱水物に対しカルバゾクロムスルホン酸ナトリウム ($C_{10}H_{11}N_4NaO_3S$) 99.0 % 以上を含むもの]

カルバミン酸エチル $H_2NCOOC_2H_5$ 。白色の結晶又は粉末である。

融点 (2.60) $48 \sim 50^\circ\text{C}$

純度試験 溶状 本品 5 g を水 20 mL に溶かすとき，液は澄明である。

還元鉄 Fe 鉄粉 を見よ。

緩衝液，セルモロイキン用 pH 6.8 の 0.5 mol/L トリス緩衝液 12.5 mL，ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1 → 10) 10 mL，グリセリン 10 mL 及び水 17.5 mL を加えて振り混ぜた後，プロモフェノールブルー 5 mg を加えて溶かす。

貯法 遮光して，冷所に保存する。

緩衝液用 1 mol/L クエン酸試液 クエン酸試液，1 mol/L，緩衝液用 を見よ。

緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液 フタル酸水素カリウム試液，0.2 mol/L，緩衝液用 を見よ。

緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液，緩衝液用 を見よ。

緩衝液用 1 mol/L リン酸一水素カリウム試液 リン酸水素二カリウム試液，1 mol/L，緩衝液用 を見よ。

緩衝液用 1 mol/L リン酸水素二カリウム試液 リン酸水素二

カリウム試液，1 mol/L，緩衝液用 を見よ。

緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 リン酸二水素カリウム試液，0.2 mol/L，緩衝液用 を見よ。

25 % 含水過酸化ベンゾイル 過酸化ベンゾイル，25 % 含水 を見よ。

4 % 含水中性アルミナ 中性アルミナ，4 % 含水 を見よ。

乾燥炭酸ナトリウム Na_2CO_3 [医薬品各条]

乾燥用塩化カルシウム 塩化カルシウム，乾燥用 を見よ。

乾燥用合成ゼオライト 合成ゼオライト，乾燥用 を見よ。

カンテン [K 8263，寒天，特級，又は医薬品各条，「カンテン」又は「カンテン末」ただし，それぞれ乾燥減量は 15 % 以下のもの]

カンテン斜面培地 試験管に普通カンテン培地約 10 mL ずつを分注し，高圧蒸気滅菌を行った後，培地が固まらないうちに試験管を斜めに静置して固まらせる。凝固水のなくなったものは，再び加温溶解して製する。

カンテン培地，普通 普通カンテン培地 を見よ。

含糖ペプシン [医薬品各条]

d-カンファスルホン酸 $C_{10}H_{16}O_4S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なおいがある。水に極めて溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすい。

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である。

乾燥減量 (2.41) 2.0 % 以下 (1 g， 105°C ，5 時間)。

含量 換算した乾燥物に対し，99.0 % 以上。定量法 本品約 4 g を精密に量り，水 50 mL を加えて溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: メチルレッド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い，補正する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 232.3 mg $C_{10}H_{16}O_4S$

カンフル $C_{10}H_{16}O$ [医薬品各条，「d-カンフル」又は「dl-カンフル」]

希エタノール エタノール，希 を見よ。

希塩化第二鉄試液 塩化鉄 (III) 試液，希 を見よ。

希塩化鉄 (III) 試液 塩化鉄 (III) 試液，希 を見よ。

希塩酸 塩酸，希 を見よ。

希過酸化水素試液 過酸化水素試液，希 を見よ。

希ギムザ試液 プラスチック製医薬品容器試験法 (7.02) を見よ。

希五酸化バナジウム試液 酸化バナジウム (V) 試液，希 を見よ。

希酢酸 酢酸，希 を見よ。

ギ酸 $HCOOH$ [K 8264，ぎ酸，特級，密度 1.21 g/mL 以上]

ギ酸アンモニウム $HCOONH_4$ 無色の結晶で，水に極めて溶けやすい。

融点 (2.60) $116 \sim 119^\circ\text{C}$

ギ酸アンモニウム緩衝液，0.05 mol/L，pH 4.0 ギ酸アンモニウム 3.5 g を水約 750 mL に溶かし，ギ酸を加えて pH を 4.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする。

希酸化バナジウム (V) 試液 酸化バナジウム (V) 試液，希 を見よ。

キシナンテン $C_{13}H_{10}O$ 白色～淡黄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る。

融点 (2.60) 98 ~ 102°C

水分 (2.48) 0.5 % 以下 (0.15 g)。

キサンテン-9-カルボン酸 $C_{14}H_{10}O_3$ 臭化プロパンテリン 0.25 g に水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かす。この液を沸騰するまで加熱し、更に 2 分間加熱を続ける。60°C に冷却した後、希硫酸 5 mL を加え、冷後、沈殿をろ取し、水でよく洗う。残留物を希エタノールから再結晶した後、デシケーター (減圧、シリカゲル) で 3 時間乾燥する。

融点 (2.60) 217 ~ 222°C

キサントヒドロール $C_{13}H_{10}O_2$ 白色~微黄色の粉末で、エタノール (95)、酢酸 (100)、クロロホルム又はジエチルエーテルに溶け、水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 121 ~ 124°C

強熱残分 (2.44) 2.0 % 以下 (0.5 g)。

キサントン $C_{13}H_8O_2$ 淡黄色の粉末で、クロロホルムに溶けやすく、熱湯又はジエチルエーテルに溶けにくい。

融点 (2.60) 174 ~ 176°C

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をとり、クロロホルムに溶かし、正確に 10 mL とした液 5 μ L につき、「プロパンテリン臭化物」の純度試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない。

ギ酸 *n*-ブチル $HCOO(CH_2)_3CH_3$ 無色の澄明な液で、特異なにおいがある。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.884 ~ 0.904

希次酢酸鉛試液 次酢酸鉛試液、希 を見よ。

希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液、噴霧用 L-酒石酸 10 g を水 50 mL に溶かす。これに次硝酸ビスマス試液 5 mL を加える。

基質緩衝液、セルモロイキン用 クエン酸三カリウム一水和物 32.4 g を水に溶かして 1000 mL とし、緩衝液用 1 mol/L クエン酸試液を加え、pH 5.5 に調整する。この液 100 mL に *o*-フェニレンジアミン 0.44 g を加えて溶かした後、過酸化水素 (30) 60 μ L を加える。用時製する。

基質試液、塩化リゾチーム用 *Micrococcus luteus* の乾燥菌体適量に pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えて穏やかに振り混ぜ、混濁した後、波長 640 nm の吸光度が約 0.65 になるように、更に乾燥菌体又は pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加える。用時製する。

基質試液 (1)、カリジノゲナーゼ測定用 H-D-バリル-L-ロイシル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド二塩酸塩の適量をと、pH 8.0 の 0.1 mol/L トリス緩衝液に溶かし、その 5 mL 中に H-D-バリル-L-ロイシル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド二塩酸塩 1 mg を含む溶液を調製する。

基質試液 (2)、カリジノゲナーゼ測定用 *N*- α -ベンゾイル-L-アルギニンエチル塩酸塩 17.7 mg に pH 8.0 の 0.1 mol/L トリス緩衝液を加えて溶かし、全量を 100 mL とする。

基質試液 (3)、カリジノゲナーゼ測定用 ハンマーステン法により精製したカゼイン (乳製) 0.6 g を 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 80 mL に懸濁し、65°C で 20 分間加熱して溶かす。冷後、1 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で pH を 8.0 に調整し、水を加えて正確に

100 mL とする。用時調製する。

基質試液 (4)、カリジノゲナーゼ測定用 H-D-バリル-L-ロイシル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド二塩酸塩 0.025 g を水 28.8 mL に溶かす。

希 2,6-ジブロモ-N-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液 2,6-ジブロモ-N-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液、希 を見よ。

希 *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (III) 試液、希 を見よ。

希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (III) 試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (III) 試液、希 を見よ。

希硝酸 硝酸、希 を見よ。

キシリトール $C_6H_{12}O_5$ [医薬品各条]

キシレノールオレンジ $C_{31}H_{30}N_2Na_2O_{13}S$ [K 9563, 特級]

キシレノールオレンジ試液 キシレノールオレンジ 0.1 g を水に溶かし、100 mL とする。

キシレン $C_6H_4(CH_3)_2$ [K 8271, 1 級]

o-キシレン $C_6H_4(CH_3)_2$ 無色澄明の液体である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.501 ~ 1.506

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.875 ~ 0.885

蒸留試験 (2.57) 143 ~ 146°C, 95 vol% 以上。

キシレンシアノール FF $C_{28}H_{27}N_2NaO_7S_2$ [K 8272, 特級]

キシロース D-キシロース を見よ。

D-キシロース $C_6H_{12}O_5$ [食品添加物公定書, D-キシロース]

希水酸化カリウム・エタノール試液 水酸化カリウム・エタノール試液、希 を見よ。

希水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム試液、希 を見よ。希チモールブルー試液 チモールブルー試液、希 を見よ。

n-吉草酸 $CH_3(CH_2)_3COOH$ 無色~微黄色澄明の液で、特異なにおいがある。エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和し、水にやや溶けやすい。

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.936 ~ 0.942

蒸留試験 (2.57) 186 ~ 188°C, 98 vol% 以上。

希鉄・フェノール試液 鉄・フェノール試液、希 を見よ。

キニノーゲン ウシ血漿より精製したキニノーゲン。ただし、本品の適量をと、pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、その 10 mL 中にキニノーゲン 1 mg を含む溶液を調製して試料溶液とし、以下の試験を行うとき、それぞれの基準に適合する。

(i) 調製直後の試料溶液 0.5 mL にトリクロロ酢酸溶液 (1 \rightarrow 5) 0.1 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離する。上澄液 0.5 mL に pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 0.5 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mL を量り、トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 1.9 mL を加える。この液 0.1 mL を用いて、「カリジノゲナーゼ」の純度試験 (2) を準用し、キニン量を測定するとき、キニンは検出されない。

(ii) 試験溶液 0.5 mL を 30 \pm 0.5°C で 20 分間加熱し、(i) と同様に操作するとき、キニンは検出されない。

(iii) 試料溶液 0.5 mL を用いて、「カリジノゲナーゼ」の純度試験 (2) を準用し、試験を行うとき、ブラジキニンの分解を認めない。

(iv) 試料溶液 0.5 mL に、あらかじめ 30 \pm 0.5°C で 5

分間加温した 500 μg の結晶トリプシンを含む pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液 0.5 mL を加え、 $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 5 分間加温し、トリクロロ酢酸溶液 (1 → 5) 0.2 mL を加えて振り混ぜる。3 分間煮沸し、直ちに氷冷した後、遠心分離する。上澄液 0.5 mL に pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 0.5 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mL を量り、トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 0.9 mL を加える。この液 0.1 mL にトリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液を加えて 20 mL とし、(i)と同様に操作して、1 ウェル当たりのキニン量 B_k を測定する。次の式から本品 1 mg のキニン遊離能を求めるとき、キニン遊離能はブラジキニンとして 10 $\mu\text{g}/\text{mg}$ 以上である。

本品 1 mg のキニン遊離能 (μg ブラジキニン等量/mg)
 $= B_k \times 0.0096$

キノノーゲン試液 キノノーゲン適量を取り、pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、その 1 mL 中にブラジキニン 1 μg 以上のキニン遊離能を持つ溶液を調製する。

8-キノリノール $\text{C}_8\text{H}_7\text{NO}$ [K 8775, 特級]

キノリン $\text{C}_8\text{H}_7\text{N}$ [K 8279, 特級]

キノリン試液 キノリン 50 mL を、あらかじめ加温した薄めた塩酸 (1 → 6) 360 mL に加えて混和し、冷後、必要ならばろ過する。

希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液、希を見よ。
 希フォリン試液 フォリン試液、希を見よ。

希プロモフェノールブルー試液 プロモフェノールブルー試液、希を見よ。

希ホルムアルデヒド試液 プラスチック製医薬品容器試験法 (7.02) を見よ。

ギムザ試液 アズールII-エオシンY 3 g 及びアズールII 0.8 g をグリセリン 250 g に加え、 60°C に加温して溶かし、冷後、メタノール 250 g を加え、よく混和して製する。24 時間放置した後、ろ過する。密栓して保存する。

アズールII-エオシンY はエオシンY とアズールII を結合させたもの。

アズールII はメチレンブルーを酸化して製したメチレンアズール (アズールI) とメチレンブルーの等量混合物である。
 希メチルレッド試液 メチルレッド試液、希を見よ。

吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド ジメチルスルホキシド、吸収スペクトル用を見よ。

吸収スペクトル用ヘキサン ヘキサン、吸収スペクトル用を見よ。

吸収スペクトル用 *n*-ヘキサン ヘキサン、吸収スペクトル用を見よ。

強アンモニア水 アンモニア水 (28) を見よ。

強塩基性イオン交換樹脂 イオン交換基が強塩基性で、粒子径が 100 μm 程度のもの。

強過酸化水素水 過酸化水素 (30) を見よ。

強酢酸第二銅試液 酢酸銅 (II) 試液、強を見よ。

強酢酸銅 (II) 試液 酢酸銅 (II) 試液、強を見よ。

強酸性イオン交換樹脂 イオン交換基が強酸性で、粒子径が 100 μm 程度のもの。

希ヨウ素試液 ヨウ素試液、希を見よ。

希硫酸 硫酸、希を見よ。

希硫酸第二鉄アンモニウム試液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液、希を見よ。

希硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液、希を見よ。

[6]-ギンゲロール、薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{O}_4$ 黄白色～黄色の液体又は固体である。メタノール、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、メタノール 2 mL を正確に加えて溶かした液 10 μL につき、「ショウキョウ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

ギンセノシド Rc $\text{C}_{53}\text{H}_{90}\text{O}_{22} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 白色の結晶性の粉末で、においはない。

純度試験 本品 1 mg を薄めたメタノール (3 → 5) に溶かし、10 mL とし、試料溶液とする。この液 10 μL につき、「ニンジン」の定量法 (2) の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) によりギンセノシド Rc が溶出し終わるまで試験を行う。試料溶液のギンセノシド Rc 以外のピークの合計面積は溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない。

ギンセノシド Re $\text{C}_{48}\text{H}_{82}\text{O}_{18} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 白色の結晶性の粉末で、においはない。

純度試験 本品 1.0 mg を薄めたメタノール (3 → 5) に溶かし、10 mL とし、試料溶液とする。この液 10 μL につき、「ニンジン」の定量法 (1) の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) によりギンセノシド Re が溶出し終わるまで試験を行う。試料溶液のギンセノシド Re 以外のピークの合計面積は溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない。

ギンセノシド Rg₁、薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{42}\text{H}_{72}\text{O}_{14}$ 白色の結晶性粉末で、味はわずかに苦い。メタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 (2.60) $194 \sim 196.5^\circ\text{C}$

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、メタノール 1 mL を加えて溶かした液 20 μL につき、「ニンジン」の確認試験 (2) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

金属ナトリウム ナトリウム を見よ。

キンヒドロロン $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2$ 緑色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) $169 \sim 172^\circ\text{C}$

グアイフェネシン $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_4$ [医薬品各条]

グアヤコール $\text{CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{OH}$ 無色～黄色澄明の液又は無色の結晶で、特異な芳香がある。水にやや溶けにくく、エタノール (95)、クロロホルム又はジエチルエーテルに澄明に混和する。融点: 約 28°C

純度試験 本品 0.5 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりグアヤコールの量を求めるとき、99.0 % 以上である。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：200 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：グアヤコールの保持時間が 4 ~ 6 分になるように調整する。

検出感度：本品 0.5 μL から得たグアヤコールのピーク高さがフルスケールの約 90 % になるように調整する。

面積測定範囲：グアヤコールの保持時間の約 3 倍の範囲

グアヤコールスルホン酸カリウム $\text{C}_7\text{H}_7\text{KO}_5\text{S}$ [医薬品各条]

クエン酸 クエン酸一水和物 を見よ。

クエン酸アンモニウム クエン酸水素二アンモニウム を見よ。
クエン酸アンモニウム鉄 (III) [食品添加物公定書，クエン酸鉄アンモニウム]

クエン酸一水和物 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [K 8283，特級，又は医薬品各条，「クエン酸水合物」]

クエン酸・酢酸試液 クエン酸一水和物 1 g に無水酢酸 90 mL 及び酢酸 (100) 10 mL を加え，振り混ぜて溶かす。

クエン酸三カリウム一水和物 $\text{C}_6\text{H}_5\text{K}_3\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末。水に極めて溶けやすく，エタノール (95) にほとんど溶けない。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.2 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 32.44 mg $\text{C}_6\text{H}_5\text{K}_3\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$

クエン酸三ナトリウム二水和物 $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K 8288，特級，又は医薬品各条，「クエン酸ナトリウム水合物」]

クエン酸試液，0.01 mol/L クエン酸一水和物 2.1 g を水に溶かし，1000 mL とする。

クエン酸試液，1 mol/L，緩衝液用 クエン酸一水和物 210.14 g を水に溶かし，1000 mL とする。

クエン酸水素二アンモニウム $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7$ [K 8284，特級]

クエン酸第二鉄アンモニウム クエン酸アンモニウム鉄 (III) を見よ。

クエン酸ナトリウム クエン酸三ナトリウム二水和物 を見よ。

クエン酸・無水酢酸試液 クエン酸一水和物 1 g に無水酢酸 50 mL を加え，加熱して溶かす。用時製する。

クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液 クエン酸一水和物 2.1 g，リン酸水素二カリウム 13.4 g 及びリン酸二水素カリウム 3.1 g を水/アセトニトリル混液 (3:1) 1000 mL に溶かす。

クペロン $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_2$ [K 8289，特級]

クペロン試液 クペロン 6 g を水に溶かし，100 mL とする。用時製する。

クーマシー染色試液 クーマシーブリリアントブルー R-250 125 mg を水/メタノール/酢酸 (100) 混液 (5:4:1) 100 mL に溶かし，ろ過する。

クーマシーブリリアントブルー G-250 $\text{C}_{47}\text{H}_{48}\text{N}_3\text{NaO}_7\text{S}_2$ 濃紫色の粉末である。本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100000) は，波長 608 nm に吸収の極大を示す。

クーマシーブリリアントブルー R-250 $\text{C}_{45}\text{H}_{44}\text{N}_3\text{NaO}_7\text{S}_2$ 濃青紫色の粉末でにおいはない。

含量 50 % 以上。

グリコール酸 $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_3$ 純度 98.0 % 以上

グリシン $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$ [K 8291，特級]

グリース・ロメン亜硝酸試薬 1-ナフチルアミン 1 g，スルファニル酸 10 g 及び L-酒石酸 89 g を乳鉢でよくすりつぶして製する。

貯法 遮光した気密容器。

グリース・ロメン硝酸試薬 1-ナフチルアミン 1 g，スルファニル酸 10 g 及び亜鉛粉末 1.5 g を乳鉢でよくすりつぶして製する。

貯法 遮光した気密容器。

クリスタルバイオレット $\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{ClN}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ [K 8294，特級]

クリスタルバイオレット試液 クリスタルバイオレット 0.1 g を酢酸 (100) 10 mL に溶かす。

グリセリン $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ [K 8295，特級，又は医薬品各条，「濃グリセリン」]

85 % グリセリン $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ [医薬品各条，「グリセリン」]

グリセリン塩基性試液 グリセリン 200 g に水を加え，235 g とする。この液に水酸化ナトリウム試液 142.5 mL 及び水 47.5 mL を加える。

グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{42}\text{H}_{62}\text{O}_{16} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 白色の結晶性の粉末で，特異な甘味がある。熱湯又はエタノール (95) に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない。融点：213 ~ 218 °C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 0.010 g を希エタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，「カンゾウ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない。

クルクミン $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_6$ [K 8297，特級]

クルクミン試液 クルクミン 0.125 g を酢酸 (100) に溶かし，100 mL とする。用時製する。

グルコースオキシダーゼ *Aspergillus niger* から得たもので，白色の粉末である。水に溶けやすい。本品 1 mg は約 200 単位を含む。ただし，本品の 1 単位はグルコースを基質にして，pH 7.0，25 °C において 1 分間に 1 μmol の *d*-グルコノ- δ -ラク톤を生成する酵素量とする。

グルコース検出用試液 グルコースオキシダーゼ 1600 単位，4-アミノアンチピリン 0.016 g，ペルオキシダーゼ 145 単位及びパラオキシ安息香酸 0.27 g を pH 7.0 のトリス緩衝液に溶かし，200 mL とする。

グルコース検出用試液，ペニシリウム由来 β -ガラクトシダーゼ用 グルコースオキシダーゼ 500 単位以上，ペルオキシダーゼ 50 単位以上，4-アミノアンチピリン 0.01 g 及びフェノール 0.1 g を pH 7.2 リン酸塩緩衝液に溶かし，100 mL とする。

グルコン酸カルシウム, 薄層クロマトグラフィー用 [医薬品各条, 「グルコン酸カルシウム水和物」ただし, 「グルコン酸カルシウム水和物」の確認試験(1)を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めないもの]

L-グルタミン $\text{H}_2\text{NCO}(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{NH}_2)\text{COOH}$ [K 9103, 特級]

L-グルタミン酸 $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{NH}_2)\text{COOH}$ [K 9047, 特級]

グルタミン試液 プラスチック製医薬品容器試験法(7.02)を見よ。

7-(グルタルリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン $\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{N}_6\text{O}_7$ 白色の粉末で, 酢酸(100)に溶けやすく, ジメチルスルホキシドにやや溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

吸光度(2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (325 nm): 310 ~ 350 [2 mg, 薄めた酢酸(100)(1 → 500), 200 mL].

旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -50 ~ -60° [0.1 g, 薄めた酢酸(100)(1 → 2), 10 mL, 100 mm].

純度試験 類縁物質 本品 5 mg を酢酸(100) 0.5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸(100) 混液(15:12:10:3)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾し, 更に 80°C で 30 分間乾燥する。冷後, 薄層板をヨウ素蒸気を満たした槽中に入れ, 30 分間放置するとき, R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない。

7-(グルタルリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン試液 7-(グルタルリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン 5 mg を酢酸(100) 0.5 ~ 1 mL に溶かし, 凍結乾燥する。これにジメチルスルホキシド 1 mL を加えて溶かし, A 液とする。2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 30.0 g 及び塩化ナトリウム 14.6 g を水 400 mL に溶かし, 希塩酸を加えて pH を 8.5 に調整し, 水を加えて 500 mL とし, B 液とする。A 液 1 mL 及び B 液 500 mL を用時混和する。

クレゾール $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})$ [医薬品各条]

m-クレゾール $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})$ [K 8305, 特級]

クレゾールレッド $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_5\text{S}$ [K 8308, 特級]

クレゾールレッド試液 クレゾールレッド 0.1 g をエタノール(95) 100 mL に溶かし, 必要ならばろ過する。

クロキサゾラム $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$ [医薬品各条]

クロトリマゾール $\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{ClN}_2$ [医薬品各条]

γ -グロブリン ヒト血清より Cohn の第 II, III 分画として得られた血漿たん白質で, 白色の結晶性粉末であり, γ -グロブリンは総たん白質の 98 % 以上である。

クロム酸カリウム K_2CrO_4 [K 8312, 特級]

クロム酸カリウム試液 クロム酸カリウム 10 g を水に溶かし, 100 mL とする。

クロム酸銀飽和クロム酸カリウム試液 クロム酸カリウム 5 g を水 50 mL に溶かし, 微赤色の沈殿を生じるまで硝酸銀試液を加えた後, ろ過する。ろ液に水を加えて 100 mL

とする。

クロム酸・硫酸試液 硫酸に酸化クロム(VI)を飽和する。

クロモトローブ酸試液 水 30 mL に硫酸 68 mL を注意して加え, 冷後, 水を加えて 100 mL とした液にクロモトローブ酸二ナトリウム二水和物 0.05 g を溶かす。遮光して保存する。

クロモトローブ酸試液, 濃 クロモトローブ酸二ナトリウム二水和物 0.5 g を硫酸 50 mL に懸濁し, 遠心分離した上澄液を用いる。用時製する。

クロモトローブ酸二ナトリウム二水和物 $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K 8316, 特級] 遮光して保存する。

クロモトローブ酸 クロモトローブ酸二ナトリウム二水和物を見よ。

クロモトローブ酸試液 クロモトローブ酸試液を見よ。

クロモトローブ酸試液, 濃 クロモトローブ酸試液, 濃 を見よ。
クロラミン トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物を見よ。

クロラミン試液 トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液を見よ。

クロラムフェニコール $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_5$ [医薬品各条]

p-クロロアニリン 4-クロロアニリンを見よ。

p-クロロ安息香酸 4-クロロ安息香酸を見よ。

クロルジアゼポキシド $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{ClN}_3\text{O}$ [医薬品各条]

クロルジアゼポキシド, 定量用 $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{ClN}_3\text{O}$ [医薬品各条, 「クロルジアゼポキシド」ただし, 乾燥したものを定量するとき, クロルジアゼポキシド($\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{ClN}_3\text{O}$) 99.0 % 以上を含むもの]

p-クロロフェノール 4-クロロフェノールを見よ。

クロルプロパミド, 定量用 $\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}_3\text{S}$ [医薬品各条, 「クロルプロパミド」ただし, 乾燥したものを定量するとき, クロルプロパミド($\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}_3\text{S}$) 99.0 % 以上を含むもの]

p-クロロベンゼンスルホンアミド 4-クロロベンゼンスルホンアミドを見よ。

4-クロロアニリン $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Cl}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく, 熱湯にやや溶けやすい。

融点(2.60) 70 ~ 72°C

強熱残分(2.44) 0.1 % 以下(1 g)。

4-クロロ安息香酸 $\text{ClC}_6\text{H}_4\text{COOH}$ 白色の結晶又は粉末である。エタノール(95)にやや溶けにくく, クロロホルムに溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

融点(2.60) 238 ~ 242°C

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.3 g を精密に量り, 中和エタノール 30 mL に溶かし, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 15.66 mg $\text{C}_7\text{H}_5\text{ClO}_2$

クロロゲン酸, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_9 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

白色の粉末で, メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく, 水にやや溶けにくい。融点: 約 205°C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層クロマトグ

ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (6:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

クロロ酢酸 $C_2H_3ClO_2$ [K 8899, 特級]

1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン $C_6H_3(NO_2)_2Cl$ [K 8478, 特級]

(2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{19}H_{15}ClO$ クロトリマゾール 5 g に 0.2 mol/L 塩酸試液 300 mL を加え, 30 分間煮沸する。冷後, ジエチルエーテル 100 mL で抽出する。ジエチルエーテル抽出液を 0.2 mol/L 塩酸試液 10 mL ずつで 2 回, 次いで水 10 mL ずつで 2 回洗う。ジエチルエーテル抽出液に無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜた後, ろ過する。ろ液のジエチルエーテルを留去し, 残留物にメタノール 200 mL を加え, 加温して溶かし, ろ過する。ろ液を加温し, かき混ぜながら水 100 mL を徐々に加える。水冷後, 析出した結晶をろ取し, デシケーター (酸化リン (V)) で 24 時間乾燥する。白色の結晶性の粉末である。

ジクロロメタンに極めて溶けやすく, ジエチルエーテルに溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 92 ~ 95 °C

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をとり, ジクロロメタンに溶かし, 正確に 20 mL とした液 10 μ L につき, 「クロトリマゾール」の純度試験 (7) を準用し, 試験を行うとき, 主スポット以外のスポットを認めない。

4-クロロフェノール ClC_6H_4OH 無色~わずかに赤色の結晶又は結晶の塊で, 特異なおいがある。エタノール (95), クロロホルム, ジエチルエーテル又はグリセリンに極めて溶けやすく, 水にやや溶けにくい。融点: 約 43 °C

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り, ヨウ素瓶に入れ, 0.05 mol/L 臭素液 20 mL を正確に加え, 更に塩酸 5 mL を加え, 直ちに密栓して 30 分間しばしば振り混ぜた後, 15 分間放置する。次にヨウ化カリウム溶液 (1 → 5) 5 mL を加え, 直ちに密栓してよく振り混ぜた後, 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: デンブン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 3.214 mg C_6H_5ClO

貯法 遮光した気密容器。

クロロブタノール C_4H_9ClO [医薬品各条]

4-クロロベンゼンジアゾニウム塩試液 4-クロロアニリン 0.5 g を塩酸 1.5 mL 及び水に溶かして 100 mL とする。この液 10 mL に亜硝酸ナトリウム試液 10 mL 及びアセトン 5 mL を加えて混和する。用時製する。

4-クロロベンゼンスルホンアミド $ClC_6H_4SO_2NH_2$ 白色~微黄色の結晶性の粉末で, においはなく, アセトンに溶ける。

純度試験 類縁物質 本品 0.60 g をとり, アセトンに溶かし, 正確に 300 mL とした液 5 μ L につき, 「クロルブ

ロパミド」の純度試験 (5) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

クロロホルム $CHCl_3$ [K 8322, 特級]

クロロホルム, エタノール不含 クロロホルム 20 mL を水 20 mL と 3 分間穏やかによく振り混ぜた後, クロロホルム層を分取する。これを水 20 mL ずつで 2 回洗い, 乾燥ろ紙でろ過する。ろ液に無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて 5 分間よく振り混ぜ, 2 時間放置した後, 乾燥ろ紙でろ過する。用時製する。

ケイソウ土 [K 8330, けい藻土, 1 級]

ケイタングステン酸二十六水和物 $SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 26H_2O$ 白色又はわずかに黄色を帯びた結晶であり, 潮解性がある。水又はエタノール (95) に極めて溶けやすい。

強熱減量 (2.43) 14 ~ 15 % (2 g, 110 °C で 2 時間乾燥後, 700 ~ 750 °C, 恒量)。

溶状 本品の水溶液 (1 → 20) は無色澄明である。

ケイ皮酸 $C_9H_8O_2$ 白色の結晶性の粉末で, 特有のにおいがある。

融点 (2.60) 132 ~ 135 °C

(E)-ケイ皮酸, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用 (E)-ケイ皮酸。ただし, 次の試験に適合するもの。

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品 10 mg を移動相 50 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 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 ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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, 溶媒ピークの面積を除いた試料溶液の (E)-ケイ皮酸以外のピークの合計面積は, 標準溶液の (E)-ケイ皮酸のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「荳蔻糖エキス」の定量法 (1) 試験条件を準用する。

面積測定範囲: (E)-ケイ皮酸の保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「荳蔻糖エキス」の定量法 (1) システム適合性を準用する。

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得た (E)-ケイ皮酸のピーク面積が標準溶液 10 μ L から得た (E)-ケイ皮酸のピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

(E)-ケイ皮酸, 薄層クロマトグラフィー用 $C_9H_8O_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 特異な芳香がある。メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 132 ~ 136 °C

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (273 nm): 1307 ~ 1547 (5 mg, メタノール, 1000 mL)。ただし, デシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品 10 mg をメタノール 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタ

ノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつにつき、「苓桂朮甘湯エキス」の確認試験 (1) を準用し試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

結晶トリプシン ウシ膵臓製トリプシンに適量のトリクロロ酢酸を加えて沈殿させ、エタノール (95) を用いて再結晶する。白色～黄白色の結晶又は粉末で、においはない。水又は pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液に溶けやすい。

含量 1 mg はトリプシン 45 FIP 単位以上を含む。

定量法 (i) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、その 1 mL 中に 50 FIP 単位を含むように薄め、試料溶液とする。用時調製し、氷冷保存する。

(ii) 装置 反応容器は内径 20 mm、高さ 50 mm のガラス製瓶で、pH 測定用のガラス/銀 - 塩化銀電極、窒素導入管及び排気口を取り付けたゴム栓をする。反応容器を恒温槽に固定する。恒温槽は精密な温度調節器を用い、浴温を 25 ± 0.1 $^{\circ}$ C に保つ。

(iii) 操作法 N - α -ベンゾイル-L-アルギニンエチル試液 1.0 mL を正確に量り、反応容器に入れ、次に pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 9.0 mL を加えて、内容液が試験温度になるまで 10 分間恒温槽に放置した後、窒素を通じてかき混ぜながら、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加して液の pH を 8.00 に調整し、あらかじめ試験温度に保った試料溶液 0.05 mL を加え、直ちにかき混ぜながら反応液の pH を 8.00 に保つように 50 μ L のマイクロピペット (最小目盛 1 μ L) を用い、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を少量ずつ滴加し、pH が 8.00 に達したときの 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量及びその反応時間を求める。この操作は 8 分間継続して行う。別に pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 10 mL をとり、反応容器に入れ、以下同様の操作で空試験を行う。

(iv) 計算法 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (μ L) を反応時間 (分) に対しプロットし、直線となる反応時間 t_1 及び t_2 を選び、これに対応する 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を v_1 及び v_2 とし、それぞれの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μ mol 数を M (FIP 単位) とする。

$$M (\mu\text{mol NaOH/分}) = \frac{v_2 - v_1}{t_2 - t_1} \times f \times \frac{1}{10}$$

f : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

$$\text{本品 1 mL 中の FIP 単位数} = \frac{(M_1 - M_0) \times T}{L \times W}$$

M_1 : 試料溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μ mol 数

M_0 : 空試験溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μ mol 数

W : 本品の秤取量 (mg)

L : 反応容器に加えた試料溶液の量 (mL)

T : 本品の秤取量に 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、試料溶液を調製したときの全容量 (mL)

ただし、1 FIP 単位とは本定量法に従って操作するとき、1 分間に 1 μ mol の N - α -ベンゾイル-L-アルギニンエチルの分解を触媒する酵素量とする。

貯法 冷所保存。

結晶トリプシン, ウリナスタチン定量用 ウシ膵臓より製した、たん白質分解酵素である。白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。水にやや溶けにくい。0.001 mol/L 塩酸試液に溶ける。

含量 本品 1 mg は 3200 トリプシン単位以上を含む。

定量法 (i) 試料溶液 本品約 20 mg を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし、1 mL 中に約 3000 トリプシン単位を含む液を製する。この液の適量を取り、0.001 mol/L 塩酸試液を加え、1 mL 中約 40 トリプシン単位を含む液を製し、試料溶液とする。

(ii) 希釈液 リン酸二水素カリウム 4.54 g を水に溶かし、正確に 500 mL とする (I 液)。無水リン酸水素二ナトリウム 4.73 g を水に溶かし、正確に 500 mL とする (II 液)。II 液 80 mL に I 液の適量を加えて、pH を 7.6 に調整する。

(iii) 基質液 N - α -ベンゾイル-L-アルギニンエチル塩酸塩 0.0857 g を水に溶かし、正確に 100 mL とし、基質原液とする。基質原液 10 mL を正確に量り、希釈液を加えて正確に 100 mL とし、基質液とする。ただし、基質液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により水を対照として波長 253 nm における吸光度を測定するとき、吸光度は 0.575 ~ 0.585 である。もし、吸光度がこの範囲にない場合は、基質液に希釈液又は基質原液を加えて、この範囲になるように調整する。

(iv) 操作法 あらかじめ 25 ± 0.1 $^{\circ}$ C に保温した基質液 3 mL を正確に量り、層長 1 cm の石英セルに入れ、これに試料溶液 0.2 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ、 25 ± 0.1 $^{\circ}$ C で紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、5 分間、波長 253 nm における吸光度の変化を測定する。ただし、基質液 3 mL を正確に量り、これに 0.001 mol/L 塩酸試液 0.2 mL を正確に加えた液を対照とする。その吸光度の変化率が少なくとも 3 分間一定である時間範囲の吸光度変化から、1 分間当たりの吸光度の変化量 A を求める。

(v) 計算法 次式により、本品の 1 mg 当たりのトリブシン単位を求める。ただし、1 トリブシン単位とは 1 分間当たり 0.003 の吸光度変化を生じる酵素量である。

$$\text{本品 1 mg 中のトリブシン単位} = \frac{A}{0.003 \times W}$$

W: 試料溶液 0.2 mL 中の本品の mg 数

貯法 冷所に保存する。

ゲンボシド, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用ゲンボシド。ただし、次の試験に適合するもの。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (240nm): 249 ~ 269 (10mg, 薄めたメタノール (1 → 2), 500 mL)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V)) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 5 mg を薄めたメタノール (1 → 2) 50 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, 薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 10 μL ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, 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, 試料溶液のゲンボシド以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) のゲンボシドのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出の確認及び面積測定範囲以外の試験条件は「サンシシ」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

検出の確認: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り, 薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 10 μL から得たゲンボシドのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また, 標準溶液 (1) 10 μL から得たゲンボシドのピーク高さがフルスケールの約 20 % と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ゲンボシドの保持時間の約 3 倍の範囲

ゲンボシド, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{O}_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。融点: 159 ~ 163 °C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり, メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 20 μL につき, 「サンシシ」の確認試験 (2) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

ケノデオキシコール酸, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{24}\text{H}_{40}\text{O}_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノール又は酢酸 (100) に極めて溶けやすく, エタノール (95) に溶けやすく, アセトンにやや溶けやすく, 酢酸エチルにやや溶けにくく, クロロホルムに溶けにくく, 水にほとんど溶けない。融点: 約 119 °C (酢酸エチル再結晶)。

純度試験 類縁物質 本品 25 mg をとり, クロロホルム/エタノール (95) 混液 (9:1) に溶かし, 正確に 250 mL とした液 10 μL につき, 「ウルソデオキシコール酸」の純度試験 (7) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

含量 98.0 % 以上。 定量法 本品を 80 °C で 4 時間

減圧乾燥 (酸化リン (V)) し, その約 0.5 g を精密に量り, 中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加えて溶かす。次にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し, 終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて滴定 (2.50) する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム液 1 mL = 39.26 mg $\text{C}_{24}\text{H}_{40}\text{O}_4$

ケロシン 主としてメタン系炭化水素の混合物で, 無色澄明の液である。不快でない特異なにおいがある。

比重 (2.56) 約 0.80

蒸留範囲 (2.57) 180 ~ 300 °C

ゲンタマイシン B $\text{C}_{19}\text{H}_{38}\text{N}_4\text{O}_{10}$ 白色~微黄白色の粉末である。水に極めて溶けやすく, エタノール (95) にほとんど溶けない。

含量 80.0 % 以上。 定量法 本品適量をとる, 0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし, 1 mL 中にゲンタマイシン B 0.1 mg を含む液を調製し, 試料溶液とする。試料溶液 5 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりゲンタマイシン B の量を求める。

試験条件

装置, 検出器, カラム, カラム温度, 反応コイル, 移動相, 反応試薬, 反応温度, 移動相流量及び反応試薬流量は「イセパマイシン硫酸塩」の定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲: ゲンタマイシン B の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

「イセパマイシン硫酸塩」の定量法のシステム適合性を準用する。

ゲンチオピクロシド, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_9$ 白色の粉末で, 水又はメタノールに溶けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。融点: 約 110 °C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき, 「ゲンチアナ」の確認試験 (2) を準用し, 試験を行うとき, 試料溶液から得た R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

抗ウサギ抗体結合ウエル ヤギ由来抗ウサギ IgG 抗体をポリスチレン製マイクロプレートのウェルに結合させたもの。

抗ウリナスタチンウサギ血清 たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上の比活性を示すウリナスタチン液の適量に生理食塩液を加え, その 1 mL 中に約 1 mg のたん白質を含むように調製する。この液 1 mL をとり, フロイント完全アジュバント 1 mL を加えて十分に乳化する。これを 1 回の投与量とし, 体重約 2 kg のウサギの皮内に 1 週間の間隔で 4 回投与し, 抗体価が 16 倍以上に達したとき, 頸動脈より全採血を行う。これを凝固させ, 血清を分離して抗ウリナスタチンウサギ血清として, -20 °C 以下に保存する。

抗ウロキナーゼ血清 たん白質 1 mg 当たり 140000 単位以上を含む「ウロキナーゼ」を用い, 生理食塩液を加えて 1

mL 中にたん白質 1 mg を含むように調製した後、等容量のフロイント完全アジュバンドを加えて乳化する。この液 2 mL を体重 2.5 ~ 3.0 kg の健康なウサギの皮内に 1 週間間隔で 3 回注射する。最終の注射後 7 ~ 10 日目にウサギから採血し、抗血清を得る。

性能試験 カンテン 1.0 g を pH 8.4 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100 mL に加温して溶かし、シャーレに液の深さが約 2 mm になるように入れる。冷後、直径 2.5 mm の 2 個の穴をそれぞれ 6 mm の間隔で 3 組作る。各組の一方の穴に本品 10 μ L を入れ、他方の穴に、「ウロキナーゼ」に生理食塩液を加えて 1 mL 中に 30000 単位を含むように調製した液 10 μ L、ヒト血清 10 μ L 及びヒト尿 10 μ L を別々に入れ、一夜静置するとき、本品とウロキナーゼの間に明瞭な沈降線を生じ、本品とヒト血清との間及び本品とヒト尿との間に沈降線を生じない。

抗 A 血液型判定用抗体 血液型判定用抗体の基準に適合するもの。

合成ゼオライト、乾燥用 $6(\text{Na}_2\text{O}) \cdot 6(\text{Al}_2\text{O}_3) \cdot 12(\text{SiO}_2)$ と $6(\text{K}_2\text{O}) \cdot 6(\text{Al}_2\text{O}_3) \cdot 12(\text{SiO}_2)$ の混合物で乾燥用として製造したもの。通例、結合剤を加えて直径約 2 mm の球状に成形したものをを用いる。白色～灰白色であるが、水分の吸着によって変色する変色料を加えたものもある。平均細孔径は約 0.3 nm、表面積は 1 g につき 500 ~ 700 m^2 である。

強熱減量 (2.43) 2.0 % 以下 [2 g, 550 ~ 600 °C, 4 時間, 放冷はデシケーター (酸化リン (V))].

抗生物質用リン酸塩緩衝液, pH 6.5 リン酸塩緩衝液, pH 6.5, 抗生物質用 を見よ。

抗生物質用リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0, 抗生物質用 を見よ。

酵素試液 *Aspergillus oryzae* から得たデンプン糖化力及びリン酸エステルを加水分解する力の強い酵素製品 0.3 g に水 10 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸 0.5 mL を加え、数分間強く振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液をとる。用時製する。

抗大腸菌由来たん白質抗体原液 大腸菌由来たん白質原液を免疫原とし、フロイント完全アジュバンドを混合し、ウサギに 3 週間の間隔で皮内注射して免疫し、抗血清を得る。この抗血清から硫酸アンモニウム沈殿法により得たもの。

たん白質濃度 本品を pH 7.5 の 0.05 mol/L トリス・塩酸塩緩衝液で希釈し、pH 7.5 の 0.05 mol/L トリス・塩酸塩緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 280 nm における吸光度を測定し、たん白質濃度を求める (吸光度 1.0 = 0.676 mg/mL)。

抗体フラグメント (Fab') 抗大腸菌由来たん白質抗体を、*Staphylococcus aureus* のプロテイン A をリガンドとするアフィニティー・クロマトグラフィーにより精製し、IgG を分取する。この分画をペプシンを用いて消化し、ゲルろ過クロマトグラフィーにより、Fc フラグメント及びペプシンを除いた後、プロテイン A をリガンドとするアフィニティー・クロマトグラフィーにより、未消化の IgG を除き、F(ab)₂ フラグメントとする。これを、2-メルカプトエチルアミンで還元したもの。

抗 B 血液型判定用抗体 血液型判定用抗体の基準に適合するもの。

抗ブラジキニン抗体 本品はブラジキニンでウサギを免疫して

得た抗血清より調製した抗体を 1 mg/mL ウシ血清アルブミンを含む pH 7.0 の 0.04 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かした無色～淡褐色澄明の液である。

性能試験 本品の適量を取り、1 mg/mL ウシ血清アルブミンを含む pH 7.0 の 0.04 mol/L リン酸塩緩衝液に加えて 1 vol% 溶液を調製する。この液 0.1 mL につき、「カリジノゲナーゼ」の純度試験 (2) を準用し、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (7) の波長 490 ~ 492 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき、 $A_2 - A_1$ は 1 以上である。

抗ブラジキニン抗体試液 抗ブラジキニン抗体 0.15 mL, ウシ血清アルブミン 15 mg, リン酸二水素ナトリウム二水和物 2.97 mg, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 13.5 mg 及び塩化ナトリウム 13.5 mg に水を加えて 15 mL とした溶液の凍結乾燥品に、水 15 mL を加えて溶かす。用時製する。

酵母エキス 適当な条件下で酵母 (*Saccharomyces*) の産出物のペプトンのような総水溶性物質を澄明液とし、蒸発乾燥し、粉末としたもので、本品 1 g は原料酵母 7.5 g 以上から得たものである。帯赤黄色～褐色の粉末で腐敗臭のない特異なおいがある。水に溶けて黄色～褐色の弱酸性の液となる。本品には特別に炭水化物を加えない。

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 5 % 以下 (NaCl として)。

(2) 凝固性たん白質 本品の水溶液 (1 → 20) を沸騰するまで加熱するとき、沈殿を生じない。

乾燥減量 (2.41) 5 % 以下 (105 °C, 恒量)。

強熱残分 (2.44) 15 % 以下 (0.5 g)。

窒素含量 (1.08) 7.2 ~ 9.5 % (105 °C, 恒量, 乾燥後)。

五酸化バナジウム 酸化バナジウム (V) を見よ。

五酸化バナジウム試液 酸化バナジウム (V) 試液 を見よ。

五酸化バナジウム試液, 希 酸化バナジウム (V) 試液, 希 を見よ。

五酸化リン 酸化リン (V) を見よ。

固相化プレート 抗大腸菌由来たん白質抗体原液に pH 7.4 の 0.2 mol/L トリス・塩酸塩緩衝液を加えて薄め、約 0.02 mg/mL の濃度とする。この溶液 0.1 mL ずつを正確に量り、マイクロプレートの各ウェルに加え、プレートシールで覆い、穏やかにかき混ぜる。もし、マイクロプレートの上部等に溶液が付着している場合は 2 分間遠心分離する。ウシ血清アルブミン 0.5 g を pH 7.4 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 100 mL に溶かし、洗浄溶液とする。先のマイクロプレートを 25 °C 付近の一定温度で 16 ~ 24 時間静置した後、各ウェル中の液を吸引除去し、洗浄溶液 0.25 mL を加え、穏やかにかき混ぜた後、この液を吸引除去する。各ウェルは洗浄溶液 0.25 mL ずつを用いて、更にこの操作を 2 回行う。各ウェルにブロック緩衝液 0.25 mL を加え、穏やかにかき混ぜた後、25 °C 付近の一定温度で 16 ~ 24 時間静置し、固相化プレートとする。使用時、各ウェル中の液を吸引除去し、洗浄溶液 0.25 mL を加え、穏やかにかき混ぜた後、この液を吸引除去する。各ウェルは洗浄溶液 0.25 mL ずつを用いて、更にこの操作を 2 回行う。

コハク酸ジエチレングリコールポリエステル, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

コハク酸トコフェロール $C_{33}H_{54}O_5$ コハク酸トコフェロールカルシウム 0.5 g を酢酸 (100) 5 mL で潤した後、トルエン 10 mL を加え、時々振り混ぜながら 70°C で 30 分加温する。冷後、水 30 mL を加え、よく振り混ぜて放置する。水層を除き、トルエン層を洗液が中性になるまで 30 mL ずつで数回洗った後、放置する。トルエン抽出液に無水硫酸ナトリウム 3 g を加え振り混ぜた後、傾斜してトルエン層をとり、トルエンを減圧で留去し、淡黄色の粘稠性のある液を得る。室温で長期に保存するとき、わずかに黄色を帯びた固体となる。

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (286nm) : 38.0 ~ 42.0 (10 mg, クロロホルム, 100 mL)。

コハク酸トコフェロールカルシウム $C_{66}H_{106}CaO_{10}$ [医薬品各条, 「トコフェロールコハク酸エステルカルシウム」]

コバルチ亜硝酸ナトリウム ヘキサニトロコバルト (Ⅲ) 酸ナトリウム を見よ。

コバルチ亜硝酸ナトリウム試液 ヘキサニトロコバルト (Ⅲ) 酸ナトリウム試液 を見よ。

ゴマ油 [医薬品各条]

コール酸, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{24}H_{40}O_5$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。酢酸 (100) にやや溶けやすく、アセトン又はエタノール (95) にやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。融点: 約 198°C

純度試験 類縁物質 本品 25 mg をとり、アセトンに溶かし、正確に 250 mL とした液 10 μ L につき、「ウルソデオキシコール酸」の純度試験 (7) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.1 の主スポット以外のスポットを認めない。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品を 80°C で 4 時間減圧乾燥 (酸化リン (V)) し、その約 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL に溶かす。フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し、終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて滴定 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 40.86 mg $C_{24}H_{40}O_5$

コレステロール $C_{27}H_{46}OH$ [医薬品各条]

コジオン 本品は、無色澄明の粘性のある液で、ジエチルエーテルようのにおいがある。

pH (2.54) 5.0 ~ 8.0。

本品 5 g を加温しながらかき混ぜ、これに水 10 mL を徐々に加える。蒸発乾固した後、110°C で乾燥するとき、その残分は 0.250 ~ 0.275 g である。

コンゴレッド $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$ [K 8352, 特級]

コンゴレッド試液 コンゴレッド 0.5 g を水/エタノール (95) 混液 (9:1) 100 mL に溶かす。

サイコサポニン a, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン a。ただし、次の試験に適合するもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 2.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつにつき、「サイコ」

の確認試験 (2) を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより大きくなく、かつ濃くない。

(2) 本品 10 mg をメタノール 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、溶媒ピークを除いた試料溶液のサイコサポニン a 以外のピークの合計面積は、標準溶液のサイコサポニン a のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラムは「サイコ」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

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 (13:7) 混液

流量: サイコサポニン a の保持時間が約 16 分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サイコサポニン a の保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μ L から得たサイコサポニン a のピーク面積が、標準溶液のサイコサポニン a のピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能: 本品及び成分含量測定用サイコサポニン b₂ 6 mg ずつをメタノールに溶かして 100 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、サイコサポニン a, サイコサポニン b₂ の順に溶出し、その分離度が 1.5 以上のものを用いる。

システムの再現性: 上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、サイコサポニン a の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

サイコサポニン a, 薄層クロマトグラフィー用 白色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。融点: 225 ~ 232°C (分解)。

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (206 nm) : 60 ~ 68 (15 mg, メタノール, 200 mL)。ただし、デシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 10 μ L につき、「サイコ」の確認試験 (2) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

サイコサポニン b₂, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b₂。ただし、次の試験に適合するもの。

純度試験 類縁物質 本品 5 mg を移動相 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液

及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のサイコサポニン b_2 以外のピークの合計面積は、標準溶液のサイコサポニン b_2 のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「柴苓湯エキス」の定量法 (1) の試験条件を準用する。

面積測定範囲：サイコサポニン b_2 の保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「柴苓湯エキス」の定量法 (1) のシステム適合性を準用する。

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL から得たサイコサポニン b_2 のピーク面積が標準溶液 10 μL から得たサイコサポニン b_2 のピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

サイコサポニン b_2 、薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{42}\text{H}_{68}\text{O}_{13}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。エタノール (99.5) に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。融点：約 240 $^{\circ}\text{C}$

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (252 nm) : 352 ~ 424 (5 mg, メタノール, 100 mL)。ただし、デシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 2 mg をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつにつき、「柴苓湯エキス」の確認試験 (1) を準用し試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

サイコサポニン d、成分含量測定用 白色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。融点：約 240 $^{\circ}\text{C}$

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (206 nm) : 63 ~ 71 (15 mg, メタノール, 200 mL)。ただし、デシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 2.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつにつき、「サイコ」の確認試験 (2) を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより大きくなく、かつ濃くない。

(2) 本品 10 mg をメタノール 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のサイ

コサポニン d 以外のピークの合計面積は、標準溶液のサイコサポニン d のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラムは「サイコ」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液 (11 : 9)

流量：サイコサポニン d の保持時間が約 13 分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サイコサポニン d の保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μL から得たサイコサポニン d のピーク面積が、標準溶液のサイコサポニン d のピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能：本品及び成分含量測定用サイコサポニン a 6 mg ずつをメタノールに溶かして 100 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、サイコサポニン a, サイコサポニン d の順に溶出し、その分離度が 1.5 以上のものを用いる。

システムの再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、サイコサポニン d の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

サイコ成分含量測定用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液, サイコ成分含量測定用 を見よ。

細胞懸濁液, テセロイキン用 2 ~ 4 日間静置培養した NK-7 細胞の培養液を、1000 rpm で 5 分間遠心分離する。上澄液を吸引除去した後、テセロイキン用力価測定用培地を加えて $2 \sim 4 \times 10^5$ cells/mL に細胞濃度を調整する。

酢酸 酢酸 (31) を見よ。

酢酸 (31) 酢酸 (100) 31.0 g に水を加えて 100 mL とする (5 mol/L)。

酢酸 (100) CH_3COOH [K 8355, 酢酸, 特級]

酢酸, 希 酢酸 (100) 6 g に水を加えて 100 mL とする (1 mol/L)。

酢酸, 非水滴定用 [K 8355, 特級, ただし、次の試験に適合するもの]

純度試験 無水酢酸 アニリン 1.0 g に本品を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL を正確に量り、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) し、その消費量を A (mL) とする。ただし、A は 26 mL 以上である。次に、試料溶液 25 mL を正確に量り、本品 75 mL を加えた後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) し、その消費量を B (mL) とする (電位差滴定法)。A - B は 0.1 (mL) 以下である (0.001 g/dL 以下)。

酢酸, 氷 酢酸 (100) を見よ。

酢酸亜鉛 酢酸亜鉛二水和物 を見よ。

酢酸亜鉛緩衝液, 0.25 mol/L, pH 6.4 酢酸亜鉛二水和物 54.9 g を酢酸 (100) 150 mL 及び水 600 mL に溶かし、アンモニア水 (28) 150 mL を加え、ゆるやかにかき混ぜた後、室温まで冷やす。アンモニア水 (28) を加え、pH 6.4

に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸亜鉛二水和物 $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ [K 8356, 特級]

酢酸アンモニウム CH_3COONH_4 [K 8359, 特級]

酢酸アンモニウム試液 酢酸アンモニウム 10 g を水に溶かし、100 mL とする。

酢酸アンモニウム試液, 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム 38.5 g を水に溶かし、1000 mL とする。

酢酸イソアミル 酢酸 3-メチルブチル を見よ。

酢酸ウラニル 酢酸ウラニル二水和物 を見よ。

酢酸ウラニル・亜鉛試液 酢酸ウラニル二水和物 10 g に酢酸 (31) 5 mL 及び水 50 mL を加え、加熱して溶かす。別に酢酸亜鉛二水和物 30 g に酢酸 (31) 3 mL 及び水 30 mL を加え、加熱して溶かす。温時、これらの液を混和し、冷後、ろ過する。

酢酸ウラニル試液 酢酸ウラニル二水和物 1 g を水に溶かし、20 mL とし、必要ならばろ過する。

酢酸ウラニル二水和物 $UO_2(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ [K 8360: 1961, 特級]

酢酸エチル $CH_3COOC_2H_5$ [K 8361, 特級]

酢酸塩緩衝液, 0.01 mol/L, pH 5.0 酢酸アンモニウム 385 mg を水 900 mL に溶かし、酢酸 (31) を加えて pH 5.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸塩緩衝液, pH 3.5 酢酸アンモニウム 50 g を 6 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かし、必要ならば、アンモニア試液又は 6 mol/L 塩酸試液を用いて pH 3.5 に調整し、水を加えて 200 mL とする。

酢酸塩緩衝液, pH 4.5 酢酸 (100) 90 mL 及び無水酢酸ナトリウム 63 g を水に溶かし、1000 mL とする。

酢酸塩緩衝液, pH 5.4 酢酸 (100) 5.78 mL に水を加えて 1000 mL とした液 176 mL に、無水酢酸ナトリウム 8.2 g に水を加えて 1000 mL とした液 824 mL を加える。必要ならば、更にいずれかの液を加え、pH 5.4 に調整する。

酢酸塩緩衝液, pH 5.5 酢酸ナトリウム三水和物 2.72 g を水に溶かして 1000 mL とし、薄めた酢酸 (100) (3 → 2500) を加えて pH 5.5 に調整する。

酢酸カドミウム 酢酸カドミウム二水和物 を見よ。

酢酸カドミウム二水和物 $Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ [K 8362, 特級]

酢酸カリウム CH_3COOK [K 8363, 特級]

酢酸カリウム試液 酢酸カリウム 10 g を水に溶かし、100 mL とする (1 mol/L)。

酢酸コルチゾン $C_{23}H_{30}O_6$ [医薬品各条, 「コルチゾン酢酸エステル」]

酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 3.0 酢酸アンモニウム試液に酢酸 (31) を加えて pH を 3.0 に調整する。

酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 4.5 酢酸アンモニウム 77 g を水 200 mL に溶かし、これに酢酸 (100) を加えて pH 4.5 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 4.8 酢酸アンモニウム 77 g を水約 200 mL に溶かし、酢酸 (100) 57 mL を加え、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・酢酸カリウム緩衝液, pH 4.3 酢酸カリウム 14 g に酢酸 (100) 20.5 mL 及び水を加えて溶かし、1000 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH 4.0 酢酸 (100) 3.0 g に水を加えて、1000 mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4 g を水に溶かして 500 mL とした液を加え、pH 4.0 に調整する。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH 4.6 酢酸ナトリウム三水和物 6.6 g を水 900 mL に溶かし、酢酸 3 mL を加えた後、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.1 mol/L, pH 4.0 酢酸ナトリウム三水和物 13.61 g を水 750 mL に溶かし、酢酸 (100) を用いて pH 4.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 1 mol/L, pH 5.0 酢酸ナトリウム試液に希酢酸を加えて、pH 5.0 に調整する。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.0 酢酸ナトリウム三水和物 5.44 g を水 900 mL に溶かし、酢酸 (100) を滴加し、pH を 4.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.5 酢酸ナトリウム試液 80 mL に希酢酸 120 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.5, 鉄試験用 酢酸 (100) 75.4 mL 及び酢酸ナトリウム三水和物 111 g を水に溶かし、1000 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.7 酢酸ナトリウム三水和物 27.2 g を水 900 mL に溶かし、酢酸 (100) を滴加し、pH を 4.7 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 5.0 酢酸ナトリウム試液 140 mL に希酢酸 60 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 5.5 酢酸ナトリウム三水和物 20 g を水 80 mL に溶かし、酢酸 (100) を滴加し、pH を 5.5 に調整した後、水を加えて 100 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 5.6 酢酸ナトリウム三水和物 12 g に酢酸 (100) 0.66 mL 及び水を加えて溶かし、100 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム試液 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 17 mL に希酢酸 40 mL 及び水を加えて 100 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム試液, 0.02 mol/L 酢酸ナトリウム三水和物 2.74 g を水に溶かし、酢酸 (100) 2 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

酢酸試液, 0.25 mol/L 酢酸 (100) 3 g に水を加えて 200 mL とする。

酢酸試液, 6 mol/L 酢酸 (100) 36 g に水を加えて 100 mL とする。

酢酸水銀 (II) $Hg(CH_3COO)_2$ [K 8369, 特級]

酢酸水銀 (II) 試液, 非水滴定用 酢酸水銀 (II) 5 g を非水滴定用酢酸に溶かし、100 mL とする。

酢酸セミカルバジド試液 塩酸セミカルバジド 2.5 g, 無水酢酸ナトリウム 2.5 g 及びメタノール 30 mL をフラスコに入れ、水浴上で 2 時間加熱した後、20°C に冷却し、ろ過する。ろ液にメタノールを加えて 100 mL とする。この液は冷所に保存する。液が黄色を呈したときは用いない。

酢酸第二水銀 酢酸水銀 (II) を見よ。

酢酸第二水銀試液, 非水滴定用 酢酸水銀 (II) 試液, 非水滴定用 を見よ。

酢酸第二銅 酢酸銅 (II) 一水和物 を見よ。

酢酸第二銅試液, 強 酢酸銅 (II) 試液, 強 を見よ。

酢酸銅(Ⅱ)一水和物 $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [K 8370, 特級]

酢酸銅(Ⅱ)試液, 強 酢酸銅(Ⅱ)一水和物 13.3 g を水 195 mL 及び酢酸(31) 5 mL の混液に溶かす。

酢酸トコフェロール $\text{C}_{31}\text{H}_{52}\text{O}_3$ [医薬品各条, 「トコフェロール酢酸エステル」]

酢酸ナトリウム 酢酸ナトリウム三水和物 を見よ。

酢酸ナトリウム, 無水 CH_3COONa [K 8372, 酢酸ナトリウム, 特級]

酢酸ナトリウム・アセトン試液 酢酸ナトリウム三水和物 8.15 g 及び塩化ナトリウム 42 g を水 100 mL に溶かし, 0.1 mol/L 塩酸 68 mL, アセトン 150 mL 及び水を加えて 500 mL とする。

酢酸ナトリウム三水和物 $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [K 8371, 特級]

酢酸ナトリウム試液 酢酸ナトリウム三水和物 13.6 g を水に溶かし, 100 mL とする (1 mol/L)。

酢酸鉛 酢酸鉛(Ⅱ)三水和物 を見よ。

酢酸鉛(Ⅱ)三水和物 $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [K 8374, 特級]

酢酸鉛試液 酢酸鉛(Ⅱ)試液 を見よ。

酢酸鉛(Ⅱ)試液 酢酸鉛(Ⅱ)三水和物 9.5 g に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし, 100 mL とする (0.25 mol/L)。

貯法 密栓して保存する。

酢酸ヒドロキシコバラミン $\text{C}_{62}\text{H}_{89}\text{CoN}_{13}\text{O}_{15}\text{P} \cdot \text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ 暗赤色の結晶又は粉末である。

乾燥減量 (2.41) 12 % 以下 (50 mg, 減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン(V), 100 °C, 6 時間)。

含量 98.0 % 以上。定量法 「ヒドロキシコバラミン酢酸塩」の定量法を準用する。

酢酸ヒドロコルチゾン $\text{C}_{23}\text{H}_{32}\text{O}_6$ [医薬品各条, 「ヒドロコルチゾン酢酸エステル」]

酢酸ビニル $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2$ 無色澄明の液体である。

比重 (2.56) 0.932 ~ 0.936

水分 (2.48) 0.2 % 以下。

酢酸 *n*-ブチル $\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ [K 8377, 酢酸ブチル, 特級]

酢酸プレドニゾン $\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{O}_6$ [医薬品各条, 「プレドニゾン酢酸エステル」]

酢酸 3-メチルブチル $\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ [K 8358, 特級]

酢酸リチウム二水和物 $\text{CH}_3\text{COOLi} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 無色の結晶である。

希酢酸不溶物 0.0025 % 以下。本品 40.0 g に水 45 mL を加え, 水浴中で加熱溶解し, 冷後, 希酢酸に溶かし, 吸引ろ過する。ろ過器を水で洗浄後, 105 ± 2 °C で 1 時間乾燥し, 冷後, 残分の質量を量る。

含量 97.0 % 以上。定量法 本品 0.3 g を精密に量り, 酢酸(100) 50 mL と無水酢酸 5 mL を正確に加え水浴中で加熱溶解し, 冷後 0.1 mol/L 過塩素酸で, 滴定 (2.50) 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

= 10.20 mg $\text{CH}_3\text{COOLi} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

酢酸・硫酸試液 酢酸(100) 5 mL に硫酸 5 mL を氷冷しながら注意して加え, 混和する。

サラシ粉 [医薬品各条]

サラシ粉試液 サラシ粉 1 g に水 9 mL を加えてすり混ぜた後, ろ過する。用時製する。

サリチルアミド $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, におい及び味はない。N,N-ジメチルホルムアミドに溶けやすく, エタノール(95)に溶けやすく, プロピレングリコールにやや溶けやすく, ジエチルエーテルにやや溶けにくく, 水又はクロロホルムに溶けにくい。水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点 (2.60) 139 ~ 143 °C

純度試験 アンモニウム (1.02) 本品 1.0 g に水 40 mL を加えて振り混ぜた後, あらかじめ水でよく洗ったろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 10 mL を除き, 次のろ液 20 mL をネスラー管にとり, 水を加えて 30 mL とする。これを検液とし, 試験を行う。比較液はアンモニウム標準液 2.5 mL をネスラー管にとり, 水を加えて 30 mL とする。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

含量 98.5 % 以上。定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, N,N-ジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし, 0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。別に N,N-ジメチルホルムアミド 70 mL に水 15 mL を加えた液につき, 同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 13.71 mg $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$

サリチルアルダジン $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$ 硫酸ヒドラジニウム 0.30 g を水 5 mL に溶かす。この液に酢酸(100) 1 mL 及び新たに製したサリチルアルデヒドの 2-プロパノール溶液 (1 → 5) 2 mL を加え, よく振り混ぜて黄色の沈殿を生じるまで放置する。これをジクロロメタン 15 mL ずつで 2 回抽出し, 全ジクロロメタン抽出液を合わせ, 無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜた後, 傾斜又はろ過し, 上澄液又はろ液のジクロロメタンを留去する。残留物を加温したトルエン/メタノール混液 (3 : 2) に溶かして, 冷却する。析出した結晶をろ取した後, デシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥する。本品は黄色の結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 213 ~ 219 °C

純度試験 本品 0.09 g をとり, トルエンに溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り, トルエンを加えて正確に 100 mL とした液につき「ポビドン」の純度試験 (6) を準用し, 試験を行うとき, 主スポット以外のスポットを認めない。

サリチルアルデヒド $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{CHO}$ [K 8390, 特級]

サリチル酸 $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$ [K 8392, 特級]

サリチル酸, 定量用 $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$ [K 8392, サリチル酸, 特級]

サリチル酸イソブチル $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_3$ 無色澄明の液で, 特異に

おいがある。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.506 ~ 1.511

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.068 ~ 1.073

沸点 (2.57) 260 ~ 262 °C

純度試験 本品 1 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりサリチル酸イソブチルの量を求めるとき、97.0 % 以上である。

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m の管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：220 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分約 20 mL

検出感度：本品 1 μ L から得たサリチル酸イソブチルのピーク高さがフルスケールの 60 ~ 80 % になるように調整する。

面積測定範囲：サリチル酸イソブチルの保持時間の約 3 倍の範囲

サリチル酸試液 サリチル酸 0.1 g を硫酸 10 mL に溶かす。用時製する。

サリチル酸鉄試液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物 0.1 g を薄めた硫酸 (1 \rightarrow 250) 50 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 20 mL を量り、サリチル酸ナトリウム溶液 (23 \rightarrow 2000) 10 mL、希酢酸 4 mL、酢酸ナトリウム試液 16 mL 及び水を加えて 100 mL とする。用時製する。

サリチル酸ナトリウム $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COONa}$ [K 8397, 特級]

サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 サリチル酸ナトリウム 1 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液に溶かし、100 mL とする。

サリチル酸メチル $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$ [医薬品各条]

ザルトプロフェン $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}$ [医薬品各条]

ザルトプロフェン、定量用 $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}$ [医薬品各条、「ザルトプロフェン」ただし、乾燥したものを定量するとき、ザルトプロフェン ($\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}$) 99.5 % 以上を含むもの]

三塩化アンチモン 塩化アンチモン (III) を見よ。

三塩化アンチモン試液 塩化アンチモン (III) 試液 を見よ。

三塩化チタン 塩化チタン (III) を見よ。

三塩化チタン試液 塩化チタン (III) 試液 を見よ。

三塩化チタン・硫酸試液 塩化チタン (III)・硫酸試液 を見よ。

三塩化ヨウ素 ICl_3 [K 8403, 三塩化よう素, 特級]

酸化アルミニウム Al_2O_3 白色の結晶、結晶性の粉末又は粉末である。沸点：約 3000 °C 融点：約 2000 °C

酸化カルシウム CaO [K 8410, 特級]

酸化クロム (VI) CrO_3 暗い赤紫色の細い針状・りょう柱状の結晶又は軽質の塊である。

確認試験 本品の水溶液 (1 \rightarrow 50) 5 mL に、酢酸鉛 (II) 試液 0.2 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、この一部に酢酸を追加しても沈殿は溶けない。

酸化クロム (VI) 試液 酸化クロム (VI) 3 g を水に溶かし、100 mL とする。

酸化チタン (IV) TiO_2 [K 8703, 特級]

酸化チタン (IV) 試液 酸化チタン (IV) 0.1 g に硫酸 100 mL を加え、時々ゆるく振り混ぜながら直火で徐々に加熱して溶かす。

酸化鉛 (II) PbO [K 8090, 特級]

酸化鉛 (IV) PbO_2 暗褐色～黒褐色の粉末又は粒である。

確認試験 本品の希酢酸溶液 (1 \rightarrow 100) の上澄液は、鉛塩の定性反応 (3) (1.09) を呈する。

酸化バナジウム (V) V_2O_5 帯だいたい黄色～黄褐色の粉末である。

確認試験 本品 0.3 g をアンモニア試液 10 mL 及び水 15 mL に溶かす。この液 2 mL に水 20 mL を加えて混和した後、静かに硫酸銅 (II) 試液 1 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

酸化バナジウム (V) 試液 リン酸に酸化バナジウム (V) を加え、2 時間激しく振り混ぜて酸化バナジウム (V) を飽和させた後、ガラスろ過器を用いてろ過する。

酸化バナジウム (V) 試液、希 酸化バナジウム (V) 試液 10 mL に水を加えて 100 mL とする。用時製する。

酸化バリウム BaO 白色～黄白色若しくは灰白色の粉末である。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 15 mL 及び塩酸 5 mL を加えて溶かし、希硫酸 10 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品につき、炎色反応試験 (1) (1.04) を行うとき、緑色を呈する。

酸化マグネシウム MgO [K 8432, 特級]

酸化メシチル $\text{CH}_3\text{COCH}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$

性状 本品は無色～微黄色澄明の液体で、特異なにおいがある。

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.850 ~ 0.860

酸化モリブデン (III) MoO_3 白色～帯黄緑色の粉末である。

確認試験 本品 0.5 g をアンモニア水 (28) 5 mL に溶かす。この液 1 mL をとり、硝酸を適量加えて酸性とした後、リン酸ナトリウム試液 5 mL を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じる。

酸化モリブデン (III)・クエン酸試液 酸化モリブデン (III) 54 g 及び水酸化ナリウム 11 g に水 200 mL を加え、かき混ぜながら加熱して溶かす。別にクエン酸一水和物 60 g を水 250 mL に溶かし、塩酸 140 mL を加える。両液を混和し、必要ならばろ過し、水を加えて 1000 mL とし、黄緑色を呈するまで臭素酸カリウム溶液 (1 \rightarrow 100) を加える。

貯法 密栓し、遮光して保存する。

酸化ランタン (III) La_2O_3 白色の結晶である。

強熱減量 (2.43) 0.5 % 以下 (1 g, 1000 °C, 1 時間)。

酸化リン (V) P_2O_5 [K 8342, 酸化りん (V), 特級]

三酸化クロム 酸化クロム (VI) を見よ。

三酸化クロム試液 酸化クロム (VI) 試液 を見よ。

三酸化ナトリウムビスマス NaBiO_3 [K 8770, 特級]

三酸化二ヒ素 As_2O_3 [K 8044, 三酸化二ひ素, 特級]

三酸化二ヒ素試液 三酸化二ヒ素 1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 40) 30 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、酢酸 (100) を徐々に加えて 100 mL とする。

三酸化ヒ素 三酸化二ヒ素 を見よ。

三酸化ヒ素試液 三酸化二ヒ素試液 を見よ。

三酸化モリブデン 酸化モリブデン (Ⅲ) を見よ。

三酸化モリブデン・クエン酸試液 酸化モリブデン (Ⅲ)・クエン酸試液 を見よ。

参照抗インターロイキン-2 抗血清試液 1 mL 中に約 800 単位を含むようにセルモロイキン培養液で調製したセルモロイキン (遺伝子組換え) 溶液を、等容量で中和するようにセルモロイキン培養液で調製したインターロイキン-2 抗血清試液。

参照抗インターロイキン-2 抗体, テセロイキン用 テセロイキンで感作したマウス脾細胞と, マウス・ミエローマ細胞との融合細胞株により得られたモノクローナル抗体, 又はヒト・インターロイキン-2 に対するウサギ抗血清を, アフィニティー・クロマトグラフィーにより精製したもの。テセロイキンの活性 1 単位を中和する力価を 1 中和単位として中和活性を求めるとき, 1 mL 中 2000 中和単位以上を含むもの。

酸処理ゼラチン ゼラチン, 酸処理 を見よ。

酸性塩化カリウム試液 塩化カリウム試液, 酸性 を見よ。

酸性塩化スズ (Ⅱ) 試液 塩化スズ (Ⅱ) 試液, 酸性 を見よ。

酸性塩化第一スズ試液 塩化スズ (Ⅱ) 試液, 酸性 を見よ。

酸性塩化第二鉄試液 塩化鉄 (Ⅲ) 試液, 酸性 を見よ。

酸性塩化鉄 (Ⅲ) 試液 塩化鉄 (Ⅲ) 試液, 酸性 を見よ。

酸性過マンガン酸カリウム試液 過マンガン酸カリウム試液, 酸性 を見よ。

酸性白土 天然の含水ケイ酸アルミニウムで, 灰白色の粒度約 75 μm の粉末である。

乾燥減量 (2.41) 10 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

水分吸着能 2.5 % 以上。本品約 10 g をはかり瓶に精密に量り, ふたを除いて比重 1.19 の硫酸で湿度を 80 % とした容器内に 24 時間入れた後, 質量を量り, 試料に対する増量を求める。

酸性硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液 硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液, 酸性 を見よ。

酸素 O₂ [K 1101]

サントニン C₁₅H₁₈O₃ [医薬品各条]

サントニン, 定量用 C₁₅H₁₈O₃ [医薬品各条, 「サントニン」ただし, 定量するとき, サントニン (C₁₅H₁₈O₃) 99.0 % 以上を含むもの]

三ナトリウム五シアノアミン第一鉄試液 三ナトリウム五シアノアミン鉄 (Ⅱ) 試液 を見よ。

三ナトリウム五シアノアミン鉄 (Ⅱ) 試液 ペンタシアノニトロシル鉄 (Ⅲ) 酸ナトリウム二水和物 1.0 g にアンモニア試液 3.2 mL を加えて振り混ぜた後, 密栓し, 一夜冷蔵庫に保存する。この溶液をエタノール (99.5) 10 mL 中に加え, 生じた黄色の沈殿を吸引ろ過して集め, 無水ジエチルエーテルで洗い, 乾燥した後, デシケーター中に保存する。用時水に溶かし, 1.0 mg/mL の溶液とし, 冷蔵庫に保存する。調製後 7 日以内に用いる。

3 倍濃厚乳糖ブイヨン 乳糖ブイヨン, 3 倍濃厚 を見よ。

三フッ化ホウ素 BF₃ 無色の気体で, 刺激臭がある。

融点 (2.60) -127.1 °C

沸点 (2.57) -100.3 °C

三フッ化ホウ素・メタノール試液 三フッ化ホウ素 (BF₃: 67.81) を 14 g/dL 含むメタノール溶液である。

酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 メチルレッド試液, 酸又はアルカリ試験用 を見よ。

次亜塩素酸ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウム

(NaClO: 74.44) が 5 % 含量となるように, 水酸化ナトリウムの水溶液に氷冷しながら塩素を通じて製する。用時製する。

次亜塩素酸ナトリウム試液, アンモニウム試験用 水酸化ナトリウム又は炭酸ナトリウム十水和物の水溶液に塩素を吸収させた無色～淡緑黄色澄明の液で, 塩素のにおいがある。

含量 次亜塩素酸ナトリウム (NaClO: 74.44) として 4.2 g/dL 以上。定量法 本品 10 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に共栓フラスコにとり, 水 90 mL を加えた後, ヨウ化カリウム 2 g 及び薄めた酢酸 (31) (1 → 2) 6 mL を加え, 密栓してよく振り混ぜ, 暗所に 5 分間放置する。遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: デンプン試液 3 mL)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L チオ流酸ナトリウム液 1 mL

= 3.722 mg NaClO

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウム (NaClO: 74.44) 1.05 g に対応する容量のアンモニウム試験用次亜塩素酸ナトリウム試液に水酸化ナトリウム 15 g 及び水を加えて溶かし, 1000 mL とする。用時製する。

次亜臭素酸ナトリウム試液 臭素試液 8 mL に水 25 mL 及び炭酸ナトリウム試液 25 mL を加える。用時製する。

ジアセチル CH₃COCOCH₃ 黄色～黄緑色の澄明な液で, 強い刺激性のにおいがある。エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和し, 水に溶けやすい。

凝固点 (2.42) -2.0 ~ -5.5 °C

屈折率 (2.45) *n*_D²⁰: 1.390 ~ 1.398

比重 (2.56) *d*₄²⁰: 0.98 ~ 1.00

沸点 (2.57) 85 ~ 91 °C

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は澄明である。

含量 95.0 % 以上。定量法 本品約 0.4 g を精密に量り, ヒドロキシルアミン試液 75 mL を正確に加え, 還流冷却器を付け, 水浴上で 1 時間加熱する。冷後, 過量のヒドロキシルアミンを 0.5 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する (指示薬: プロモフェノールブルー試液 3 滴)。ただし, 滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 21.52 mg C₄H₆O₂

ジアセチル試液 ジアセチル 1 mL を水に溶かし, 100 mL とする。この液 5 mL に水を加えて 100 mL とする。用時製する。

ジアゾ化滴定用スルファニルアミド スルファニルアミド、ジアゾ化滴定用 を見よ。

ジアゾ試液 スルファニル酸 0.9 g を正確に量り、塩酸 0.9 mL 及び水 20 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、ろ過し、ろ液に水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1.5 mL を正確にとり、水冷した後、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 20) 1 mL を正確にとり、振り混ぜながら徐々に滴加する。10 分間水冷した後、更に冷水を加えて正確に 50 mL とする。冷所に保存し、調製後 8 時間以内に使用する。

ジアゾベンゼンスルホン酸試液 105°C で 3 時間乾燥したスルファニル酸 0.9 g に希塩酸 10 mL を加え、加熱して溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 3.0 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2.5 mL を加え、水冷しながら 5 分間放置後、亜硝酸ナトリウム試液 5 mL 及び水を加えて 100 mL とし、氷水中で 15 分間放置する。用時製する。

ジアゾベンゼンスルホン酸試液、濃 105°C で 3 時間乾燥したスルファニル酸 0.2 g に 1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え、加温して溶かす。この液を水冷し、絶えずかき混ぜながら亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 25) 2.2 mL を滴加する。氷水中で 10 分間放置した後、スルファミン酸溶液 (1 → 20) 1 mL を加える。用時製する。

1-シアノグアニジン $\text{NH}_2\text{C}(\text{NH})\text{NHCN}$ 白色の結晶性の粉末で、水に溶けやすい。

融点 (2.60) 209 ~ 212°C

乾燥減量 (2.41) 0.1 % 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

窒素含量 (1.08) 66.0 ~ 67.3 % (乾燥後)。

シアノコバラミン $\text{C}_{63}\text{H}_{88}\text{CoN}_{14}\text{O}_{14}\text{P}$ [医薬品各条]

6 % シアノプロピルフェニル-94 % ジメチルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

7 % シアノプロピル-7 % フェニル-メチルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

2,3-ジアミノナフタリン $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2$ 淡黄褐色の結晶又は粉末で、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 193 ~ 198°C

感度 セレン標準液及び薄めた硝酸 (1 → 60) 40 mL ずつを正確に量り、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。これらの液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.2 g を加え、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、ピーカーを水 10 mL で洗い、洗液は分液漏斗中に合わせ、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。セレン標準液から得た液につき、薄めた硝酸から得たシクロヘキサン液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 378 nm における吸光度は、0.08 以上である。

セレン標準液 セレン 0.040 g を正確に量り、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 とする。用時製する。この液 1 mL はセレン (Se) 0.04 μg を含む。

次亜リン酸 ホスフィン酸 を見よ。

シアン化カリウム KCN [K 8443, 特級]

シアン化カリウム試液 シアン化カリウム 1 g を水に溶かし、10 mL とする。用時製する。

シアン酢酸 $\text{C}_3\text{H}_3\text{NO}_2$ 白色~淡黄色の結晶である。水に極めて溶けやすい。

含量 99 % 以上。定量法 本品約 300 mg を精密に量り、水 25 mL 及びエタノール (95) 25 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) 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 水酸化ナトリウム液 1 mL = 85.06 mg $\text{C}_3\text{H}_3\text{NO}_2$

シアン酢酸エチル $\text{NCCH}_2\text{COOC}_2\text{H}_5$ 無色~淡黄色の澄明な液で、芳香がある。比重 d_{20}^{20} : 約 1.08

確認試験 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 10000) 0.5 mL に、キンヒドロンの薄めたエタノール (99.5) (1 → 2) 溶液 (1 → 20000) 1 mL にアンモニア水 (28) 1 滴を滴加した液を加えるとき、液は明るい青色を呈する。

ジェサコニチン、純度試験用 $\text{C}_{35}\text{H}_{46}\text{NO}_{12}$ 白色の粉末である。アセトニトリル、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3500 cm^{-1} , 1715 cm^{-1} , 1607 cm^{-1} , 1281 cm^{-1} , 1259 cm^{-1} , 1099 cm^{-1} 及び 772 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (258 nm): 270 ~ 291 (5 mg, エタノール (99.5), 200 mL)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン (V), 40°C) で 12 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(2) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のジェサコニチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のジェサコニチンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する。

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液（9：1）

流量：ジェサコニチンの保持時間が約 36 分になるように調整する。

面積測定範囲：ジェサコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たジェサコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μ L から得たジェサコニチンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。システムの性能：純度試験用アコニチン、純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 5 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 1 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒパコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジェサコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

水分 (2.48) 1.0 % 以下 (5 mg, 電量滴定法)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40 °C) で 12 時間以上乾燥したもの。

ジエタノールアミン $C_4H_{11}NO_2$ 無色の粘性のある液体である。
融点 (2.60) 27 ~ 30 °C

水分 (2.48) 本品 1 g 中, 水分は 1 mg 以下とする。
ジエチルアミン $(C_2H_5)_2NH$ 無色透明の液で, アミンのような特異なおいがある。水又はエタノール (95) と混和する。水溶液はアルカリ性で, 空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する。

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.702 ~ 0.708

蒸留試験 (2.57) 54 ~ 58 °C, 96 vol% 以上。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 1.5 g を, 0.5 mol/L 硫酸 30 mL を正確に入れたフラスコに精密に量り, 過量の硫酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: メチルレッド試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 73.14 mg $(C_2H_5)_2NH$

ジエチルエーテル $C_2H_5OC_2H_5$ [K 8103, 特級]
ジエチルエーテル, 生薬純度試験用 [K 8103, 特級] ただし, ジエチルエーテル 300.0 mL を量り, 減圧, 40 °C 以下で濃縮し, ジエチルエーテルを加えて正確に 1 mL とし, 試料溶液とする。別に γ -BHC 2.0 mg を生薬純度試験用ヘキサソルに溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り, 生薬純度試験用ヘキサソルを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り, 生薬純度試験用ヘキサソルを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 1 μ L ずつを正確にとり, 次の操作条件でガスクロマトグラフィー (2.02) 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, 試料溶液の溶媒以外のピークの合計面積は, 標準溶液 (1) の γ -BHC のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は, 生薬試験法 (5.01) の純度試験 (2) の試験条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り, 生薬純度試験用ヘキサソルを加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 1 μ L から得た γ -BHC のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また, 標準溶液 (1) 1 μ L から得た γ -BHC のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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 γ -BHC の保持時間の約 3 倍の範囲

ジエチルエーテル, 無水 $C_2H_5OC_2H_5$ [K 8103, 特級, ただし, 水分 0.01 % 以下のもの]

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 $C_5H_{10}AgNS_2$ [K 9512, 特級]

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物 $(C_2H_5)_2NCS_2Na \cdot 3H_2O$ [K 8454, 特級]

ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛 プラスチック製医薬品容器試験法 (7.02) を見よ。

ジエチルジチオカルバミン酸銀 **N,N**-ジエチルジチオカルバミド酸銀 を見よ。

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム **N,N**-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物 を見よ。

N,N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物 を見よ。

N,N-ジエチル-**N'**-1-ナフチルエチレンジアミンシウ酸塩 $C_{18}H_{24}N_2O_4$ 白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3340 cm^{-1} , 2940 cm^{-1} , 1581 cm^{-1} , 1536 cm^{-1} , 1412 cm^{-1} , 789 cm^{-1} , 774 cm^{-1} 及び 721 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 溶状 本品 0.1 g に水 20 mL を加え, 加温して溶かすとき, 液は澄明である。

N,N-ジエチル-**N'**-1-ナフチルエチレンジアミンシウ酸塩・アセトン試液 **N,N**-ジエチル-**N'**-1-ナフチルエチレンジアミンシウ酸塩 1 g をアセトン/水混液 (1:1) 100 mL に溶かす。用時製する。

N,N-ジエチル-**N'**-1-ナフチルエチレンジアミンシウ酸塩試液 **N,N**-ジエチル-**N'**-1-ナフチルエチレンジアミンシウ酸塩 1 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

ジエチレングリコール $HO(CH_2CH_2O)_2H$ 無色, 無臭の液で, 水, エタノール (95) と混和する。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.118 ~ 1.120

ジエチレングリコールアジピン酸エステル, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ジエチレングリコールコハク酸エステル, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ジエチレングリコールジメチルエーテル $(CH_3OCH_2CH_2)_2O$

無色澄明の液で、水と混和する。

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.940 ~ 0.950

蒸留試験 (2.57) 158 ~ 160 °C, 95 vol% 以上。

ジエチレングリコールモノエチルエーテル [2-(2-エトキシエトキシ)エタノール] $C_2H_5(OCH_2CH_2)_2OH$ 沸点が約 203 °C の無色澄明の液体である。水と混和する。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.425 ~ 1.429

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.990 ~ 0.995

酸 (CH_3COOH として): 0.01 % 以下。

ジエチレングリコールモノエチルエーテル, 水分測定用 水分測定法 (2.48) を見よ。

四塩化炭素 CCl_4 [K 8459, 特級]

ジオキサン 1,4-ジオキサン を見よ。

1,4-ジオキサン $C_6H_8O_2$ [K 8461, 特級]

ジギトニン $C_{56}H_{92}O_{29}$ [K 8452, 特級]

シクロスポリン U $C_{81}H_{108}N_{11}O_{12}$ 白色の粉末である。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: 約 -190° (0.1 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)

シクロヘキサン C_6H_{12} [K 8464, 特級]

シクロヘキシルアミン $C_6H_{11}NH_2$ 無色澄明の液体でアミンのような特異なにおいがある。水, *N,N*-ジメチルホルムアミド又はアセトンと混和する。

純度試験 類縁物質 本品を試料溶液とする。別に本品 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水 (28)/シクロヘキサン混液 (6:2:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

シクロヘキシルメタノール $C_7H_{14}O$ わずかに樟腦の匂いがある液で、エタノール (99.5) にやや溶けやすい。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 約 1.464

沸点 (2.57) 約 185 °C

1,2-ジクロロエタン 1,2-ジクロロエタン を見よ。

2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 を見よ。

2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液

2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 を見よ。

2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液,

滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液,

滴定用 を見よ。

ジクロロフルオレセイン ジクロロフルオレセイン を見よ。

ジクロロフルオレセイン試液 ジクロロフルオレセイン試液

を見よ。

ジクロロメタン ジクロロメタン を見よ。

2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 0.1 g に水 100 mL を加え、加温した後、ろ過する。3 日以内に使用する。

2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液, 滴定用 医薬品各条「アスコルビン酸散」を見よ。

2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物

$C_{12}H_6Cl_2NNaO_2 \cdot 2H_2O$ [K 8469, 特級]

1,2-ジクロロエタン $ClCH_2CH_2Cl$ [K 8465, 特級]

2,6-ジクロロフェノール $C_6H_3Cl_2O$ 白色~帯紫白色の結晶である。

融点 (2.60) 65 ~ 67 °C

ジクロロフルオレセイン $C_{20}H_{10}Cl_2O_5$ だいたい色~赤褐色の粉末である。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液はだいたい赤色となり、これに希塩酸 10 mL を加えて酸性にすると、赤だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、水 40 mL を加えるとき、液は緑黄色の蛍光を発する。

ジクロロフルオレセイン試液 ジクロロフルオレセイン 0.1 g をエタノール (95) 60 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.5 mL を加え、次に水を加えて 100 mL とする。

1,2-ジクロロベンゼン $C_6H_4Cl_2$ 無色の液体である。

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.306

沸点 (2.57) 180 ~ 181 °C

ジクロロメタン CH_2Cl_2 [K 8161, 特級]

試験菌移植培地, テセロイキン用 ペプトン 6.0 g, 酵母エキス 3.0 g, 肉エキス 1.5 g, ブドウ糖 1.0 g, カンテン 13.0 ~ 20.0 g を水に溶かし 1000 mL とし、滅菌する。pH は 6.5 ~ 6.6 とする。

試験菌移植培地斜面, テセロイキン用 内径 16 mm の試験管に、テセロイキン用試験菌移植培地約 9 mL を分注した後、滅菌し、斜面としたもの。

ジゴキシン $C_{41}H_{64}O_{14}$ [医薬品各条]

次酢酸鉛試液 酢酸鉛 (II) 三水和物 3 g 及び酸化鉛 (II)

1 g に水 0.5 mL を加え、すり混ぜて得た類黄色の混和物をビーカーに入れ、時計皿で覆い水浴上で加熱し均等の白色又は帯赤白色になったとき、更に熱湯 9.5 mL を少量ずつ加え、再び時計皿で覆い放置した後、上澄液を傾斜してとり、水を加えてその比重を 1.23 ~ 1.24 (15 °C) に調整する。

貯法 密栓して保存する。

次酢酸鉛試液, 希 次酢酸鉛試液 2 mL に新たに煮沸して冷却した水を加えて 100 mL とする。用時製する。

シザンドリン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{32}O_7$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 130 ~ 135 °C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 5 μ L につき、「ゴミシ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

ジシクロヘキシル $C_{12}H_{22}$

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 約 0.864

沸点 (2.57) 約 227 °C

融点 (2.60) 約 4 °C

ジシクロヘキシルウレア $C_6H_{11}NHCONHC_6H_{11}$ 白色の結晶性の粉末で、おいはない。

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をメタノールに溶かし、100 mL とする。この液 10 mL を量り、メタノールを加えて 100 mL とする。この液 20 mL を量り、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜ、更に薄めた塩酸 (1 → 10) 5 mL を加えて振り混ぜ、試料溶液とする。この液 50 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ジシクロヘキシルウレア以外のピークの合計量は 3.0 % 以下である。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「アセトヘキサミド」の純度試験 (5) (ii) の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジシクロヘキシルウレアの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「アセトヘキサミド」の純度試験 (5) (ii) のシステム適合性を準用する。

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とした液 50 μ L から得たジシクロヘキシルウレアのピーク面積が、標準溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積の 1.8 ~ 3.3 % であることを確認する。

***N,N'*-ジシクロヘキシルカルボジイミド** $C_6H_{11}N=C=NC_6H_{11}$
無色若しくは白色の結晶又は結晶性の塊。エタノール (95) に溶けるが水で分解し、白色沈殿を生じる。

融点 (2.60) 35 ~ 36 °C

***N,N'*-ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液**
N,N'-ジシクロヘキシルカルボジイミド 6 g をエタノール (99.5) に溶かし、100 mL とする。

貯法 気密容器に入れ、冷所に保存する。

***N,N'*-ジシクロヘキシルカルボジイミド・無水エタノール試液**
N,N'-ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 を見よ。

次硝酸ビスマス [医薬品各条]

次硝酸ビスマス試液 L-酒石酸 10 g を水 40 mL に溶かす。これに次硝酸ビスマス 0.85 g を加え、1 時間振り混ぜる。次にヨウ化カリウム溶液 (2 → 5) 20 mL を加え、よく振り混ぜる。24 時間放置した後、ろ過する。この液は遮光して保存する。

L-シスチン $HOOCCH(NH_2)CH_2SSCH_2CH(NH_2)COOH$
[K 9048, L(-)-シスチン, 特級]

L-システイン塩酸塩一水和物 $HSCH_2CH(NH_2)COOH \cdot HCl \cdot H_2O$ [K 8470, 特級]

L-システイン酸 $C_3H_7NO_3S$ 白色の粉末。

融点 (2.60) 約 260 °C

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: + 7.5 ~ + 9.0° (1.5 g, 水, 20 mL, 100 mm)

シスプラチン $Cl_2H_6N_2Pt$ [医薬品各条]

2,6-ジ-第三ブチル-p-クレゾール 2,6-ジ-t-ブチルクレゾール を見よ。

2,6-ジ-第三ブチル-p-クレゾール試液 2,6-ジ-t-ブチルクレ

ゾール試液 を見よ。

ジチオスレイトール $C_4H_{10}O_2S_2$ 結晶である。

融点 (2.60) 約 42 °C

1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリン $C_{18}H_{28}N_2O_6S_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、メタノールにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960 cm^{-1} , 1750 cm^{-1} , 1720 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1480 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} 及び 1185 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に正確に溶かした液につき、「カプトプリル」の純度試験 (3) を準用し、試験を行うとき、*R_f* 値約 0.2 の主スポット以外のスポットを認めない。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、メタノール 20 mL に溶かし、水 50 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬：プロモチモールブルー試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色になるとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 21.63 mg $C_{18}H_{28}N_2O_6S_2$

ジチゾン $C_6H_5NHNHCSN : NC_6H_5$ [K 8490, 特級]

ジチゾン液, 抽出用 ジチゾン 30 mg をクロロホルム 1000 mL に溶かし、エタノール (95) 5 mL を加える。この液は保存する。用時、この液の必要量を取り、その 1/2 容量の薄めた硝酸 (1 → 100) を加えて振り混ぜた後、水層を除いて用いる。

ジチゾン試液 ジチゾン 25 mg をエタノール (95) 100 mL に溶かす。用時製する。

シトシン $C_4H_5N_3O$ 白色の結晶性の粉末又は粉末である。

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (276 nm) : 800 以上 (乾燥後, 40 mg, 0.1 mol/L 塩酸試液, 10000 mL)。

ジドロゲステロン, 定量用 $C_{21}H_{32}O_2$ [医薬品各条, 「ジドロゲステロン」ただし、乾燥したものを定量するとき、ジドロゲステロン ($C_{21}H_{32}O_2$) 99.0 % 以上を含むもの]

2,4-ジニトロクロロベンゼン 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン を見よ。

2,4-ジニトロフェニルヒドラジン $(NO_2)_2C_6H_3NHNH_2$ [K 8480, 特級]

2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 1.5 g を硫酸 10 mL 及び水 10 mL の冷混液に溶かし、無アルデヒドエタノール 1 容量及び水 3 容量の混液を加えて 100 mL とし、必要ならばろ過する。

2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 1.5 g を硫酸 10 mL 及び水 10 mL の冷混液に溶かし、水を加えて 100 mL とし、必要ならばろ過する。
2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・ジエチレングリコールジメチルエーテル試液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 3 g にジエチレングリコールジメチルエーテル 100 mL を加え、加温して溶かす。冷後、必要ならばろ過する。

2,4-ジニトロフェノール $C_6H_3OH(NO_2)_2$ 黄色の結晶又は結

晶性の粉末である。

融点 (2.60) 110 ~ 114 °C

2,4-ジニトロフェノール試液 2,4-ジニトロフェノール 0.5 g をエタノール (95) 100 mL に溶かす。

2,4-ジニトロフルオルベンゼン 1-フルオロ-2,4-ジニトロベンゼン を見よ。

1,3-ジニトロベンゼン $C_6H_4(NO_2)_2$ [K 8482, *m*-ジニトロベンゼン, 特級]

m-ジニトロベンゼン 1,3-ジニトロベンゼン を見よ。

1,3-ジニトロベンゼン試液 1,3-ジニトロベンゼン 1 g をエタノール (95) 100 mL に溶かす。用時製する。

m-ジニトロベンゼン試液 1,3-ジニトロベンゼン試液 を見よ。

1,3-ジニトロベンゼン試液, アルカリ性 テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 1 mL にエタノール (99.5) 140 mL を混和し, 一部をとり 0.01 mol/L 塩酸で滴定 (指示薬: メチルレッド試液) した後, 残部をエタノール (99.5) で薄めて 0.008 mol/L 液とする。用時, この液 40 mL に 1,3-ジニトロベンゼンのベンゼン溶液 (1 → 20) 60 mL を混和する。

m-ジニトロベンゼン試液, アルカリ性 1,3-ジニトロベンゼン試液, アルカリ性 を見よ。

シネオール, 定量用 $C_{10}H_{18}O$ 無色澄明の液で特異な芳香がある。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.457 ~ 1.459

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.920 ~ 0.930

純度試験

(1) 類縁物質 (i) 本品 0.20 g をヘキササン 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキササン/酢酸エチル混液 (9:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し, 105 °C で 5 分間加熱するとき, 主スポット以外のスポットを認めない。

(2) 類縁物質 (ii) 本品 0.10 g をヘキササン 25 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 2 μ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりシネオールの量を求めるとき, 99.0 % 以上である。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は, 「ユーカリ油」の定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 試料溶液 1 mL を量り, ヘキササンを加えて 100 mL とする。この液 2 μ L から得たシネオールのピーク高さがフルスケールの 40 ~ 60 % と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シネオールの保持時間の約 3 倍の範囲

シノプファギン, 成分含量測定用 $C_{26}H_{34}O_6 \cdot nH_2O$ 白色の結晶性の粉末で, においはない。

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (295 nm): 125 ~ 137 (10 mg, メタ

ノール, 250 mL)。ただし, デシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 40 mg を量り, 以下成分含量測定用プファリンの純度試験を準用する。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し, その約 10 mg を精密に量り, メタノールに溶かし, 正確に 10 mL とし, 試料溶液とする。この液 20 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりシノプファギンの量を求める。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 295 nm)

カラム: 内径 4 ~ 6 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフィー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)

流量: シノプファギンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定: 成分含量測定用プファリン, 成分含量測定用シノプファギン及び成分含量測定用レジプフォゲニン 10 mg ずつをメタノールに溶かして 200 mL とする。この液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, プファリン, シノプファギン, レジプフォゲニンの順に溶出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度: 試料溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液 (1) とする。この溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 20 μ L から得たシノプファギンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また, 標準溶液 (1) 20 μ L から得たシノプファギンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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シノプファギンの保持時間の約 2 倍の範囲

2,4-ジヒドロキシ安息香酸 $C_7H_6O_4$ 白色~微褐色の粉末である。

溶状 本品 1.0 g をエタノール (95) 20 mL に溶かすとき, 液は澄明である。

含量 95 % 以上。定量法 本品約 1 g を精密に量り, エタノール (95) 及び水 50 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 15.41 mg $C_7H_6O_4$

1,3-ジヒドロキシナフタレン $C_{10}H_6(OH)_2$ 結晶, 紫褐色の粉末で水又はエタノール (95) に溶けやすい。

融点 (2.60) 約 125 °C

2,7-ジヒドロキシナフタレン $C_{10}H_6(OH)_2$ 純度 97 % 以上。

2,7-ジヒドロキシナフタレン試液 2,7-ジヒドロキシナフタレン 0.10 g を硫酸 1000 mL に溶かし, 初めに呈する黄色が消えるまで静置してから使用する。溶液が著しく黒ずんでい

るときは新たに調整する。

3,4-ジヒドロ-6-ヒドロキシ-2(1*H*)-キノリノン $C_9H_9NO_2$
本品は白色～淡褐色の粉末又は粒である。融点：約 240 °C (分解)。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき、波数 3210 cm^{-1} , 1649 cm^{-1} , 1502 cm^{-1} , 1252 cm^{-1} 及び 816 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

α , α' -ジピリジル 2,2'-ビピリジル を見よ。

1,3-ジ-(4-ピリジル)プロパン $C_{13}H_{14}N_2$ 淡黄色の粉末である。

融点 (2.60) 61 ~ 62 °C

水分 (2.48) 本品 1 g 中、水分は 1 mg 以下とする。

ジフェニル $C_{12}H_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがある。アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 68 ~ 72 °C

純度試験 本品 0.10 g をアセトン 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりジフェニルの量を求めるとき、98.0 % 以上である。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：180 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ジフェニルの保持時間が約 8 分になるように調整する。

検出感度：試料溶液 1.0 mL にアセトンを加えて 100 mL とした液 2 μL から得たジフェニルのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % 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ジフェニルの保持時間の約 3 倍の範囲

ジフェニルアミン $(C_6H_5)_2NH$ [K 8487, 特級]

ジフェニルアミン・酢酸試液 ジフェニルアミン 1.5 g に硫酸 1.5 mL 及び酢酸 (100) を加えて溶かし、100 mL とする。

ジフェニルアミン試液 ジフェニルアミン 1 g を硫酸 100 mL に溶かす。無色の液を用いる。

ジフェニルアミン・氷酢酸試液 ジフェニルアミン・酢酸試液を見よ。

9,10-ジフェニルアントラセン $C_{26}H_{18}$ 黄色の結晶性の粉末で、ジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 約 248 °C

ジフェニルイミダゾール $C_{15}H_{12}N_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で酢酸 (100) に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくい。

融点 (2.60) 234 ~ 236 °C

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴)。

ジフェニルエーテル $C_{12}H_{10}O$ ゼラニウムのような香気を有する無色の結晶で、エタノール (95), ジエチルエーテルに溶け、水にほとんど溶けない。

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.072 ~ 1.075

沸点 (2.57) 254 ~ 259 °C

融点 (2.60) 28 °C

ジフェニルカルバジド 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジドを見よ。

ジフェニルカルバジド試液 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド試液を見よ。

ジフェニルカルバゾン [K 8489, 特級]

ジフェニルカルバゾン試液 ジフェニルカルバゾン 1 g をエタノール (95) に溶かし、1000 mL とする。

1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド $C_{13}H_{14}N_2O$ [K 8488, 特級]

1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド試液 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド 0.2 g をエタノール (95)/酢酸 (100) 混液 (9:1) 100 mL に溶かす。

5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサン, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

1,4-ジフェニルベンゼン $C_{18}H_{14}$ 本品は白色のりん片状の結晶で、わずかに芳香がある。本品はエタノール (99.5) に溶けやすく、水に溶けにくい。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3050 cm^{-1} , 3020 cm^{-1} , 1585 cm^{-1} , 1565 cm^{-1} , 1476 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} , 995 cm^{-1} , 834 cm^{-1} , 740 cm^{-1} 及び 680 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

ジフェニルヒドラミン $C_{17}H_{21}NO$ [医薬品各条]

ジ-*n*-ブチルエーテル $(C_4H_9)_2O$ 無色澄明の液体で水と混和しない。

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.768 ~ 0.771

2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール $[(CH_3)_3C]_2C_6H_2(CH_3)OH$ 白色の結晶性の粉末で、エタノール (95) に溶けやすい。

融点 (2.60) 69 ~ 71 °C

強熱残分 (2.44) 0.05 % 以下。

2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール試液 2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール 0.1 g をエタノール (95) に溶かし、10 mL とする。

ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛 プラスチック製医薬品容器試験法 (7.02) を見よ。

ジプロフィリン $C_{10}H_{14}N_4O_4$ 白色の粉末又は粒で、水に溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくい。

確認試験 本品を 105 °C で 4 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3460 cm^{-1} , 3330 cm^{-1} , 1651 cm^{-1} , 1242 cm^{-1} , 1059 cm^{-1} 及び 1035 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

2,6-ジプロムキノクローリイミド 2,6-ジプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン を見よ。

2,6-ジプロムキノクローリイミド試液 2,6-ジプロモ-*N*-クロ

ロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン試液 を見よ。

- 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン
 $C_{16}H_8Br_2$:ClNO [K 8491, 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-*p*-ベン
 ゾキノノンモノイミン, 特級]
- 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノノンモノイミン 2,6-ジ
 ブプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン を見よ。
- 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン試液
 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン 0.5
 g をメタノールに溶かし, 100 mL とする。
- 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン試液,
 希 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン
 0.2 g をメタノールに溶かし, 100 mL とする。
- 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノノンモノイミン試液
 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン試液
 を見よ。
- 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノノンモノイミン試液,
 希 2,6-ジブプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノンモノイミン
 試液, 希 を見よ。
- ジベンジル $C_{14}H_{14}$ 白色の結晶で, ジエチルエーテルに溶け
 やすく, メタノール又はエタノール (95) にやや溶けやすく,
 水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 50 ~ 54 °C

純度試験 本品 32 mg をとり, メタノールに溶かし, 正
 確に 50 mL とし, 試料溶液とする。この液 20 μ L につき,
 「注射用ビンプラスチン硫酸塩」の定量法の操作条件に従い,
 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行うとき, ジ
 ベンジル以外のピークを認めない。ただし, 検出感度は試料
 溶液 10 mL にメタノールを加えて 20 mL とした液 20
 μ L から得たジベンジルのピーク高さが 3 ~ 5 cm になる
 ように調整し, 面積測定範囲は主ピークの保持時間の約 1.2
 倍の範囲とする。

脂肪油 医薬品各条中の脂肪油。

N,N-ジメチルアセトアミド $CH_3CON(CH_3)_2$ 本品は無色澄
 明の液体である。

沸点 (2.57) 163 ~ 165 °C

比重 (2.56) 0.938 ~ 0.945 (第 3 法)。

水分 (2.48) 0.2 % 以下 (0.1 g, 電量滴定法)。

純度試験 本品 3 μ L につき, 次の条件でガスクロマト
 グラフィー (2.02) により試験を行い, 各々のピーク面積を
 自動積分法により測定する。面積百分率法により, *N,N*-ジ
 メチルアセトアミドの量を求めるとき, 98.0 % 以上であ
 る。

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 0.25 mm, 長さ 30 m のフューズドシリ
 カ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレン
 グリコール 20 M を厚さ 0.5 μ m で被覆する。

カラム温度: 70 °C 付近の一定温度で注入し, 1 分間保
 った後, 200 °C になるまで毎分 10 °C の割合で昇温
 し, 200 °C 付近の一定温度で 3 分間保つ。

キャリアーガス: ヘリウム

流量 (線速度): 約 30 cm/秒

面積測定範囲: *N,N*-ジメチルアセトアミドの保持時間
 の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 本品 1.0 g を正確に量り, アセトンを加
 えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に
 量り, アセトンを加えて正確に 50 mL とする。この
 液 3 μ L から得た *N,N*-ジメチルアセトアミドのピー
 ク面積がフルスケールの 40 ~ 60 % になること
 を確認する。

システムの再現性: 本品 3 μ L につき, 上記の条件で
 操作するとき, *N,N*-ジメチルアセトアミドのピーク
 面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

ジメチルアニリン *N,N*-ジメチルアニリン を見よ。

N,N-ジメチルアニリン $C_6H_5N(CH_3)_2$ 無色~淡黄色の液体
 で, 特異なにおいがある。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.955 ~ 0.960

蒸留試験 (2.57) 192 ~ 195 °C, 95 vol% 以上

4-ジメチルアミノアンチピリン $C_{13}H_{17}N_3O$ 無色~白色の結
 晶又は白色の結晶性の粉末である。

純度試験 本品の水溶液 (1 → 2000) 5 μ L につき, 「セ
 フピラミドナトリウム」の定量法を準用し, 試験を行う。溶
 媒のピークの後から 4-ジメチルアミノアンチピリンの保持
 時間の約 2 倍の範囲について, 各々のピーク面積を自動積
 分法により測定し, 面積百分率法により 4-ジメチルアミノ
 アンチピリン以外のピークの合計量を求めるとき, 1.0 % 以
 下である。

4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド $C_{11}H_{13}NO$ だいたい色
 の結晶又は結晶性の粉末で, 特異なにおいがある。希塩酸に
 溶けやすく, エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶け
 にくく, 水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 140 ~ 142 °C

純度試験 溶状 本品 0.20 g をエタノール (95) 20 mL
 に溶かすとき, 液は澄明である。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

窒素含量 (1.08) 7.8 ~ 8.1 % (105 °C, 2 時間, 乾燥後)。

p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド 4-ジメチルアミノシ
 ナムアルデヒド を見よ。

4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 4-ジメチルアミノ
 シナムアルデヒドのエタノール (95) 溶液 (1 → 2000)
 10 mL に, 用時, 酢酸 (100) 1 mL を加える。

p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 4-ジメチルアミ
 ノシンナムアルデヒド試液 を見よ。

ジメチルアミノフェノール $(CH_3)_2NC_6H_4OH$ 暗紫色の結晶
 又は結晶性の塊。

融点 (2.60) 85 °C

4-ジメチルアミノベンジリデンロダニン $C_{12}H_{12}N_2OS_2$ [K
 8495, *p*-ジメチルアミノベンジリデンロダニン, 特級]

p-ジメチルアミノベンジリデンロダニン 4-ジメチルアミノ
 ベンジリデンロダニン を見よ。

4-ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液 4-ジメチルアミ
 ノベンジリデンロダニン 0.02 g をアセトンに溶かし, 100
 mL とする。

p-ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液 4-ジメチルア
 ミノベンジリデンロダニン試液 を見よ。

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド $(CH_3)_2NC_6H_4CHO$ [K

8496, *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド, 特級]

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド を見よ。

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液 を見よ。

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液, 希** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液, 希 を見よ。

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 0.125 g を硫酸 65 mL 及び水 35 mL の冷混液に溶かし, 塩化鉄(Ⅲ)試液 0.05 mL を加える。調製後 7 日以内に用いる。

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液, 希 水 80 mL に氷冷しながら 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液 100 mL 及び塩化鉄(Ⅲ)試液 0.15 mL を注意して加える。

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液 を見よ。

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 1.0 g を冷却しながら塩酸 50 mL に溶かし, エタノール (95) 50 mL を加える。

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 を見よ。

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 10 g を硫酸 90 mL 及び水 10 mL の冷混液に溶かす。用時製する。

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液, 噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 1.0 g を希硫酸 20 mL に溶かす。用時製する。

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 を見よ。

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液, 噴霧用** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液, 噴霧用 を見よ。

ジメチルアミン $(\text{CH}_3)_2\text{NH}$ 無色澄明の液で, アミンのような特異なおいがある。水又はエタノール (99.5) と混和する。アルカリ性である。

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.85 ~ 0.93

含量 38.0 ~ 45.0 %。定量法 本品約 1.0 g を, 0.5 mol/L 硫酸 20 mL を正確に入れたフラスコに精密に量り, 過量の硫酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: メチルレッド試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 45.08 mg $\text{C}_2\text{H}_7\text{N}$

***N,N*-ジメチル-*n*-オクチルアミン** $\text{C}_{10}\text{H}_{23}\text{N}$ 本品は, 無色の液である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.424

ジメチルグリオキシム $\text{C}_4\text{H}_9\text{N}_2\text{O}_2$ [K 8498, 特級]

ジメチルグリオキシム試液 ジメチルグリオキシム 1 g をエタノール (95) に溶かし, 100 mL とする。

ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液 A 液: ジメチルグリオキシム 0.5 g を塩酸に溶かし, 100 mL とする。用時製する。B 液: チオセミカルバジド 0.1 g に水 50

mL を加え, 必要ならば加温して溶かし, 薄めた塩酸 (1 → 2) を加えて 100 mL とする。用時製する。A 液及び B 液のそれぞれ 10 mL ずつを合わせ, 薄めた塩酸 (1 → 2) を加えて 100 mL とし, 1 時間放置後, 24 時間以内に使用する。

ジメチルスルホキシド $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$ [K 9702, 特級]

ジメチルスルホキシド, 吸収スペクトル用 無色の結晶又は無色澄明の液で, 特異なおいがある。吸湿性が強い。

凝固点 (2.42) 18.3 °C 以上。

純度試験 本品につき, 水を対照とし, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い, 窒素を飽和した後, 直ちに吸光度を測定するとき, 波長 270 nm で 0.20 以下, 275 nm で 0.09 以下, 280 nm で 0.06 以下, 300 nm で 0.015 以下である。また, 波長 260 ~ 350 nm において特異な吸収を認めない。

水分 (2.48) 0.1 % 以下。

2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル, 薄層クロマトグラフィー用

$\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_5$ ニフェジピンのメタノール溶液 (1 → 100) にキセノン光を 50000 lx の照度で 8 時間照射した後, 水浴上でメタノールを留去する。残留物を 1-プロパノールで 4 回再結晶し, デシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で乾燥する。ごくうすい青色の結晶で, クロロホルムに極めて溶けやすく, アセトンに溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 93 ~ 95 °C

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.4 g を精密に量り, 酢酸 (100) 70 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 32.83 mg $\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_5$

***N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム二塩酸塩**

$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2 \cdot 2\text{HCl}$ [K 8193, 二塩化 *N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム, 特級]

ジメチルホルムアミド *N,N*-ジメチルホルムアミド を見よ。***N,N*-ジメチルホルムアミド** $\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$ [K 8500, 特級]

***N,N*-ジメチルホルムアミド, 液体クロマトグラフィー用**

[K 8500, 特級] ただし, 本品につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) (層長 1 cm, 対照水) により吸光度を測定するとき, 波長 270 nm, 280 nm 及び 300 nm におけるそれぞれの吸光度は 0.60 以下, 0.15 以下及び 0.05 以下である。**ジメドン** $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_2$ 白色~微黄色の結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 145 ~ 149 °C

ジモルホラミン, 定量用 $\text{C}_{20}\text{H}_{38}\text{N}_4\text{O}_4$ [医薬品各条, 「ジモルホラミン」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ジモルホラミン ($\text{C}_{20}\text{H}_{38}\text{N}_4\text{O}_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

弱塩基性 DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体 (Cl 型)

DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体 (Cl 型), 弱塩基性 を見よ。

弱酸性 CM-架橋セルロース陽イオン交換体 (H 型) 多孔性を有する真球状セルロースを架橋して強度をもたせ, カルボキシルメチル基を導入した弱酸性陽イオン交換体。

重塩酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用 DCI 核磁気共鳴スベ

クトル測定用に製造したもの。

臭化カリウム KBr [K 8506, 特級]

臭化カリウム, 赤外吸収スペクトル用 臭化カリウム単結晶又は臭化カリウムを砕き, 200号(75 μm)ふるいを通したものを集め, 120°Cで10時間又は500°Cで5時間乾燥する。これを用いて錠剤を作り, 赤外吸収スペクトル測定法(2.25)により測定するとき, 異常な吸収を認めない。

臭化シアン試液 氷冷した水 100 mL に臭素 1 mL を加え, 激しく振り混ぜた後, 氷冷したシアン化カリウム試液を臭素の色がまさに脱色するまで滴加する。この試液はドラフト中で用時製する。この試液の蒸気は極めて有毒であるから取扱いに際し, 吸入しないように注意する。

臭化ジスチグミン, 定量用 $C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$ [医薬品各条, 「ジスチグミン臭化物」ただし, 換算した脱水物に対し, ジスチグミン臭化物 ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) 99.0%以上を含むもの]

臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2H-テトラゾリウム $C_{18}H_{16}BrN_5S$ 黄色の結晶。融点: 約 195°C (分解)。

臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2H-テトラゾリウム試液 臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2H-テトラゾリウム 5 g をリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし, 1000 mL とする。

臭化水素酸 HBr [K 8509, 特級]

臭化水素酸アレコリン, 薄層クロマトグラフィー用

$C_8H_{13}NO_2 \cdot HBr$ 白色結晶で水に溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 (2.60) 169 ~ 171 °C

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をとり, メタノール 10 mL を正確に加えて溶かした液 10 μL につき, 「ピンロウジ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

臭化水素酸スコポラミン $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$ [医薬品各条, 「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」]

臭化水素酸スコポラミン, 薄層クロマトグラフィー用 [医薬品各条, 「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」ただし, 「アヘンアルカロイド・アトロピン注射液」の確認試験(2)を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めないもの]

臭化水素酸セファエリン $C_{28}H_{38}N_2O_4 \cdot 2HBr \cdot xH_2O$ 白色又は淡黄色の結晶性の粉末である。

純度試験 本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 10 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり, 「トコン」の成分含量測定法を準用し, 液体クロマトグラフィー(2.01)によりエメチンの保持時間の2倍まで試験を行う。試料溶液のセファエリン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のセファエリンのピーク面積より大きくない。

臭化水素酸ホマトロピン $C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HBr$ [医薬品各条, 「ホマトロピン臭化水素酸塩」]

臭化ダクロニウム, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{33}H_{58}Br_2N_2O_3$ 白色の結晶性の粉末で, 水に極めて溶けやすく, エタノール(95)に溶けやすく, 無水酢酸にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 2938 cm^{-1} , 1737 cm^{-1} , 1630 cm^{-1} , 1373 cm^{-1} , 1233 cm^{-1} 及び 1031 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をエタノール(95) 2 mL に溶かし, 試液溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, エタノール(95)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 μL につき, 「バンクロニウム臭化物」の純度試験(2)類縁物質を準用し, 試験を行うとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 (2.48) 1.0%以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

含量 換算した脱水物に対し, 98.0%以上。定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 無水酢酸 50 mL を加え, 加熱して溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定(2.50)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 = 34.53 mg $C_{33}H_{58}Br_2N_2O_3$

臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム $C_{13}H_{30}NBr$ 白色の粉末である。融点: 約 232°C (分解)。

含量 99%以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定(2.50)する(指示薬: クロム酸カリウム試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 28.03 mg $C_{13}H_{30}NBr$

臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム試液, 0.005 mol/L リン酸二水素カリウム 6.94 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及び臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム 1.40 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム $[(CH_3(CH_2)_3)_4NBr]$ 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る。

融点 (2.60) 101 ~ 105 °C

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

含量 98.0%以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 希硝酸 5 mL を加え, 強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定(2.50)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 硝酸銀液 1 mL = 32.24 mg $C_{16}H_{36}NBr$

臭化テトラ *n*-プロピルアンモニウム $[(CH_3CH_2CH_2)_4NBr]$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

含量 98.0%以上。定量法 本品約 0.4 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 希硝酸 5 mL を加え, 強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定(2.50)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 硝酸銀液 1 mL = 26.63 mg $C_{12}H_{28}NBr$

臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム $[(CH_3(CH_2)_6)_4NBr]$ 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る。

融点 (2.60) 87 ~ 89 °C

含量 98.0 % 以上. 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り, 薄めたアセトニトリル (3 → 5) 50 mL に溶かし, 希硝酸 5 mL を加え, 強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定 (2.50) 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 硝酸銀液 1 mL = 49.07 mg $C_{28}H_{60}NBr$

臭化テトラ *n*-ペンチルアンモニウム $[CH_3(CH_2)_4]_4NBr$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 吸湿性である.

融点 (2.60) 100 ~ 101 °C

臭化ナトリウム NaBr [K 8514, 特級]

臭化プロパンテリン $C_{23}H_{39}BrNO_3$ [医薬品各条, 「プロパンテリン臭化物」]

臭化ヨウ素 (II) IBr 黒褐色の結晶又は塊で, 水, エタノール (95), 酢酸 (100), ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶ける.

融点 (2.60) 40 °C

貯法 遮光したガラス容器に入れ, 冷所に保存する.

臭化リチウム LiBr 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 吸湿性である.

塩化物 (1.03) 0.1 % 以下

硫酸塩 (1.14) 0.01 % 以下

重クロム酸カリウム 二クロム酸カリウム を見よ.

重クロム酸カリウム (標準試薬) 二クロム酸カリウム (標準試薬) を見よ.

重クロム酸カリウム試液 二クロム酸カリウム試液 を見よ.

重クロム酸カリウム・硫酸試液 二クロム酸カリウム・硫酸試液 を見よ.

シュウ酸 シュウ酸二水和物 を見よ.

シュウ酸アンモニウム シュウ酸アンモニウム一水和物 を見よ.

シュウ酸アンモニウム一水和物 $(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$ [K 8521, しゅう酸アンモニウム一水和物, 特級]

シュウ酸アンモニウム試液 シュウ酸アンモニウム一水和物 3.5 g を水に溶かし, 100 mL とする (0.25 mol/L).

シュウ酸塩 pH 標準液 pH 測定法 (2.54) の シュウ酸塩 pH 標準液 を見よ.

シュウ酸試液 シュウ酸二水和物 6.3 g を水に溶かし, 100 mL とする (0.5 mol/L).

シュウ酸ナトリウム (標準試薬) $C_2O_4Na_2$ [K 8005, しゅう酸ナトリウム, 容量分析用標準物質]

シュウ酸 *N*-(1-ナフチル)-*N'*-ジエチルエチレンジアミン *N,N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩 を見よ.

シュウ酸 *N*-(1-ナフチル)-*N'*-ジエチルエチレンジアミン・アセトン試液 *N,N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液 を見よ.

シュウ酸 *N*-(1-ナフチル)-*N'*-ジエチルエチレンジアミン試液 *N,N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 を見よ.

シュウ酸二水和物 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ [K 8519, しゅう酸二水和物, 特級]

重水, 核磁気共鳴スペクトル測定用 D_2O 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化ギ酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用 $DCOOD$ 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化クロロホルム, 核磁気共鳴スペクトル測定用 $CDCl_3$ 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化ジメチルスルホキシド, 核磁気共鳴スペクトル測定用 $(CD_3)_2SO$ 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化ピリジン, 核磁気共鳴スペクトル測定用 C_5D_5N 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化メタノール, 核磁気共鳴スペクトル測定用 CD_3OD 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化溶媒, 核磁気共鳴スペクトル測定用 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの. 重水素化クロロホルム ($CDCl_3$), 重水素化ジメチルスルホキシド [$(CD_3)_2SO$], 重水 (D_2O), 重水素化ピリジン (C_5D_5N) などがある.

臭素 Br [K 8529, 特級]

臭素・酢酸試液 酢酸ナトリウム三水和物 10 g を酢酸 (100) に溶かして 100 mL とし, 臭素 5 mL を加えて振り混ぜる.

貯法 遮光してなるべく冷所に保存する.

臭素酸カリウム $KBrO_3$ [K 8530, 特級]

臭素試液 臭素を水に飽和して製する. 栓にワセリンを塗った共栓瓶に臭素 2 ~ 3 mL をとり, 冷水 100 mL を加えて密栓して振り混ぜる.

貯法 遮光してなるべく冷所に保存する.

臭素・シクロヘキサン試液 臭素 0.1 g をシクロヘキサンに溶かし, 100 mL とする. この液 2 mL にシクロヘキサンを加えて 10 mL とする. 用時製する.

臭素・水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム溶液 (3 → 100) 100 mL に臭素 0.2 mL を加える. 用時製する.

臭素・四塩化炭素試液 臭素 0.1 g を四塩化炭素に溶かし, 100 mL とする. この液 2 mL に四塩化炭素を加えて 10 mL とする. 用時製する.

酒石酸 L-酒石酸 を見よ.

L-酒石酸 $C_4H_6O_6$ [K 8532, L(+)-酒石酸, 特級]

L-酒石酸アンモニウム $C_4H_{12}N_2O_6$ [K 8534, (+)-酒石酸アンモニウム, 特級]

酒石酸アンモニウム L-酒石酸アンモニウム を見よ.

酒石酸カリウム $2C_4H_4K_2O_6 \cdot H_2O$ [K 8535, 酒石酸カリウム-水 (2/1), 特級]

酒石酸カリウムナトリウム 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 を見よ.

酒石酸緩衝液, pH 3.0 L-酒石酸 1.5 g 及び酒石酸ナトリウム二水和物 2.3 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

酒石酸水素ナトリウム 酒石酸水素ナトリウム一水和物 を見よ.

酒石酸水素ナトリウム一水和物 $NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O$ [K 8538, (+)-酒石酸水素ナトリウム一水和物, 特級]

酒石酸水素ナトリウム試液 酒石酸水素ナトリウム一水和物 1 g を水に溶かし, 10 mL とする (0.5 mol/L). 用時製する.

酒石酸第一鉄試液 酒石酸鉄 (II) 試液 を見よ.

酒石酸鉄 (II) 試液 硫酸鉄 (II) 七水和物 1 g, 酒石酸カリウムナトリウム四水和物 2 g 及び亜硫酸水素ナトリウム 0.1 g を水に溶かし, 100 mL とする.

酒石酸ナトリウム 酒石酸ナトリウム二水和物 を見よ.

酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$ [K

8536, (+)-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物, 特級]

酒石酸ナトリウム二水和物 $C_4H_4Na_2O_6 \cdot 2H_2O$ [K 8540, (+)-酒石酸ナトリウム二水和物, 特級]

酒石酸メトプロロール, 定量用 $((C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ [医薬品各条, 「メトプロロール酒石酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, メトプロロール酒石酸塩 $((C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 99.5 % 以上を含むもの]

酒石酸レバロルフアン, 定量用 $C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$ [医薬品各条, 「レバロルフアン酒石酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, レバロルフアン酒石酸塩 $(C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6)$ 99.0 % 以上を含むもの]

純度試験用アコニチン アコニチン, 純度試験用 を見よ。

純度試験用ジェサコニチン ジェサコニチン, 純度試験用 を見よ。

純度試験用ヒバコニチン ヒバコニチン, 純度試験用 を見よ。

純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液, 純度試験用 を見よ。

純度試験用メサコニチン メサコニチン, 純度試験用 を見よ。

[6]-ショ-ガオール, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{24}O_3$ 微黄色の油である。メタノール, エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルと混和し, 水にほとんど溶けない。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン混液 (1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し, 105°C で 5 分間加熱した後, 放冷するとき, R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

硝酸 HNO_3 [K 8541, 特級, 濃度 69 ~ 70 %, 密度約 1.42 g/mL]

硝酸, 希 硝酸 10.5 mL に水を加えて 100 mL とする。

硝酸, 発煙 [K 8739, 発煙硝酸, 特級, 濃度 97.0 % 以上, 密度約 1.52 g/mL]

硝酸アンモニウム NH_4NO_3 [K 8545, 特級]

硝酸カリウム KNO_3 [K 8548, 特級]

硝酸カルシウム 硝酸カルシウム四水和物 を見よ。

硝酸カルシウム四水和物 $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ [K 8549, 特級]

硝酸銀 $AgNO_3$ [K 8550, 特級]

硝酸銀・アンモニア試液 硝酸銀 1 g を水 20 mL に溶かし, かき混ぜながらアンモニア試液を沈殿がほとんど溶けるまで滴加する。

貯法 遮光した容器に密栓して保存する。

硝酸銀試液 硝酸銀 17.5 g を水に溶かし, 1000 mL とする (0.1 mol/L)。

貯法 遮光して保存する。

硝酸コバルト 硝酸コバルト (II) 六水和物 を見よ。

硝酸コバルト (II) 六水和物 $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ [K 8552, 特級]

硝酸試液, 2 mol/L 硝酸 12.9 mL に水を加えて 100 mL とする。

硝酸ジルコニル 硝酸ジルコニル二水和物 を見よ。

硝酸ジルコニル二水和物 $ZrO(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$ 白色の結晶性の粉末である。本品は, 水に溶けやすい。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 20) 5 mL に水酸化ナトリウム 5 mL を加えるとき, 白色乳状の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) 10 mL に硫酸 10 mL を加え, 冷後, 硫酸鉄 (II) 試液 2 mL を積層させるとき, 境界面に褐色の輪帯が現れる。

硝酸ストリキニーネ, 定量用 $C_{21}H_{22}N_2O_2 \cdot HNO_3$ 硝酸ストリキニーネ 1 g に水 14 mL 及び活性炭約 10 mg を加え, 水浴中で 10 分間加熱する。熱時ろ過し, ろ液を急冷して結晶を析出させた後, 結晶をろ取する。この結晶に水 8 mL を加え, 再び水浴中で加熱して溶かした後, 熱時ろ過して急冷し, 析出した結晶をろ取する。水 8 mL を用い, 更に 1 回この操作を繰り返した後, 結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥する。無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で, 水又はグリセリンにやや溶けにくく, エタノール (95) に溶けにくく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

純度試験 類縁物質 本品 35 mg を移動相 100 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 2 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 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 20 μ L ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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, 試料溶液のストリキニーネ以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) のストリキニーネのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は, 「ホミカ」の定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 40 mL とし, 標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 20 μ L から得たストリキニーネのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また, 標準溶液 (1) 20 μ L から得たストリキニーネのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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ストリキニーネの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (0.2 g, 105°C, 3 時間)。

含量 換算した乾燥物に対し, 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り, 無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (4:1) 40 mL を加え, 必要ならば加温して溶かし, 冷後, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 39.74 mg $C_{21}H_{22}N_2O_2 \cdot HNO_3$

硝酸セリウム (III) 試液 硝酸セリウム (III) 六水和物 0.44 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

硝酸セリウム (III) 六水和物 $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 無色～淡黄色の結晶性の粉末で, 水に溶ける。

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 0.036 % 以下。

(2) 硫酸塩 (1.14) 0.120 % 以下。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、硫酸 5 mL を加え、白煙が激しく発生するまで加熱する。冷後、水 200 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液 0.5 mL 及びペルオキシ二硫酸アンモニウム 5 g を加えて溶かし、15 分間煮沸する。冷後、1,10-フェナントロリン試液 2 滴を加え、0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液で、液の淡青色が赤色に変わるまで滴定 (2.50) する。

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 1 mL
= 43.42 mg $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

硝酸第一セリウム 硝酸セリウム (III) 六水和物 を見よ。

硝酸第一セリウム試液 硝酸セリウム (III) 試液 を見よ。

硝酸第二鉄 硝酸鉄 (III) 九水和物 を見よ。

硝酸第二鉄試液 硝酸鉄 (III) 試液 を見よ。

硝酸チアミン $\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}$ [医薬品各条, 「チアミン硝化物」]

硝酸鉄 (III) 九水和物 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ [K 8559, 特級]

硝酸鉄 (III) 試液 硝酸鉄 (III) 九水和物 1 g を pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液に溶かし、300 mL とする。

硝酸デヒドロコリダリン, 成分含量測定用 $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_7$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノールにやや溶けにくく、水、アセトニトリル又はエタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。融点: 約 240 °C (分解)。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (333 nm): 577 ~ 642 (3 mg, 水, 500 mL)。ただし、デシケーター (シリカゲル) で 1 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 5.0 mg を水/メタノール混液 (1:1) 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.5 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルで調製した薄層板にスポットし、速やかにメタノール/水/酢酸 (100) 混液 (20:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、また、噴霧用ドラッグエンドルフ試液を噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(2) 本品 5.0 mg を移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 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 5 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のデヒドロコリダリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のデヒドロコリダリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「エンゴサク」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 230 nm)

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からデヒドロコリダリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「エンゴサク」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 5 μL から得たデヒドロコリダリンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液 5 μL から得たデヒドロコリダリンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後になるように調整する。

硝酸ナトリウム NaNO_3 [K 8562, 特級]

硝酸ナファゾリン $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{HNO}_3$ [医薬品各条, 「ナファゾリン硝酸塩」]

硝酸ナファゾリン, 定量用 $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{HNO}_3$ [医薬品各条, 「ナファゾリン硝酸塩」ただし、乾燥したものを定量するとき、ナファゾリン硝酸塩 ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{HNO}_3$) 99.0 % 以上を含むもの]

硝酸鉛 硝酸鉛 (II) を見よ。

硝酸鉛 (II) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ [K 8563, 特級]

硝酸二アンモニウムセリウム (IV) $\text{Ce}(\text{NH}_4)_2(\text{NO}_3)_6$ [K 8556, 特級]

硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 試液 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 6.25 g を薄めた希硝酸 (9 → 50) 160 mL に溶かす。調製後 3 日以内に使用する。

硝酸バリウム $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ [K 8565, 特級]

硝酸バリウム試液 硝酸バリウム 6.5 g を水に溶かし、100 mL とする (0.25 mol/L)。

硝酸ビスマス 硝酸ビスマス五水和物 を見よ。

硝酸ビスマス五水和物 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [K 8566, 特級]

硝酸ビスマス試液 硝酸ビスマス五水和物 5.0 g を酢酸 (100) に溶かし、100 mL とする。

硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液 硝酸ビスマス五水和物 0.35 g を酢酸 (100) 4 mL 及び水 16 mL に溶かし、A 液とする。ヨウ化カリウム 8 g を水 20 mL に溶かし、B 液とする。A 液及び B 液の等容量混液 20 mL に希硫酸 80 mL 及び過酸化水素 (30) 0.2 mL を加える。用時製する。

硝酸マグネシウム 硝酸マグネシウム六水和物 を見よ。

硝酸マグネシウム六水和物 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [K 8567, 特級]

焦性ブドウ酸ナトリウム 微生物試験用に製造したもの。

消毒用エタノール エタノール, 消毒用 を見よ。

生薬純度試験用アセトン アセトン, 生薬純度試験用 を見よ。

生薬純度試験用アリストロキア酸 I アリストロキア酸 I, 生薬純度試験用 を見よ。

生薬純度試験用エーテル ジエチルエーテル, 生薬純度試験用 を見よ。

生薬純度試験用ジエチルエーテル ジエチルエーテル, 生薬純度試験用 を見よ。

生薬純度試験用ヘキサン ヘキサン, 生薬純度試験用 を見よ。蒸留水, 注射用 [医薬品各条, 「注射用水」ただし、蒸留して

製したもの]

触媒用ラニーニッケル ラニーニッケル, 触媒用 を見よ。
植物油 医薬品各条の植物性脂肪油。

ジョサマイシン $C_{42}H_{68}NO_{15}$ [医薬品各条]

シラスタチンアンモニウム, 定量用 $C_{16}H_{29}N_3O_5S$: 375.48 白色の結晶性の粉末。

水分 (2.48) 0.5 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定).
強熱残分 (2.44) 0.5 % 以下 (1.0 g).

類縁物質 本品 40 mg を水 25 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。別に水 20 μ L につき, 同様に操作する。試料溶液及び標準溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 試料溶液のクロマトグラムについて, 水及びベースラインの変動によるピーク面積を補正するとき, 試料溶液のシラスタチン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のシラスタチンのピーク面積の 1/6 以下である。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー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: 50 °C 付近の一定温度

移動相 A: 薄めたリン酸 (1 → 1000)/アセトニトリル混液 (7 : 3)

移動相 B: 薄めたリン酸 (1 → 1000)

移動相の送液: 移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ~ 30	15 → 100	85 → 0
30 ~ 40	100	0

流量: 毎分 2.0 mL

面積測定範囲: 40 分

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 30 mL とする。この液 20 μ L から得たシラスタチンのピーク面積が, 標準溶液のシラスタチンのピーク面積の 2.3 ~ 4.5 % になることを確認する。
システムの性能: 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, シラスタチンの保持時間は約 20 分であり, またシラスタチンの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 10000 段以上及び 2.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき, シラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

残留溶媒 本品約 1 g を精密に量り, 水に溶かして正確に 100 mL とし, 試料溶液とする。別にエタノール (99.5) 約 0.10 g を精密に量り, 水を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを正確にとり, 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02)

により試験を行い, それぞれの液のエタノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し, 次式によりエタノール (C_2H_5OH) の量を求めるとき, 0.5 % 以下である。

$$\text{エタノール (C}_2\text{H}_5\text{OH) の量 (\%)} = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100$$

W_S : エタノール (99.5) の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 0.5 mm, 長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサンを厚さ 5 μ m で被覆する。

カラム温度: 50 °C 付近の一定温度で注入し, 150 秒間保った後, 70 °C になるまで毎分 8 °C の割合で昇温し, 70 °C 付近の一定温度に 30 秒間保つ。

キャリアーガス: ヘリウム

流量: エタノールの保持時間が約 1 分になるように調整する。

スプリット比: 5 : 1

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 10 mL とし, システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 10 mL とする。この液 1 μ L から得たエタノールのピーク面積が, システム適合性試験用溶液のエタノールのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液 1 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, エタノールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 1500 段以上及び 3.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 1 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, エタノールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

含量 換算した脱水及び脱エタノール物に対し, シラスタチンアンモニウム ($C_{16}H_{29}N_3O_5S$) 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り, メタノール 30 mL に溶かし, 水 5 mL を加える。この液に 0.1 mol/L 塩酸を加え, pH 3.0 に調整し, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。ただし, 滴定の終点は第 2 変曲点とし, 第 1 変曲点までの滴定量で, 補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

$$= 37.55 \text{ mg } C_{16}H_{29}N_3O_5S$$

シリカゲル 無定形の一部水加性のケイ酸で, 不定形ガラス状顆粒である。乾燥剤用として水分吸着によって変色する変色料を含ませたものもある。110 °C で乾燥して元の色に戻す。
強熱減量 (2.43) 6 % 以下 (2 g, 950 ± 50 °C)。

水分吸着能 31 % 以上。本品約 10 g を精密に量り, 比重 1.19 の硫酸で湿度を 80 % とした容器内に 24 時間放置した後, 質量を量り, 試料に対する増量を求める。

シリコーン樹脂 シリコーン樹脂 を見よ。

シリコーン樹脂 淡灰色半透明の粘性の液又はペースト状の物質で、においはほとんどない。

屈折率及び粘度 本品 15 g をソックスレー抽出器に入れ、四塩化炭素 150 mL で 3 時間抽出し、抽出液を水浴上で蒸発して得た液体の動粘度は 100 ~ 1100 mm²/s (25 °C)、屈折率は 1.400 ~ 1.410 (25 °C) である。

比重 (2.56) 0.98 ~ 1.02

乾燥減量 (2.41) 屈折率及び粘度の項の抽出残留物につき 0.45 ~ 2.25 g (100 °C, 1 時間)。

シリコーン油 シリコーン油 を見よ。

シリコーン油 無色透明の液で、においはない。

粘度 (2.53) 50 ~ 100 mm²/s

ジルコニル・アリザリン S 試液 ジルコニル・アリザリンレッド S 試液 を見よ。

ジルコニル・アリザリンレッド S 試液 硝酸ジルコニル二水合物 0.2 g を希塩酸 5 mL に溶かし、アリザリンレッド S 試液 10 mL を加え、更に水を加えて 30 mL とする。

シンコニジン C₁₉H₂₂N₂O 白色の結晶又は結晶性の粉末で、メタノール、エタノール (95) 又はクロロホルムにやや溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 100) は左旋性である。融点：約 207 °C

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 20 mL に溶かし、無水酢酸 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴)。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 = 14.72 mg C₁₉H₂₂N₂O

シンコニン C₁₉H₂₂N₂O 白色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品 1 g を塩酸溶液 (1 → 4) 20 mL に溶かし、ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム試液 2 mL を加えると、黄色の沈殿を生じ、加熱すると溶け、放冷すると、結晶を析出する。

純度試験 シンコニジン及びキニーネ 本品 1 g に水 30 mL を加えた後、塩酸溶液 (2 → 3) を溶けるまで滴加した後、アンモニア試液で中和する。この液に酒石酸ナトリウム二水合物溶液 (1 → 2) 10 mL を加え、煮沸した後、1 時間放置するとき、沈殿を認めない。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 14.72 mg C₁₉H₂₂N₂O

ジンコン C₂₀H₁₆N₄O₆S [K 9517, 特級]

ジンコン試液 ジンコン 0.1 g を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 2 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。

シンナムアルデヒド、薄層クロマトグラフィー用 C₉H₈O 無色～淡黄色の液体で、特異な芳香がある。メタノール又はエタノール (99.5) に極めて溶けやすく、水にほとんど溶けない。

吸光度 (2.24) E_{1cm}^{1%} (285 nm) : 1679 ~ 1943 (5 mg, メタノール, 2000 mL)。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 2 mL に溶かした液 1 μL につき、「葛根湯エキス」の確認試験 (3) を準用し、試験を行うとき、R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

水銀 Hg [K 8572, 特級]

水酸化カリウム KOH [K 8574, 特級]

水酸化カリウム・エタノール試液 水酸化カリウム 10 g をエタノール (95) に溶かし、100 mL とする。用時製する。

水酸化カリウム・エタノール試液, 0.1 mol/L 希水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL にエタノール (95) を加えて 5 mL とする。用時製する。

水酸化カリウム・エタノール試液, 希 水酸化カリウム 35 g を水 20 mL に溶かし、エタノール (95) を加えて 1000 mL とする (0.5 mol/L)。密栓して保存する。

水酸化カリウム試液 水酸化カリウム 6.5 g を水に溶かし、100 mL とする (1 mol/L)。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化カリウム試液, 0.02 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL に水を加えて 100 mL とする。用時製する。

水酸化カリウム試液, 0.05 mol/L 水酸化カリウム試液 5 mL に水を加えて 100 mL とする。用時製する。

水酸化カリウム試液, 8 mol/L 水酸化カリウム 52 g を水に溶かし、100 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化カルシウム Ca(OH)₂ [K 8575, 特級]

水酸化カルシウム, pH 測定用 水酸化カルシウムを pH 測定用に調製したもの。

水酸化カルシウム試液 水酸化カルシウム 3 g に冷蒸留水 1000 mL を加え、1 時間時々強く振り混ぜた後に静置し、用時、上澄液を用いる (0.04 mol/L)。

水酸化カルシウム pH 標準液 pH 測定法 (2.54) を見よ。

水酸化第二銅 水酸化銅 (II) を見よ。

水酸化銅 (II) Cu(OH)₂ 淡青色の粉末で水にほとんど溶けない。

含量 Cu(OH)₂ として 95.0 % 以上。定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、塩酸 3 mL 及び水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 75 mL、塩化アンモニウム溶液 (3 → 50) 10 mL、薄めたアンモニア水 (28) (1 → 10) 3 mL 及びムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 0.05 g を加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は、液の色が黄緑色から赤紫色に変わるときとする。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 0.9756 mg Cu(OH)₂

水酸化ナトリウム NaOH [K 8576, 特級]

水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム 4.3 g を水に溶かし、100 mL とする (1 mol/L)。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化ナトリウム試液, 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に水を加えて 1000 mL とする。用時製する。

水酸化ナトリウム試液, 0.05 mol/L 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に水を加え、100 mL とする。

水酸化ナトリウム試液, 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム 8.0 g

に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし、1000 mL とする。用時製する。

水酸化ナトリウム試液, 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム 22 g を水に溶かし、1000 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化ナトリウム試液, 2 mol/L 水酸化ナトリウム 86 g を水に溶かし、1000 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化ナトリウム試液, 4 mol/L 水酸化ナトリウム 168 g を水に溶かし、1000 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化ナトリウム試液, 6 mol/L 水酸化ナトリウム 252 g を水に溶かし、1000 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化ナトリウム試液, 8 mol/L 水酸化ナトリウム 336 g を水に溶かし、1000 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化ナトリウム試液, 希 水酸化ナトリウム 4.3 g を新たに煮沸して冷却した水に溶かし、1000 mL とする。用時製する (0.1 mol/L)。

水酸化ナトリウム・ジオキサン試液 水酸化ナトリウム 0.80 g を 1,4-ジオキサン・水混液 (3:1) に溶かし、100 mL とする。

水酸化ナトリウム・メタノール試液 水酸化ナトリウム 4 g にメタノールを加えてよく振り混ぜて 100 mL とする。これを遠心分離して得た上澄液 50 mL をとり、メタノールを加えて 500 mL とする。用時製する。

水酸化バリウム 水酸化バリウム八水和物 を見よ。

水酸化バリウム試液 水酸化バリウム八水和物を新たに煮沸して冷却した水に飽和する。用時製する (0.25 mol/L)。

水酸化バリウム八水和物 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ [K 8577, 特級] 密栓して保存する。

水素 H_2 [K 0512, 標準物質, 3 級] 99.99 % 以上。

水素化ホウ素ナトリウム NaBH_4 白色～灰白色の結晶, 粉末又は塊である。本品は水に溶けやすい。

含量 95 % 以上。定量法 本品 0.25 g を精密に量り、薄めた水酸化ナトリウム試液 (3 → 10) 20 mL に溶かし、水を加えて正確に 500 mL にする。その 20 mL を正確に量り、共通すり合わせヨウ素フラスコに入れ、氷冷する。ヨウ素試液 40 mL を正確に加え、10 分間暗所に放置後、薄めた硫酸 (1 → 6) 10 mL を正確に加えて、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で逆滴定 (2.50) する (指示薬: デンブレン試液)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム 1 mL
= 0.4729 mg NaBH_4

水分測定用イミダゾール 水分測定法 (2.48) を見よ。

水分測定用エチレングリコール エチレングリコール, 水分測定用 を見よ。

水分測定用塩化カルシウム 塩化カルシウム, 水分測定用 を見よ。

水分測定用クロロホルム 水分測定法 (2.48) を見よ。

水分測定用試液 水分測定法 (2.48) を見よ。

水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル 水分測定法 (2.48) を見よ。

水分測定用炭酸プロピレン 水分測定法 (2.48) を見よ。

水分測定用ピリジン 水分測定法 (2.48) を見よ。

水分測定用ホルムアミド ホルムアミド, 水分測定用 を見よ。

水分測定用メタノール 水分測定法 (2.48) を見よ。

水分測定用 2-メチルアミノピリジン 水分測定法 (2.48) を見よ。

スウェルチアマリン, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{O}_{10}$ 白色の粉末で、ほとんど味はない。

融点 (2.60) 113 ~ 114 °C

純度試験 類縁物質 本品 2.0 mg をエタノール (95)

に溶かし、正確に 1 mL とした液 20 μL につき、「センプリ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

スズ Sn [K 8580, すず, 特級]

ズダンⅢ $\text{C}_{22}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}$ 赤褐色の粉末で、酢酸 (100) 又はクロロホルムに溶け、水、エタノール (95)、アセトン又はジエチルエーテルに溶けない。

融点 (2.60) 170 ~ 190 °C

ズダンⅢ試液 ズダンⅢ 0.01 g をエタノール (95) 5 mL に溶かし、ろ過し、ろ液にグリセリン 5 mL を加える。用時製する。

スチレン C_8H_8 無色澄明の液体である。

比重 (2.56) 0.902 ~ 0.910

純度試験 本品 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりスチレンの量を求めるとき、99 % 以上である。

操作条件

検出器: 熱伝導度型検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 100 °C 付近の一定温度

試料気化室温度: 150 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: スチレンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

面積測定範囲: スチレンの保持時間の約 2 倍の範囲

p-スチレンスルホン酸ナトリウム $\text{C}_8\text{H}_7\text{NaO}_3\text{S}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、水に溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は薄めたエタノール (1 → 2) より再結晶した後、減圧乾燥する。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1236 cm^{-1} , 1192 cm^{-1} , 1136 cm^{-1} , 1052 cm^{-1} , 844 cm^{-1} 及び 688 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 本品の水溶液 (1 → 1000) 10 μL につき、「パニベネム」の定量法を準用して試験を行うとき、パニベネムの測定を妨害するピークを認めない。

ステアリルアルコール [医薬品各条]

ステアリン酸, ガスクロマトグラフィー用 $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$ [K

8585, ステアリン酸, 特級]

スルバクタムナトリウム, スルバクタムベニシラミン用

$C_8H_{10}NNaO_5S$ 白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。水に溶けやすく, エタノール (95) に溶けにくい。

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき, 波数 1780 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1410 cm^{-1} , 1400 cm^{-1} , 1320 cm^{-1} , 2500 cm^{-1} , 1200 cm^{-1} 及び 1130 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

水分 (2.48) 1.0 % 以下 (0.5 g)。

含量 換算した脱水物 1 mg 当たり $875\text{ }\mu\text{g}$ (力価) 以上を含む。定量法 本品及びスルバクタム標準品約 0.10 g (力価) に対応する量を精密に量り, それぞれ移動相に溶かし, 内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後, 移動相を加えて 100 mL とし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するスルバクタムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

スルバクタム ($C_8H_{11}NO_5S$) の量 [μg (力価)]

$$= W_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000$$

W_S : スルバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液 (7 → 1000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径 3.9 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に $10\text{ }\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー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: $35\text{ }^\circ\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: 0.005 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 750 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 250 mL を加える。

流量: スルバクタムの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 10 μL につき, 上記の条件で操作するとき, スルバクタム, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

スルバクタムベニシラミン用スルバクタムナトリウム スルバクタムナトリウム, スルバクタムベニシラミン用

を見よ。スルピリド, 定量用 $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ [医薬品各条, 「スルピリド」ただし, 乾燥したものを定量するとき, スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) 99.0 % 以上を含むもの]

スルピリン $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$ [医薬品各条, 「スルピリン水和物」]

スルピリン, 定量用 $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$ [医薬品各条, 「スルピリン水和物」ただし, 換算した乾燥物に対し, スルピリン ($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$) 99.0 % 以上を含むもの]

スルファチアゾール $C_6H_6N_3O_5S_2$ 白色の結晶性の粉末である。融点 (2.60) $200 \sim 204\text{ }^\circ\text{C}$

スルファニルアミド $H_2NC_6H_4SO_2NH_2$ [K 9066, 特級]

スルファニルアミド, ジアゾ化滴定用 $H_2NC_6H_4SO_2NH_2$ [K 9066, ジアゾ化滴定用]

スルファニル酸 $H_2NC_6H_4SO_3H$ [K 8586, 特級]

スルファミン酸 (標準試薬) アミド硫酸 (標準試薬) を見よ。スルファミン酸アンモニウム アミド硫酸アンモニウム を見よ。

スルファミン酸アンモニウム試液 アミド硫酸アンモニウム試液 を見よ。

スルホサリチル酸 5-スルホサリチル酸二水和物 を見よ。

スルホサリチル酸試液 5-スルホサリチル酸二水和物 5 g を水に溶かし, 100 mL とする。

5-スルホサリチル酸二水和物 $C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$ [K 8589, 特級]

精製塩酸 塩酸, 精製 を見よ。

精製水 [医薬品各条]

精製水, アンモニウム試験用 精製水 1500 mL に注意しながら硫酸 4.5 mL を加え, 硬質ガラス製蒸留器を用いて蒸留し, 初留を十分に除き, 後の留液をアンモニウム不含の精製水とする。

純度試験 本品 40 mL をとり, フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄 (III) ナトリウム試液 6.0 mL を加えて混和する。次に次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 4.0 mL を加えて混和した後, 60 分間放置した液につき, 水を対照とし, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき, 波長 640 nm における吸光度は 0.010 以下である。

精製水, 滅菌 [医薬品各条]

精製メタノール メタノール, 精製 を見よ。

精製硫酸 硫酸, 精製 を見よ。

成分含量測定用アルブチン アルブチン, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用塩酸エメチン 塩酸エメチン, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用カプサイシン カプサイシン, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用 (E)-ケイ皮酸 (E)-ケイ皮酸, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用ゲニボシド ゲニボシド, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用サイコサポニン a サイコサポニン a, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用サイコサポニン b₂ サイコサポニン b₂, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用サイコサポニン d サイコサポニン d, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用シノブファギン シノブファギン, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン 硝酸デヒドロコリダリン, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用センノシド A センノシド A, 成分含量測定

用 を見よ。

成分含量測定用センノシド B センノシド B, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用バルバロイン バルバロイン, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用ブファリン ブファリン, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用ベオノール ベオノール, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用ヘスペリジン ヘスペリジン, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用マグノロール マグノロール, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用リンコフィリン リンコフィリン, 成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用レジブフォゲニン レジブフォゲニン, 成分含量測定用 を見よ。

精油 医薬品各条中の精油。

西洋ワサビペルオキシダーゼ 西洋ワサビに由来する分子量約 40000 の酸化酵素。

生理食塩液 [医薬品各条]

赤外吸収スペクトル用塩化カリウム 塩化カリウム, 赤外吸収スペクトル用 を見よ。

赤外吸収スペクトル用臭化カリウム 臭化カリウム, 赤外吸収スペクトル用 を見よ。

石油エーテル [K 8593, 特級]

石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物 (L), ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

石油ベンジン [K 8594, 特級]

赤リン P 暗赤色の粉末で, においはない。

本品は二硫化炭素又は水にほとんど溶けない。

純度試験 遊離リン酸 本品 5 g に塩化ナトリウム溶液 (1 → 5) 10 mL を加え, かき混ぜる。この液に塩化ナトリウム溶液 (1 → 5) 50 mL を加えて, 1 時間放置した後, ろ過する。残留物につき, 塩化ナトリウム溶液 (1 → 5) 10 mL ずつを用いて 3 回洗い, 洗液はろ液に合わせる。この液につき, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: チモールブルー試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 4.90 mg H_3PO_4

セクレチン標準品用ウシ血清アルブミン試液 ウシ血清アルブミン試液, セクレチン標準品用 を見よ。

セクレチン用ウシ血清アルブミン試液 ウシ血清アルブミン試液, セクレチン用 を見よ。

セスキオレイン酸ソルビタン [医薬品各条, 「ソルビタンセスキオレイン酸エステル」]

セタノール [医薬品各条]

石灰乳 酸化カルシウム 10 g を乳鉢にとり, 水 40 mL をすり混ぜながら徐々に加えて製する。

赤血球浮遊液, A 型 A 型赤血球浮遊液 を見よ。

赤血球浮遊液, B 型 B 型赤血球浮遊液 を見よ。

セトリミド $C_{17}H_{38}BrN$ 本品は白色～微黄白色の粉末で, わ

ずかに特異なにおいがある。

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき, 液は澄明である。

含量 96.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し, その約 2 g を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り, 分液漏斗に入れ, クロロホルム 25 mL, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL 及び新たに製したヨウ化カリウム溶液 (1 → 20) 10 mL を加え, よく振り混ぜた後静置し, クロロホルム層を除く。更にクロロホルム 10 mL ずつで 3 回洗い, 水層を分取し, 塩酸 40 mL を加える。冷後, 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液を液の濃褐色がほとんど消えるまで滴加した後, クロロホルム 2 mL を加え, クロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定 (2.50) する。ただし, 滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後, 5 分間以内に再び赤紫色が現れないときとする。別に水 20 mL, ヨウ化カリウム溶液 (1 → 20) 10 mL 及び塩酸 40 mL をとり, 空試験を行う。

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL

= 33.64 mg $C_{17}H_{38}BrN$

セファトリジンプロピレングリコール $C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_5O_2$ [医薬品各条]

セファドキシシル $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ [医薬品各条]

セフォセリス 3-エン異性体 $C_{19}H_{22}N_6O_6S_2$ 白色～帯黄白色の粉末である。60 °C で 3 時間減圧乾燥した後, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) のペースト法により吸収スペクトルの測定を行うとき, 波数 3299 cm^{-1} , 1768 cm^{-1} , 1618 cm^{-1} , 1520 cm^{-1} 及び 865 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

含量 90 % 以上。定量法 本品約 2.5 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。試料溶液 5 μL につき, 「セフォセリス硫酸塩」の定量法を準用して試験を行う。試料溶液から得た各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 全ピークの合計面積に対するセフォセリス 3-エン異性体のピーク面積の割合を求める。

セフジニルラクタム環開裂ラクトン $C_{14}H_{15}N_3O_6S_2$ 白色～黄色の粉末で, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) のペースト法で吸収スペクトルを測定するとき, 波数 1743 cm^{-1} , 1330 cm^{-1} , 1163 cm^{-1} 及び 1047 cm^{-1} 付近に吸収を認める。本品は 4 種のジアステレオマーの混合物である。

含量 90 % 以上。定量法 本品約 5 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。試料溶液 5 μL につき, 「セフジニル」の純度試験 (2) の試験条件を準用して試験を行う。試料溶液から得た各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 全ピークの合計面積に対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンの 4 種のピークの合計面積の割合を求める。

ゼラチン [医薬品各条]

ゼラチン, 酸処理 [医薬品各条, 「ゼラチン」ただし, 等電点が pH 7.0 ~ 9.0 のもの]

ゼラチン試液 ゼラチン 1 g を水 50 mL に静かに加熱しながら溶かし, 必要ならばろ過する。用時製する。

ゼラチン製ペプトン ペプトン, ゼラチン製 を見よ。

ゼラチン・トリス緩衝液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.06 g 及び塩化ナトリウム 2.22 g を水

700 mL に溶かす。別に酸処理ゼラチン 10 g を水 200 mL に加温して溶かす。冷後、両液を合わせ、希塩酸を加えて pH を 8.8 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。ゼラチン・トリス緩衝液, pH 8.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 40 g 及び塩化ナトリウム 5.4 g を水 500 mL に溶かす。この液にゼラチン 1.2 g を加温して溶かし、冷後、希塩酸を加えて pH を 8.0 に調整し、更に水を加えて 600 mL とする。

ゼラチン・リン酸塩緩衝液 リン酸二水素カリウム 13.6 g, リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g 及びアジ化ナトリウム 1.0 g を水に溶かし、1000 mL とし、薄めたリン酸 (1 → 75) を加えて pH を 3.0 に調整し、A 液とする。酸処理ゼラチン 5.0 g を A 液 400 mL に加温して溶かし、冷後、薄めたリン酸 (1 → 75) を加えて pH を 3.0 に調整し、更に A 液を加えて 1000 mL とする。

ゼラチン・リン酸塩緩衝液, pH 7.0 リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.15 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.96 g 及び塩化ナトリウム 5.4 g を水 500 mL に溶かす。この液にゼラチン 1.2 g を加温して溶かし、冷後、水を加えて 600 mL とする。

ゼラチン・リン酸塩緩衝液, pH 7.4 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 39.50 mL 及び水 50 mL を加える。この液にゼラチン 0.2 g を加温して溶かし、冷後、0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.4 に調整し、更に水を加えて 200 mL とする。

セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液 トリクロロ酢酸試液, セラペプターゼ用 を見よ。

L-セリン $C_3H_7NO_3$ [K 9105, 特級]

セルモロイキン, 液体クロマトグラフィー用

$C_{693}H_{1118}N_{178}O_{203}S_7$ [医薬品各条, 「セルモロイキン (遺伝子組換え)」ただし, 1 mL 当たり 0.5 ~ 1.5 mg のたん白質を含み, 重合体は 0.5 % 以下で, 次の試験に適合するもの]

確認試験

(1) エドマン法と液体クロマトグラフィーを用いてアミノ酸配列を調べるとき, アラニン, プロリン, トレオニン, セリン, セリン, セリン, トレオニン, リジン, リジン, トレオニン, グルタミン, ロイシン, グルタミン, ロイシン, グルタミン酸の順に検出される。また, 本品を総たん白質含量試験の結果に従い, 総たん白質として約 0.3 mg に対応する量を加水分解管にとり, 減圧で蒸発乾固した後, アミノ酸分析用無水ヒドラジン 100 μ L を加える。加水分解管内部を減圧にして, 約 100 °C で 6 時間加熱する。減圧で蒸発乾固した後, 残留物を水 250 μ L に溶かす。この液に, ベンズアルデヒド 200 μ L を加え, 時々振り混ぜ, 1 時間放置した後, 遠心分離し, 水層を分取する。ベンズアルデヒド層に水 250 μ L を加えて振り混ぜ, 遠心分離し, 水層は先の水層に合わせ, 減圧で蒸発乾固する。残留物を 0.02 mol/L 塩酸試液 100 μ L に溶かした液につき, ニンヒドリンによるポストカラム法によりアミノ酸分析を行うとき, トレオニンが検出される。

(2) 本品 1 mL に, たん白質消化酵素試液 1 mL を

加えて振り混ぜ, 37 °C で 18 ~ 24 時間放置する。この溶液を 1 mL ずつ 2 分し, 一方にはトリフルオロ酢酸溶液 (1 → 10) 25 μ L を加える。他方には, 2-メルカプトエタノール 10 μ L を加えて, 更に, 37 °C で 30 分間放置した後, トリフルオロ酢酸溶液 (1 → 10) 25 μ L を加える。この 2 液につき, 別々に「セルモロイキン (遺伝子組換え)」の確認試験 (4) の条件で液体クロマトグラフィーを行い, 溶出する本品由来のピーク画分 (ペプチドフラグメント) を繰り返して分取した液につき, それぞれ「セルモロイキン (遺伝子組換え)」の確認試験 (2) により試験を行うとき, アミノ末端アミノ酸から 9 番目と 49 番目のリジンを除く全一次構造から推定されるペプチドが検出される。

セルモロイキン用緩衝液 緩衝液, セルモロイキン用 を見よ。
セルモロイキン用基質緩衝液 基質緩衝液, セルモロイキン用 を見よ。

セルモロイキン用濃縮ゲル 濃縮ゲル, セルモロイキン用 を見よ。

セルモロイキン用培養液 培養液, セルモロイキン用 を見よ。
セルモロイキン用分離ゲル 分離ゲル, セルモロイキン用 を見よ。

セレン Se [K 8598, 特級]

前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル アミノプロピルシリル化シリカゲル, 前処理用 を見よ。

前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル, 前処理用 を見よ。

センノシド A, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用 センノシド A. ただし, 次の試験に適合するもの。

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1cm}$ (270 nm): 211 ~ 226 [10 mg, 炭酸水素ナトリウム溶液 (1 → 100), 500 mL]. ただし, デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V)) で 12 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 50 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 25 mL とし, 標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 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ィー (2.01) 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, 試料溶液のセンノシド A 以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) のセンノシド A のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は, 「センナ」の定量法の試験条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 10 μ L から得たセンノシド A のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また, 標準溶液 (1) 10 μ L から得たセンノシド A のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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センノシド A の保持時間の約 3 倍の範囲

センノシド A, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{38}O_{20}$ 黄色

の結晶性粉末で、水、クロロホルム又はジエチルエーテルに溶けない。メタノール又はアセトンにほとんど溶けない。融点：200～240℃（分解）。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、テトラヒドロフラン/水混液（7：3）4 mL を正確に加えて溶かした液 80 μ L につき、「ダイオウ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

センノシド B, 成分含量測定用 $C_{42}H_{38}O_{20}$ 黄色の結晶性粉末で、水又はジエチルエーテルに溶けにくく、メタノール又はアセトンにほとんど溶けない。融点：約 183℃（分解）。

吸光度〈2.24〉 $E_{1cm}^{1\%}$ (270 nm)：210～225 [10 mg, 炭酸水素ナトリウム溶液（1→100）, 500 mL]

ただし、デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン（V））で 12 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 1.0 mg をとり、テトラヒドロフラン/水混液（7：3）4 mL を正確に加えて溶かした液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。この液 80 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-プロパノール/酢酸エチル/水/ギ酸混液（7：7：4：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

(2) 本品 5.0 mg を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液（1）とする。試料溶液及び標準溶液（1）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ィーにより試験を行う。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、試料溶液のセンノシド B 以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のセンノシド B のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は、「センナ」の定量法の試験条件を準用する。

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液（2）とする。標準溶液（2）10 μ L から得たセンノシド B のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液（1）10 μ L から得たセンノシド B のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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、センノシド B の保持時間の約 4 倍の範囲

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 無菌試験法〈4.06〉

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 を見よ。

ソーダ石灰 [K 8603, 二酸化炭素吸収用]

D-ソルビトール $C_6H_{14}O_6$ [医薬品各条]

D-ソルビトール, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

第三アミルアルコール *t*-アミルアルコール を見よ。

第三ブタノール *t*-ブチルアルコール を見よ。

第 Xa 因子 ウシ血漿から調製された第 Xa 因子を凍結乾燥したもので、白色～微黄色の塊又は粉末である。

溶状 本品 7 \lnkat_{5-222} をとり、水 10 mL を加えて溶かすとき、無色～微黄色澄明を示す。

含量 表示量の 75～125 %

第 Xa 因子試液 第 Xa 因子 7 \lnkat_{5-222} を水 10 mL に溶かす。

ダイズ製ペプトン ペプトン, ダイズ製 を見よ。

ダイズ油 [医薬品各条]

大腸菌由来たん白質 セルモロイキンの遺伝子を欠くプラスミドを保持する大腸菌菌株 (*E.coli* N4830/pTB281) を、セルモロイキン精製工程に従って、①抽出、②ブチル化ビニルポリマー系疎水性カラムクロマトグラフィー、③カルボキシメチル化ビニルポリマー系イオン交換クロマトグラフィー、④スルホプロピル化ポリマー系イオン交換クロマトグラフィーの順に操作し、④の工程でセルモロイキン溶出位置に相当する画分を集める。④の工程で得られた画分を pH 5.0 の 0.01 mol/L 酢酸塩緩衝液に対して透析して得られた透析内液。

性状 無色澄明の液。

確認試験 紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 nm 付近に吸収の極大を示す。たん白質含量 「セルモロイキン（遺伝子組換え）」の定量法（1）総たん白質含量により、たん白質含量を求めるとき、1 mL 当たりのたん白質含量は 0.1～0.5 mg である。

大腸菌由来たん白質原液 テセロイキン遺伝子を欠失させたプラスミドを導入して、テセロイキン産生能以外はテセロイキン産生用大腸菌と全く同じ機能を持たせた大腸菌を培養し、テセロイキンの精製より簡略化された精製法により得られる大腸菌由来のたん白質の溶液。ウシ血清アルブミンを標準にして、ブラッドフォード法によりたん白質量を求め、-70℃で遮光して保存する。

第二ブタノール 2-ブタノール を見よ。

タウリン $H_2NCH_2CH_2SO_3H$ 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 95.0 % 以上。定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、ホルムアルデヒド液 5 mL を加えた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 12.52 mg $C_2H_7NO_3S$

脱色フクシン試液 フクシン 1 g を水 100 mL に加え、約 50℃に加熱し、時々振り混ぜながら冷却する。この液を 48 時間放置し、振り混ぜてろ過する。ろ液 4 mL に塩酸 6 mL 及び水を加えて 100 mL とする。少なくとも 1 時間放置した後使用する。用時製する。

多硫化アンモニウム試液 $(NH_4)_2S_x$ [K 8943, 硫化アンモニウム溶液（黄色）, 1 級]

タルク [医薬品各条]

タングステン酸ナトリウム タングステン（VI）酸ナトリウム二水和物 を見よ。

タングステン（VI）酸ナトリウム二水和物 $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$

〔K 8612, 特級〕

炭酸アンモニウム 〔K 8613, 特級〕

炭酸アンモニウム試液 炭酸アンモニウム 20 g にアンモニア試液 20 mL 及び水を加えて溶かし, 100 mL とする。

炭酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 9.6 無水炭酸ナトリウム 3.18 g 及び炭酸水素ナトリウム 5.88 g に水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

炭酸カリウム K_2CO_3 〔K 8615, 特級〕

炭酸カリウム, 無水 炭酸カリウム を見よ。

炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液 炭酸カリウム 1.7 g 及び無水炭酸ナトリウム 1.3 g を水に溶かし, 100 mL とする。

炭酸カルシウム $CaCO_3$ 〔K 8617, 特級〕

炭酸水素アンモニウム NH_4HCO_3 白色又は半透明の結晶, 結晶性の粉末又は塊でアンモニアのおいがある。

炭酸水素カリウム $KHCO_3$ 〔K 8621, 特級〕

炭酸水素ナトリウム $NaHCO_3$ 〔K 8622, 特級〕

炭酸水素ナトリウム, pH 測定用 $NaHCO_3$ 〔K 8622, pH 標準液用〕

炭酸水素ナトリウム試液 炭酸水素ナトリウム 5.0 g を水に溶かし, 100 mL とする。

炭酸水素ナトリウム注射液, 7% 〔医薬品各条, 「炭酸水素ナトリウム注射液」ただし, 表示量 7 w/v% のもの〕

炭酸脱水酵素 白色の粉末, ウシ赤血球由来, 分子量約 29000。

炭酸銅 炭酸銅一水和物 を見よ。

炭酸銅一水和物 $CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2 \cdot H_2O$ 青色～青緑色の粉末で, 水に溶けない。希酸に泡立って溶ける。アンモニア試液に溶け, 深青色を呈する。

純度試験

- (1) 塩化物 (I.03) 0.036 % 以下。
- (2) 硫酸塩 (I.14) 0.120 % 以下。
- (3) 鉄 本品 5.0 g を過量のアンモニア試液に溶かし, ろ過する。残留物をアンモニア試液で洗い, 希塩酸を加えて溶かした後, 過量のアンモニア試液を加え, 再びろ過する。残留物をアンモニア試液で洗い, 恒量になるまで乾燥するとき, その量は 10 mg 以下である。

炭酸ナトリウム 炭酸ナトリウム十水和物 を見よ。

炭酸ナトリウム (標準試薬) Na_2CO_3 〔K 8005, 容量分析用標準物質〕

炭酸ナトリウム, pH 測定用 Na_2CO_3 〔K 8625, pH 標準液用〕

炭酸ナトリウム, 無水 Na_2CO_3 〔K 8625, 炭酸ナトリウム, 特級〕

炭酸ナトリウム試液 無水炭酸ナトリウム 10.5 g を水に溶かし, 100 mL とする (1 mol/L)。

炭酸ナトリウム試液, 0.55 mol/L 無水炭酸ナトリウム 5.83 g を水に溶かし, 100 mL とする。

炭酸ナトリウム十水和物 $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$ 〔K 8624, 特級〕

炭酸プロピレン $C_4H_6O_3$ 無色の液体である。

沸点 (2.57) 240 ~ 242 °C

水分 (2.48) 本品 1 g 中, 水分は 1 mg 以下とする。

炭酸プロピレン, 水分測定用 水分測定法 (2.48) を見よ。

胆汁酸塩 生薬の微生物限度試験法 (5.02) を見よ。

タンニン酸 〔医薬品各条〕

タンニン酸試液 タンニン酸 1 g をエタノール (95) 1 mL に溶かし, 水を加えて 10 mL とする。用時製する。

タンニン酸ジフェンヒドラミン 〔医薬品各条〕

たん白質消化酵素試液 リジルエンドペプチダーゼの pH 8.6 の 0.05 mol/L トリス緩衝液溶液 (1 → 50000)。

チアントール 〔医薬品各条, 「チアントール」ただし, 「イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏」の確認試験 (3) を準用し, 試験を行うとき, 主スポット以外のスポットを認めないもの〕

3-チエニルエチルペニシリンナトリウム $C_{14}H_{18}N_2NaO_5S_2$ 白色～微黄白色の粉末である。水に極めて溶けやすく, メタノールに溶けやすく, エタノール (95) にやや溶けにくい。水分 (2.48) 10.0 % 以下 (0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{25}$: +265 ~ +290° (脱水物に換算したもの 0.5 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

含量 換算した脱水物に対して 90 % 以上。定量法 本品約 0.1 g を精密に量り, 水 35 mL に溶かし, 0.1 mol/L 塩酸試液 0.75 mL を加え, 更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH 8.5 に調整する。この液にペニシリン分解酵素 513000 Levy 単位に対応する量を水 25 mL に溶かし, フェノールフタレインのエタノール (95) 溶液 (1 → 1000) 1 滴を加え, 液の色がわずかに紅色を呈するまで希水酸化ナトリウム試液を加えて中和したペニシリン分解酵素液 2 mL を加え, 25 °C で 5 分間放置する。この液を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で, pH 8.5 になるまで滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。なお, 水は新たに煮沸して冷却したものを用いる。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 36.24 mg $C_{14}H_{18}N_2NaO_5S_2$

チオアセトアミド C_2H_5NS 白色の結晶性の粉末又は無色の結晶で, 特異なおいがある。

水又はエタノール (99.5) に溶けやすい。融点: 112 ~ 116 °C

チオアセトアミド・グリセリン塩基性試液 チオアセトアミド溶液 (1 → 25) 0.2 mL にグリセリン塩基性試液 1 mL を加え, 水浴中で 20 分間加熱する。調製後直ちに使用する。

チオアセトアミド試液 チオアセトアミド溶液 (1 → 25) 0.2 mL に水酸化ナトリウム試液 15 mL, 水 5 mL 及び 85 % グリセリン 20 mL の混液 1 mL を加え, 水浴で 20 秒間加熱する。用時製する。

チオグリコール酸 メルカプト酢酸 を見よ。

チオグリコール酸ナトリウム $HSCH_2COONa$ 白色の粉末で, 特異なおいがある。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 10) にアンモニア水 (28) 0.1 mL 及び塩化鉄 (III) 試液 1 滴を滴加するとき, 液は暗赤紫色を呈する。

(2) 本品につき, 炎色反応試験 (I.04) (1) を行うとき, 黄色を呈する。

純度試験 溶状 本品 1 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

チオグリコール酸培地 I, 無菌試験用 液状チオグリコール酸培地 を見よ。

チオグリコール酸培地Ⅱ, 無菌試験用 変法チオグリコール酸培地 を見よ.

チオシアン酸アンモニウム NH_4SCN [K 9000, 特級]

チオシアン酸アンモニウム試液 チオシアン酸アンモニウム 8 g を水に溶かし, 100 mL とする (1 mol/L).

チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (Ⅱ) 試液 を見よ.

チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (Ⅱ) 試液 チオシアン酸アンモニウム 17.4 g 及び硝酸コバルト (Ⅱ) 六水和物 2.8 g を水に溶かし, 100 mL とする.

チオシアン酸カリウム KSCN [K 9001, 特級]

チオシアン酸カリウム試液 チオシアン酸カリウム 1 g を水に溶かし, 10 mL とする.

チオシアン酸第一鉄試液 チオシアン酸鉄 (Ⅱ) 試液 を見よ.

チオシアン酸鉄 (Ⅱ) 試液 水 35 mL に希硫酸 3 mL を加え, 煮沸して溶存酸素を除く. この熱溶液に硫酸鉄 (Ⅱ) 七水和物 1 g を溶かし, 冷後, チオシアン酸カリウム 0.5 g を加えて溶かす. 液が微赤色を呈するときは, 還元鉄を加えて脱色し, 傾斜して過量の還元鉄を除き, 酸素を遮って保存する. 微赤色を呈したものは用いない.

チオジグリコール $\text{S}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$ [β -チオジグリコール, アミノ酸自動分析用] 無色～微黄色澄明の液.

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.180 ~ 1.190

水分 (2.48) 0.7 % 以下.

チオセミカルバジド $\text{H}_2\text{NCSNHNH}_2$ [K 8632, 特級]

チオ尿素 H_2NCSNH_2 [K 8635, 特級]

チオ尿素試液 チオ尿素 10 g を水に溶かし, 100 mL とする.

チオペンタール, 定量用 $\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$ 「チオペンタールナトリウム」10 g に水 300 mL を加えて溶かす. この液に希塩酸 50 mL をかき混ぜながら徐々に加える. 析出した結晶をろ取り, ろ液に塩化物の反応を認めなくなるまで水洗した後, 風乾する. これに薄めたエタノール (3 → 5) を加え, 水浴中で加熱して溶かし, 放置した後, 得られた結晶をろ取る. これを風乾した後, 105 °C で 4 時間乾燥する. 白色の結晶で, においはない.

融点 (2.60) 159 ~ 162 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をエタノール (99.5) 10 mL に溶かすとき, 液は淡黄色澄明である.

(2) 類縁物質 本品 0.05 g をアセトニトリル 15 mL に溶かした後, 水を加えて 50 mL とし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, 「チオペンタールナトリウム」の純度試験 (4) の移動相を加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする. 以下「チオペンタールナトリウム」の純度試験 (4) を準用する.

乾燥減量 (2.41) 0.20 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間).

含量 99.0 % 以上. 定量法 本品を乾燥し, その約 0.35 g を精密に量り, エタノール (99.5) 5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定 (2.50) 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 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL

= 24.23 mg $\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$

チオ硫酸ナトリウム チオ硫酸ナトリウム五水和物 を見よ.

チオ硫酸ナトリウム五水和物 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [K 8637, 特級]

チオ硫酸ナトリウム試液 チオ硫酸ナトリウム五水和物 26 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.2 g を新たに煮沸して冷却した水に溶かし, 1000 mL とする (0.1 mol/L).

チクセツサポニンⅣ, 薄層クロマトグラフィー用

$\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{O}_{18} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 白色の結晶性粉末で, メタノール又はエタノール (95) に溶けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない. 融点: 約 215 °C (分解).

純度試験 類縁物質 本品 2 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 5 μL につき, 「チクセツニンジン」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない.

チタンエロー $\text{C}_{28}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_4$ [K 8639, 特級]

窒素 N_2 [医薬品各条]

チトクロム c ウシ心筋に由来する分子量 8000 ~ 13000 の酸化酵素.

チミン $\text{C}_5\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2$: 126.11

確認試験 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3030 cm^{-1} , 1734 cm^{-1} , 1676 cm^{-1} , 1446 cm^{-1} 及び 814 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をメタノール 100 mL に溶かす. この液 10 mL に移動相を加えて 100 mL とし, 試料溶液とする. この液 10 μL につき, 「アセグルタミドアルミニウム」の純度試験 (3) を準用して試験を行うとき, アセグルタミドの保持時間にピークを認めない.

チメロサル $\text{C}_9\text{H}_5\text{HgNaO}_2\text{S}$ 白色から淡黄色の結晶性の粉末で, 水に溶けやすい.

融点 (2.60) 107 ~ 114 °C

チモール $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ [医薬品各条]

チモール, 定量用 $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$ [医薬品各条, 「チモール」ただし, 定量するとき, チモール ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$) 99.0 % 以上を含むもの]

チモールフタレイン $\text{C}_{28}\text{H}_{30}\text{O}_4$ [K 8642, 特級]

チモールフタレイン試液 チモールフタレイン 0.1 g をエタノール (95) 100 mL に溶かし, 必要ならばろ過する.

チモールブルー $\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_5\text{S}$ [K 8643, 特級]

チモールブルー試液 チモールブルー 0.1 g をエタノール (95) 100 mL に溶かし, 必要ならばろ過する.

チモールブルー試液, 希 チモールブルー 0.05 g をエタノール (99.5) 100 mL に溶かし, 必要ならばろ過する. 用時製する.

チモールブルー・ジオキサン試液 チモールブルー・1,4-ジオキサン試液 を見よ.

チモールブルー・1,4-ジオキサン試液 チモールブルー 0.05 g を 1,4-ジオキサン 100 mL に溶かし, 必要ならばろ過する. 用時製する.

チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 チモールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液 を見よ.

チモールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液 チモールブルー 0.1 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 100 mL に溶かす。

注射用蒸留水 蒸留水, 注射用 を見よ。

注射用水 [医薬品各条]

抽出用ジチゾン液 ジチゾン液, 抽出用 を見よ。

中性アルミナ, 4% 含水 カラムクロマトグラフィー用中性アルミナを 105°C で 2 時間乾燥し, その 50 g をとり, 気密容器に入れ, 水 2.0 mL を加え, よく振り混ぜて均質とした後, 2 時間以上放置する。

中性洗剤 陰イオン系又は非イオン系の界面活性剤を含む合成の洗剤で, 0.25% 溶液の pH は 6.0 ~ 8.0 である。用時, 水で適当な濃度に薄める。

中和エタノール エタノール, 中和 を見よ。

L-チロジン $C_9H_{11}NO_2$ 。白色の結晶又は結晶性の粉末で, におい及び味はない。ギ酸に溶けやすく, 水に極めて溶けにくく, エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。希塩酸又は希硝酸に溶ける。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -10.5 ~ -12.5° (乾燥後, 2.5 g, 1 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 100 mm)。

乾燥減量 (2.41) 0.30% 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

含量 99.0% 以上。定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, ギ酸 6 mL に溶かし, 酢酸 (100) 50 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 18.12 mg $C_9H_{11}NO_2$

DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体 (Cl 型), 弱塩基性ゲルろ過担体架橋デキストランにジエチルアミノエチル基を導入した弱塩基性陰イオン交換体。

p, p'-DDE (2, 2-ビス(4-クロロフェニル)-1, 1-ジクロロエチレン) $C_{14}H_8Cl_4$

融点 (2.60) 88 ~ 90°C

純度試験 類縁物質 *p, p'*-DDD の純度試験を準用する。ただし, 標準溶液 (1) は, 試料溶液 1 mL を正確に量り, 生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL になるように調製する。

o, p'-DDT (1, 1, 1-トリクロロ-2-(2-クロロフェニル)-2-(4-クロロフェニル)エタン) $C_{14}H_9Cl_5$

融点 (2.60) 73 ~ 75°C

純度試験 類縁物質 *p, p'*-DDD の純度試験を準用する。

p, p'-DDT (1, 1, 1-トリクロロ-2, 2-ビス(4-クロロフェニル)エタン) $C_{14}H_9Cl_5$

融点 (2.60) 108 ~ 110°C

純度試験 類縁物質 *p, p'*-DDD の純度試験を準用する。ただし, 標準溶液 (1) は, 試料溶液 1 mL を正確に量り, 生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL になるように調製する。

p, p'-DDD (2, 2-ビス(4-クロロフェニル)-1, 1-ジクロロエタン) $C_{14}H_{10}Cl_4$

融点 (2.60) 108 ~ 110°C

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を生薬純度試験用ヘキサんに溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り, 生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL

とし, 試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り, 生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 1 μ L ずつを正確にとり, 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) 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 *p, p'*-DDD 以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) の *p, p'*-DDD のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は, 生薬試験法 (5.01) の純度試験 (2) の試験条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り, 生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 1 μ L から得た *p, p'*-DDD のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また, 標準溶液 (1) 1 μ L から得た *p, p'*-DDD のピーク高さがフルスケールの 20% 前後と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 *p, p'*-DDD の保持時間の約 2 倍の範囲

低分子量ヘパリン, 分子量測定用 二糖単位 (分子量約 600) の分子量分布を示す低分子量ヘパリンで, 分子量 600 から 10000 以上の分布を示すもの。ただし, それを対照として低分子量ヘパリン国際標準品の平均分子量を求めるとき, 分子量測定用低分子量ヘパリン国際標準品を対照としたときと比較して, その差が 5% 以内のものを用いる。

定量用アジマリン アジマリン, 定量用 を見よ。

定量用アセトアルデヒド アセトアルデヒド, 定量用 を見よ。

定量用アミドトリゾ酸 アミドトリゾ酸, 定量用 を見よ。

定量用アラセプリル アラセプリル, 定量用 を見よ。

定量用イオタラム酸 イオタラム酸, 定量用 を見よ。

定量用イオボダートナトリウム イオボダートナトリウム, 定量用 を見よ。

定量用イソニアジド イソニアジド, 定量用 を見よ。

定量用エタクリン酸 エタクリン酸, 定量用 を見よ。

定量用エチドロン酸二ナトリウム エチドロン酸二ナトリウム, 定量用 を見よ。

定量用エナント酸メテノロン エナント酸メテノロン, 定量用 を見よ。

定量用塩化ベンゼトニウム 塩化ベンゼトニウム, 定量用 を見よ。

定量用塩酸エチレフリン 塩酸エチレフリン, 定量用 を見よ。

定量用塩酸エフェドリン 塩酸エフェドリン, 定量用 を見よ。

定量用塩酸オキシコドン 塩酸オキシコドン, 定量用 を見よ。

定量用塩酸クロルプロマジン 塩酸クロルプロマジン, 定量用 を見よ。

定量用塩酸チアラミド 塩酸チアラミド, 定量用 を見よ。

定量用塩酸ドパミン 塩酸ドパミン, 定量用 を見よ。

定量用塩酸トリメタジジン 塩酸トリメタジジン, 定量用 を見よ。

定量用塩酸ニカルジピン 塩酸ニカルジピン, 定量用 を見よ。

定量用塩酸パパベリン 塩酸パパベリン, 定量用 を見よ。

定量用塩酸ヒドララジン 塩酸ヒドララジン, 定量用 を見よ。

定量用塩酸ヒドロコタルニン 塩酸ヒドロコタルニン, 定量用

を見よ。
 定量用塩酸プロカイン 塩酸プロカイン, 定量用 を見よ。
 定量用塩酸プロカインアミド 塩酸プロカインアミド, 定量用 を見よ。
 定量用塩酸プロプラノロール 塩酸プロプラノロール, 定量用 を見よ。
 定量用塩酸ベチジン 塩酸ベチジン, 定量用 を見よ。
 定量用塩酸ベニジピン 塩酸ベニジピン, 定量用 を見よ。
 定量用塩酸ベラパミル 塩酸ベラパミル, 定量用 を見よ。
 定量用 *dl*-塩酸メチルエフェドリン *dl*-塩酸メチルエフェドリン, 定量用 を見よ。
 定量用塩酸メトホルミン 塩酸メトホルミン, 定量用 を見よ。
 定量用塩酸メピバカイン 塩酸メピバカイン, 定量用 を見よ。
 定量用塩酸モルヒネ 塩酸モルヒネ, 定量用 を見よ。
 定量用カイニン酸 カイニン酸, 定量用 を見よ。
 定量用クロルジアゼボキシド クロルジアゼボキシド, 定量用 を見よ。
 定量用クロルプロパミド クロルプロパミド, 定量用 を見よ。
 定量用サリチル酸 サリチル酸, 定量用 を見よ。
 定量用ザルトプロフェン ザルトプロフェン, 定量用 を見よ。
 定量用サントニン サントニン, 定量用 を見よ。
 定量用ジドロゲステロン ジドロゲステロン, 定量用 を見よ。
 定量用シネオール シネオール, 定量用 を見よ。
 定量用ジモルホラミン ジモルホラミン, 定量用 を見よ。
 定量用臭化ジスチグミン 臭化ジスチグミン, 定量用 を見よ。
 定量用酒石酸メトプロロール 酒石酸メトプロロール, 定量用 を見よ。
 定量用酒石酸レバロルファン 酒石酸レバロルファン, 定量用 を見よ。
 定量用硝酸ストリキニーネ 硝酸ストリキニーネ, 定量用 を見よ。
 定量用硝酸ナファゾリン 硝酸ナファゾリン, 定量用 を見よ。
 定量用シラスタチンアンモニウム シラスタチンアンモニウム, 定量用 を見よ。
 定量用スルピリド スルピリド, 定量用 を見よ。
 定量用スルピリン スルピリン, 定量用 を見よ。
 定量用チオペンタール チオペンタール, 定量用 を見よ。
 定量用チモール チモール, 定量用 を見よ。
 定量用ドキシフルリジン ドキシフルリジン, 定量用 を見よ。
 定量用ニコモール ニコモール, 定量用 を見よ。
 定量用ニセルゴリン ニセルゴリン, 定量用 を見よ。
 定量用ニトレンジピン ニトレンジピン, 定量用 を見よ。
 定量用ハロペリドール ハロペリドール, 定量用 を見よ。
 定量用ヒト血清アルブミン ヒト血清アルブミン, 定量用 を見よ。
 定量用ヒベンズ酸チペビジン ヒベンズ酸チペビジン, 定量用 を見よ。
 定量用ファモチジン ファモチジン, 定量用 を見よ。
 定量用フェノール フェノール, 定量用 を見よ。
 定量用フェノールスルホンフタレイン フェノールスルホンフタレイン, 定量用 を見よ。
 定量用ブフェキサマク ブフェキサマク, 定量用 を見よ。
 定量用フマル酸ベンシ克蘭 フマル酸ベンシ克蘭, 定量用 を見よ。

定量用プラゼバム プラゼバム, 定量用 を見よ。
 定量用フルラゼバム フルラゼバム, 定量用 を見よ。
 定量用プロピルチオウラシル プロピルチオウラシル, 定量用 を見よ。
 定量用フロプロピオン フロプロピオン, 定量用 を見よ。
 定量用ベザフィブラート ベザフィブラート, 定量用 を見よ。
 定量用ボグリボース ボグリボース, 定量用 を見よ。
 定量用マレイン酸ベルフェナジン マレイン酸ベルフェナジン, 定量用 を見よ。
 定量用マレイン酸メチルエルゴメトリン マレイン酸メチルエルゴメトリン, 定量用 を見よ。
 定量用メシル酸ベタヒスチン メシル酸ベタヒスチン, 定量用 を見よ。
 定量用メチルドパ メチルドパ, 定量用 を見よ。
 定量用メトクロプラミド メトクロプラミド, 定量用 を見よ。
 定量用メトロニダゾール メトロニダゾール, 定量用 を見よ。
 定量用メフルシド メフルシド, 定量用 を見よ。
 定量用 *l*-メントール *l*-メントール, 定量用 を見よ。
 定量用ヨウ化イソプロピル ヨウ化イソプロピル, 定量用 を見よ。
 定量用ヨウ化カリウム ヨウ化カリウム, 定量用 を見よ。
 定量用ヨウ化メチル ヨードメタン, 定量用 を見よ。
 定量用ヨウ素 ヨウ素, 定量用 を見よ。
 定量用リシノプリル リシノプリル, 定量用 を見よ。
 定量用リドカイン リドカイン, 定量用 を見よ。
 定量用硫酸アトロピン 硫酸アトロピン, 定量用 を見よ。
 定量用硫酸ベタニジン 硫酸ベタニジン, 定量用 を見よ。
 定量用リン酸コデイン リン酸コデイン, 定量用 を見よ。
 定量用リン酸ジヒドロコデイン リン酸ジヒドロコデイン, 定量用 を見よ。
 定量用ワルファリンカリウム ワルファリンカリウム, 定量用 を見よ。
 2'-デオキシウリジン, 液体クロマトグラフィー用 $C_9H_{12}N_2O_5$
 白色の結晶性の粉末である。
 融点 (2.60) 162 ~ 166 °C
 純度試験 本品 3.0 mg を薄めたメタノール (1 → 25) に溶かし, 50 mL とする。この液 10 μ L につき, 「イドクスウリジン点眼液」の純度試験の操作条件に従い, 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について, 各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法により 2'-デオキシウリジンの量を求めるとき 98.5 % 以上である。
 含量 98.5 % 以上。定量法 本品を 60 °C で 3 時間減圧乾燥し, その約 5 mg を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 250 mL とする。この液 10 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 20 mL とする。この液につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い, 262 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

$$\text{デオキシウリジン}(C_9H_{12}N_2O_5)\text{の量(mg)} = \frac{A}{447} \times 5000$$

テオフィリン $C_7H_8N_4O_2$ 白色の粉末で, 水に溶けにくい。
 融点 (2.60) 269 ~ 274 °C
 純度試験 カフェイン, テオプロミン又はバラキサンチン

本品 0.20 g に水酸化カリウム試液 5 mL 又はアンモニア試液 5 mL を加えるとき、液はいずれも澄明である。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定 (2.50) する (指示薬：チモールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 18.02 mg $C_7H_5N_3O_2$

1-デカンスルホン酸ナトリウム $C_{10}H_{21}NaO_5S$ 白色の粉末である。

溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

乾燥減量 (2.41) 3.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.45 g を精密に量り、水 50 mL に溶かした液をカラム (0.3 ~ 1.0 mm のカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 (H 型) 約 20 mL を内径約 1.2 cm, 高さ約 25 cm のクロマトグラフィー管に注入して製したもの) に入れ、1 分間約 4 mL の速度で流す。次にカラムを水 150 mL を用いて 1 分間約 4 mL の速度で洗う。洗液は先の流出液に合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) 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 水酸化ナトリウム液 1 mL = 24.43 mg $C_{10}H_{21}NaO_5S$

1-デカンスルホン酸ナトリウム試液, 0.0375 mol/L 1-デカンスルホン酸ナトリウム 3.665 g を水 400 mL に溶かす。
滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液, 滴定用 を見よ。
テセロイキン用細胞懸濁液 細胞懸濁液, テセロイキン用 を見よ。

テセロイキン用参照抗インターロイキン-2 抗体 参照抗インターロイキン-2 抗体, テセロイキン用 を見よ。

テセロイキン用試験菌移植培地 試験菌移植培地, テセロイキン用 を見よ。

テセロイキン用試験菌移植培地斜面 試験菌移植培地斜面, テセロイキン用 を見よ。

テセロイキン用等電点マーカー 等電点マーカー, テセロイキン用 を見よ。

テセロイキン用発色試液 発色試液, テセロイキン用 を見よ。
テセロイキン用普通寒天培地 普通寒天培地, テセロイキン用 を見よ。

テセロイキン用分子量マーカー 分子量マーカー, テセロイキン用 を見よ。

テセロイキン用力価測定用培地 力価測定用培地, テセロイキン用 を見よ。

デソキシコール酸ナトリウム $C_{21}H_{39}NaO_4$ 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3400 cm^{-1} , 2940 cm^{-1} , 1562 cm^{-1} 及び 1408 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/メタノール/酢酸 (100) 混液 (80 : 40 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに濃硫酸を均等に噴霧し、105 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

鉄 Fe 片状、板状、粒状、線状などに成型したもの。鉄 (Fe) 97.7 % 以上。磁石により吸引される。

鉄試験用アスコルビン酸 L-アスコルビン酸 を見よ。

鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.5 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.5, 鉄試験用 を見よ。

鉄・フェノール試液 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 1.054 g を水 20 mL に溶かし、硫酸 1 mL 及び過酸化水素 (30) 1 mL を加え、泡立ちが止むまで加熱した後、水を加えて 50 mL とする。この液 3 容量をメスフラスコにとり、冷却しながら硫酸を加えて 100 容量とし、鉄・硫酸溶液を製する。別にフェノールを再留し、初めの 10 % と、終わりの 5 % 容量を除いた留液を湿気を避けて約 2 倍容量の質量既知の乾燥共栓フラスコにとり、栓をして氷冷し、ガラス棒で表面の固まるのを防ぎながら完全に結晶させ、乾燥して質量を量る。このフラスコにフェノールの 1.13 倍質量の鉄・硫酸溶液を加え、密栓し、冷却せずに時々振り動かしてフェノールを溶かした後、激しく振り混ぜ、暗所に 16 ~ 24 時間放置する。この混液にその 23.5 % に相当する薄めた硫酸 (10 → 21) を加え、よく混和し、乾燥共栓瓶に入れ、湿気を避けて暗所に保存する。この溶液は 6 箇月以内に使用する。

鉄・フェノール試液, 希 鉄・フェノール試液 10 mL に水 4.5 mL を加える。用時製する。

鉄粉 Fe 光沢のない灰色~灰黒色の粉末で、磁石に吸引される。

確認試験 本品の塩酸溶液 (1 → 50) 1 mL を水で薄めて 15 mL とした液に、ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき、液は青色を呈する。

テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 テトラエチルアンモニウムヒドロキシド [(C_2H_5)₄NOH : 147.26] を 10 % 含む水溶液である。無色澄明の液で強いアンモニア臭がある。また、本品は強い塩基で、空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する。

含量 10.0 ~ 11.0 %。定量法 あらかじめ水 15 mL を入れた共栓フラスコに本品約 3 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する (指示薬：メチルレッド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 14.73 mg $C_8H_{21}NO$

テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。
テトラクロロ金 (III) 酸四水和物 $HAuCl_4 \cdot 4H_2O$ [K 8127, 特級]

テトラクロロ金 (Ⅲ) 酸試液 テトラクロロ金 (Ⅲ) 酸四水和物 1 g を水 35 mL に溶かす。

テトラクロロ金試液 テトラクロロ金 (Ⅲ) 酸試液 を見よ。
テトラサイクリン $C_{22}H_{24}N_2O_8$ 黄色～暗い黄色の結晶又は結晶性粉末で、エタノールにやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

含量 本品 1 mg は 870 μ g (力価) 以上を含む。定量法 「テトラサイクリン塩酸塩」の定量法を準用する。ただし、本品の量 [μ g(力価)] は次式により求める。

$$\begin{aligned} & \text{テトラサイクリン } (C_{22}H_{24}N_2O_8) \text{ の量 } [\mu\text{g(力価)}] \\ & = W_5 \times (A_T / A_S) \times 1000 \end{aligned}$$

W_5 : テトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量
[mg(力価)]

テトラヒドロキシキノン $C_6H_4O_6$ 暗青色の結晶で、光によって黄色に変わる。エタノール (95) にやや溶けやすく、水にやや溶けにくい。

テトラヒドロキシキノン指示薬 テトラヒドロキシキノン 1 g に白糖 100 g を加え、均等に混和する。

テトラヒドロフラン $CH_2(CH_2)_2CH_2O$ [K 9705, 特級]

テトラヒドロフラン, 液体クロマトグラフィー用 C_4H_8O 無色澄明の液体である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.406 ~ 1.409

密度 (2.56) (20 °C) 0.884 ~ 0.889 g/mL

純度試験 紫外吸収物質 本品につき、水を対照として、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 240 nm, 254 nm, 280 nm, 290 nm 及び 300 ~ 400 nm における吸光度は、それぞれ 0.35, 0.20, 0.05, 0.02 及び 0.01 以下である。

過酸化物質 K 9705 の試験法により試験を行うとき、0.01 % 以下である。

テトラヒドロフラン, ガスクロマトグラフィー用 テトラヒドロフランに硫酸鉄 (Ⅱ) 七水和物を加えて蒸留する。

貯法 窒素を封入し、冷暗所で保存する。

テトラフェニルホウ酸ナトリウム $(C_6H_5)_4BNa$ [K 9521, テトラフェニルほう酸ナトリウム, 特級]

テトラフェニルポロンカリウム試液 フタル酸水素カリウム溶液 (1 → 500) 50 mL に酢酸 (31) 1 mL を加える。この液にテトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液 (7 → 1000) 20 mL を加えてよく振り混ぜ、1 時間放置した後、生じた沈殿を洗す。沈殿の 1/3 量を取り、水 100 mL を加えて約 50 °C で振り混ぜながら 5 分間加温した後、急冷し、常温で時々振り混ぜ、2 時間放置した後、ろ過する。初めのろ液 30 mL を除く。

テトラフェニルポロンナトリウム テトラフェニルホウ酸ナトリウム を見よ。

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド $[(C_4H_9)_4NOH : 259.47]$ を 13 g/dL 含む水溶液である。

含量 11.7 ~ 14.3 g/dL. 定量法 あらかじめ水 15 mL を入れた共栓フラスコの質量を量り、これにテトラブチルアンモニウムヒドロキシド $(C_4H_9)_4NOH$ 約 0.3 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する

(指示薬: メチルレッド試液 3 滴)。

$$0.1 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 25.95 \text{ mg } C_{16}H_{37}NO$$

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液, 40 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド $[(C_4H_9)_4NOH : 259.47]$ を 40 g/dL 含む水溶液である。

含量 36 ~ 44 g/dL. 定量法 本品 10 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する (指示薬: メチルレッド試液 3 滴)。

$$1 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 259.5 \text{ mg } C_{16}H_{37}NO$$

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液, 0.005 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 10 mL に水 700 mL を加え、薄めたリン酸 (1 → 10) を加えて pH を 4.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド $[(C_4H_9)_4NOH : 259.47]$ を 25 g/dL 含むメタノール溶液である。無色～微黄色澄明の液で、アンモニア臭がある。

含量 22.5 ~ 27.5 g/dL. 定量法 本品 15 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する (指示薬: メチルレッド試液 3 滴)。

$$1 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 259.5 \text{ mg } C_{16}H_{37}NO$$

10 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド $[(C_4H_9)_4NOH : 259.47]$ を 10 g/dL 含むメタノール溶液である。

含量 9.0 ~ 11.0 g/dL. 定量法 あらかじめ水 20 mL を入れた共栓フラスコに本品 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する (指示薬: メチルレッド試液 3 滴)。

$$0.1 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 25.95 \text{ mg } C_{16}H_{37}NO$$

テトラブROMフェノールフタレインエチルエステルカリウム塩 テトラブROMフェノールフタレインエチルエステルカリウムを見よ。

テトラブROMフェノールフタレインエチルエステル試液 テトラブROMフェノールフタレインエチルエステル試液 を見よ。

テトラブROMフェノールフタレインエチルエステルカリウム $C_{22}H_{13}O_4Br_4K$ [K 9042, 特級]

テトラブROMフェノールフタレインエチルエステル試液 テトラブROMフェノールフタレインエチルエステルカリウム 0.1 g を酢酸 (100) に溶かし、100 mL とする。用時製する。

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド $(CH_3)_4NOH$ 通例、約 10 % の水溶液として知られている。無色澄明の液で強いアンモニア臭がある。本品はアンモニアよりその塩基度は強い。空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する。10 % 水溶液を用いる。

純度試験 アンモニア及び他のアミン類 あらかじめ水約 5 mL を入れたはかり瓶にテトラメチルアンモニウムヒドロキシド $[(CH_3)_4NOH]$ 約 0.3 g に対応する量を正確に量り、これに 1 mol/L 塩酸をやや過量 (約 4 mL) 加えた後、水浴上で蒸発乾固する。残留物を 105 °C で 2 時間乾燥した

もの(塩化テトラメチルアンモニウム)に0.8317を乗じて得たテトラメチルアンモニウムヒドロキシド $[(\text{CH}_3)_4\text{NOH}]$ の量は、定量法で得たテトラメチルアンモニウムヒドロキシド $[(\text{CH}_3)_4\text{NOH}]$ の量の $\pm 0.2\%$ である。

不揮発性残分 0.02%以下(5 mL, 105°C, 1時間)。

含量 表示量の98%以上。定量法 あらかじめ水15 mLを入れた共栓フラスコの質量を量り、これにテトラメチルアンモニウムヒドロキシド $[(\text{CH}_3)_4\text{NOH}]$ 約0.2 gに対応する量を正確に量り、0.1 mol/L塩酸で滴定(2.50)する(指示薬:メチルレッド試液)。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 9.115 mg $\text{C}_4\text{H}_{13}\text{NO}$

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 テトラメチルアンモニウムヒドロキシド15 mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加えて正確に100 mLとする。

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液, pH 5.5 テトラメチルアンモニウムヒドロキシド10 mLに水990 mLを加え、薄めたリン酸(1→10)を用いてpH 5.5に調整する。

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液 テトラメチルアンモニウムヒドロキシド $[(\text{CH}_3)_4\text{NOH}]$:91.15]を10 g/dL含むメタノール溶液である。

含量 9.0~11.0 g/dL。定量法 あらかじめ水20 mLを入れた共栓フラスコに本品2 mLを正確に量り、0.1 mol/L塩酸で滴定(2.50)する(指示薬:プロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液)。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 9.115 mg $\text{C}_4\text{H}_{13}\text{NO}$

N,N,N',N'-テトラメチルエチレンジアミン

$(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 微黄色澄明な液体である。

比重(2.56) d_4^{20} :0.774~0.799

含量 99.0%以上。

テトラメチルシラン, 核磁気共鳴スペクトル測定用 $(\text{CH}_3)_4\text{Si}$ 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの。

3,3',5,5'-テトラメチルベンジジン二塩酸塩二水和物 $\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{Cl}_2\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 白色~微赤白色の結晶性粉末。

デバルダ合金 [K 8653, 特級]

N-デメチルエリスロマイシン $\text{C}_{36}\text{H}_{65}\text{NO}_{13}$ 本品は白色~淡黄白色の粉末である。

N-デメチルロキシスロマイシン $\text{C}_{40}\text{H}_{71}\text{N}_2\text{O}_{15}$ 白色の粉末である。

確認試験 本品のクロロホルム溶液(1→20)を試料溶液とし、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の溶液法により層長0.1 mmの臭化カリウム製固定セルを用いて測定するとき、波数 3600 cm^{-1} , 3520 cm^{-1} , 3450 cm^{-1} , 3340 cm^{-1} , 1730 cm^{-1} 及び 1627 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

テルフェニル $\text{C}_{18}\text{H}_{14}$ 白色の結晶性の粉末である。

融点(2.60) 208~213°C

確認試験 本品のメタノール溶液(1→250000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長276~280 nmに吸収の極大を示す。

p-テルフェニル テルフェニル を見よ。

テレピン油 [医薬品各条]

テレフタル酸 $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH})_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末

で、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。

強熱残分(2.44) 0.3%以下(1 g)。

含量 95.0%以上。定量法 本品約2 gを精密に量り、1 mol/L水酸化ナトリウム液50 mLを正確に加えて溶かし、1 mol/L塩酸で滴定(2.50)する(指示薬:フェノールフタレイン試液3滴)。同様の方法で空試験を行う。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 83.07 mg $\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_4$

テレフタル酸, ガスクロマトグラフィー用 $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH})_2$ ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

テレフタル酸ジエチル $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOC}_2\text{H}_5)_2$ 白色~帯微褐色の結晶又は塊である。

融点(2.60) 44~46°C

含量 99%以上。定量法 本品0.1 gをとり、メタノール10 mLに溶かす。この液2 μL につき、ガスクロマトグラフィー(2.02)により次の条件で試験を行う。得られたクロマトグラムにつき自動積分法により、それぞれの成分のピーク面積を測定する。

$$\text{含量} = \frac{\text{テレフタル酸ジエチルのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}} \times 100$$

操作条件

検出器:水素炎イオン化検出器

カラム:内径4 mm,長さ2 mのガラス管にSE-30を177~250 μm のシマライトW(AW, DMCS)に10%の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度:200°C付近の一定温度

キャリアーガス及び流量:ヘリウムを用い、毎分約50 mLの一定量でテレフタル酸ジエチルの保持時間が6~7分となるように調整する。

測定範囲:溶媒のピークの後から、テレフタル酸ジエチルの保持時間の5倍の範囲

デンプン [K 8658, でんぶん, 特級]

デンプン, 溶性 [K 8659, でんぶん(溶性), 特級]

デンプン・塩化ナトリウム試液 デンプン試液に塩化ナトリウムを飽和する。調製後5~6日以内に用いる。

デンプン試液 デンプン1 gを冷水10 mLとよくすり混ぜ、これを熱湯200 mL中に絶えずかき混ぜながら徐々に注ぎ込み、液が半透明となるまで煮沸し、放置した後、上澄液を用いる。用時製する。

でんぶん消化力試験用バレイショデンプン試液 バレイショデンプン試液, でんぶん消化力試験用 を見よ。

でんぶん消化力試験用フェーリング試液 フェーリング試液, でんぶん消化力試験用 を見よ。

銅 Cu [K 8660, 特級]

銅(標準試薬) Cu [K 8005, 容量分析用標準物質]

銅エチレンジアミン試液, 1 mol/L 水酸化銅(II)100 gを500 mL目盛線をしるした1000 mL肉厚の試薬瓶に入れ、水を加えて500 mLとする。液注入用分液漏斗、窒素導入用ガラス管及びガス排出用ガラス管をさし込んだゴム栓を試薬瓶に付ける。窒素導入管の下端の位置は試薬瓶の底から約1.3 cmの高さになるように調節する。窒素導入管より約14 kPaに減圧した窒素を通じ、必要ならば適当な調節器を

用いて液が穏やかに泡立つように調節し、約 3 時間試薬瓶内の空気を窒素で置換する。試薬瓶内に通じた窒素はガス排出管より排出させる。同様にして窒素を通じ、更に流水で冷却しながら、液注入用分液漏斗からエチレンジアミン試液 160 mL を徐々に加える。液注入用分液漏斗を取り外し、ゴム栓の穴をガラス棒で栓をする。更に約 10 分間窒素を通じた後、ガス排出管を取り外し、同様にゴム栓の穴をガラス棒で栓をする。試薬瓶の内部は引続き窒素で加圧状態とし、圧力が約 14 kPa の窒素雰囲気とする。試薬瓶は時々振り混ぜながら、約 16 時間放置する。必要ならばガラスろ過器を用いて減圧ろ過し、再び窒素雰囲気下で保存する。このようにして得た液の銅 (II) イオンの濃度は約 1.3 mol/L である。定量法により、この液のエチレンジアミンの濃度 X (mol/L) 及び銅 (II) イオンの濃度 Y (mol/L) を求め、その各値から X は 1.96 ~ 2.04, Y は 0.98 ~ 1.02 及び X/Y は 1.96 ~ 2.04 となるように、水、水酸化銅 (II) 又はエチレンジアミン試液を加え、再び同様にして定量し、試液とする。

定量法

(1) エチレンジアミン 調製した液 1 mL (V_1) を正確に量り、水 60 mL を加え、0.1 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する (pH 測定法、終点 pH 約 8.4)。

$$X = \frac{N_1 a}{V_1}$$

X : 調整した液中のエチレンジアミンの濃度 (mol/L)

a : 0.1 mol/L 塩酸の消費量 (mL)

N_1 : 塩酸の濃度 (mol/L)

(2) 銅 (II) イオン 調製した液 2 mL (V_2) を正確に量り、水 20 mL, ヨウ化カリウム約 3 g 及び 2 mol/L 硫酸試液 50 mL を加え、更に 5 分間振り混ぜた後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL 及びチオシアン酸アンモニウム溶液 (1 → 5) 10 mL を加え、生じた青色が脱色したときとする。

$$Y = \frac{N_2 b}{V_2}$$

Y : 調整した液中の銅 (II) イオンの濃度 (mol/L)

b : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

N_2 : チオ硫酸ナトリウム液の濃度 (mol/L)

銅試液, アルカリ性 無水炭酸ナトリウム 2 g を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす。この液 50 mL をとり、硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1 → 100) と酒石酸カリウム溶液 (1 → 50) の混液 (1 : 1) 1 mL を加えて混和する。

銅試液, たん白質含量試験用アルカリ性 水酸化ナトリウム 0.8 g を水に溶かして 100 mL とした液に、無水炭酸ナトリウム 4 g を加えて溶かし、A 液とする。硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1 → 50) 1 mL 及び酒石酸ナトリウム二水和物溶液 (1 → 25) 1 mL を混和し、B 液とする。A 液 50

mL 及び B 液 1 mL を混和する。用時製する。

等電点マーカー, テセロイキン用 チトクロム c, トリプシノーゲン, レンチルレクチン・ベーシックバンド, レンチルレクチン・ミドルバンド, レンチルレクチン・アシディックバンド, ウマミオグロビン・ベーシックバンド, ウマミオグロビン・アシディックバンド, ヒト炭酸脱水酵素 B, ウシ炭酸脱水酵素 B 及び β -ラクトグロブリン A をそれぞれ 0.02 ~ 0.05 mg ずつとり、白糖溶液 (3 → 10) 0.1 mL に溶かす。

導電率測定用塩化カリウム 塩化カリウム, 導電率測定用 を見よ。

Cu-PAN 1-(2-ピリジルアゾ)-2-ナフトール (遊離酸) 1 g 及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物 11.1 g を混合して製する。灰だいたい黄色、灰赤褐色又は淡灰紫色の粉末である。

吸光度 本品 0.50 g をとり、薄めた 1,4-ジオキサン (1 → 2) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 470 nm における吸光度は 0.48 以上である。

純度試験 溶状 本品 0.5 g を薄めた 1,4-ジオキサン (1 → 2) 50 mL に溶かすとき、液は黄褐色澄明である。

Cu-PAN 試液 Cu-PAN 1 g を薄めた 1,4-ジオキサン (1 → 2) 100 mL に溶かす。

トウモロコシ油 [医薬品各条]

銅溶液, アルカリ性 水酸化ナトリウム 0.8 g を水に溶かして 100 mL とし、これに無水炭酸ナトリウム 4 g を溶かし、A 液とする。硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1 → 50) 1 mL と酒石酸ナトリウム二水和物溶液 (1 → 25) 1 mL を混和し、B 液とする。A 液 50 mL 及び B 液 1 mL を用時混和する。

ドキシフルリジン $C_9H_{11}FN_2O_5$ [医薬品各条]

ドキシフルリジン, 定量用 $C_9H_{11}FN_2O_5$ [医薬品各条, 「ドキシフルリジン」ただし、乾燥したものを定量するとき、ドキシフルリジン ($C_9H_{11}FN_2O_5$) 99.5 % 以上を含むもの]

ドコサン酸メチル $C_{23}H_{46}O_2$ 白色の板状結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 51.0 ~ 56.0 °C

トコフェロール $C_{29}H_{50}O_2$ [医薬品各条]

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム $C_{18}H_{29}SO_3Na$ 本品は白色の結晶性の粉末又は塊である。

pH (2.54): 本品 0.5 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。ただし、窒素を通じ、かき混ぜながら 25 °C で測定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 40 mg を精密に量り、水 20 mL 及び過酸化水素 (30) 2 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法 (1.06) のイオウの定量法により試験を行う。

0.01 mol/L 過塩素酸バリウム液 1 mL

= 1.742 mg $C_{18}H_{29}SO_3Na$

ドラーゲンドルフ試液 次硝酸ビスマス 0.85 g を酢酸 (100)

10 mL 及び水 40 mL を加え、激しく振り混ぜて溶かし A 液とする。ヨウ化カリウム 8 g を水 20 mL に溶かし、B 液とする。使用直前に A 液、B 液及び酢酸 (100) のそれぞれ等容量を混和して用いる。A 液及び B 液は遮光して保存する。

ドラーゲンドルフ試液、噴霧用 ドラーゲンドルフ試液の A 液及び B 液の等容量混液 4 mL に薄めた酢酸 (31) (1 → 5) 20 mL を加える。用時製する。

トラガント末 [医薬品各条]

トリウムシノロンアセトニド $C_{24}H_{31}FO_6$ [医薬品各条]

トリエタノールアミン 2,2',2''-ニトリロトリエタノール を見よ。

トリエチルアミン $(C_2H_5)_3N$ 無色澄明の液で、強いアミン臭がある。メタノール、エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

比重 (2.56) d_4^{25} : 0.722 ~ 0.730

沸点 (2.57) 89 ~ 90 °C

トリエチルアミン緩衝液, pH 3.2 トリエチルアミン 4 mL に水 2000 mL を加え、リン酸を加えて pH を 3.2 に調整する。

トリエチルアミン・リン酸緩衝液, pH 5.0 トリエチルアミン 1.0 mL に水 900 mL を加え、薄めたリン酸 (1 → 10) を用いて pH を 5.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

トリクロロ酢酸 トリクロロ酢酸 を見よ。

トリクロロ酢酸 CCl_3COOH [K 8667, 特級]

トリクロロ酢酸試液 トリクロロ酢酸 1.80 g, 酢酸ナトリウム三水和物 2.99 g 及び酢酸 (31) 1.98 g を水に溶かし、100 mL とする。

トリクロロ酢酸試液, セラペプターゼ用 トリクロロ酢酸 1.80 g 及び無水酢酸ナトリウム 1.80 g に 6 mol/L 酢酸試液 5.5 mL 及び水を加えて溶かし、100 mL とする。

トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 トリクロロ酢酸溶液 (1 → 5) 1 容量に pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 6 容量及び水 5 容量を加える。

1,1,2-トリクロロ-1,2,2-トリフルオロエタン $CFCl_2CF_2Cl$ 無色、揮発性の液体である。アセトン又はジエチルエーテルと混和し、水と混和しない。

純度試験 類縁物質 本品 0.1 μ L につき、「ハロタン」の純度試験 (5) の操作条件に従い、ガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行うとき、本品以外のピークを認めない。

トリクロロフルオロメタン CCl_2F 無色の液体又は気体である。

比重 (2.56) $d_4^{17.2}$: 1.494

沸点 (2.57) 23.7 °C

トリシン $C_6H_5NO_3$ 白色の結晶性の粉末。融点: 182 ~ 184 °C (分解)。

トリス・塩酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 7.5 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール塩酸塩 6.35 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 1.18 g を水に溶かし、1000 mL とする。

トリス・塩酸塩緩衝液, 0.2 mol/L, pH 7.4 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール塩酸塩 6.61 g 及び

2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 0.97 g を水に溶かし、250 mL とする。

トリス緩衝液, 0.05 mol/L, pH 7.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.06 g を水約 750 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 7.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液, 0.05 mol/L, pH 8.6 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.1 g を水 950 mL に溶かし、2 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 8.6 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 2.42 g を水 100 mL に溶かし、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 8.0 に調整し、水を加えて 200 mL とする。

トリス緩衝液, 0.5 mol/L, pH 6.8 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6 g を水 50 mL に溶かし、2 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 6.8 に調整した後、水を加えて 100 mL とし、必要ならば過する。

トリス緩衝液, 1.5 mol/L, pH 8.8 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 18.2 g を水 75 mL に溶かし、5 mol/L 塩酸試液を加えて、pH を 8.8 に調整した後、水を加えて 100 mL とし、必要ならば過する。

トリス緩衝液, エンドトキシン試験用 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 18.2 g をエンドトキシン試験用水 800 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL 及びエンドトキシン試験用水を加えて 1000 mL とした後、121 °C で 90 分間、高圧蒸気滅菌する。

トリス緩衝液, pH 7.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 24.3 g を水 1000 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸を加えて pH を 7.0 に調整する。

トリス緩衝液, pH 8.2 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 24.2 g 及びポリソルベート 20 0.5 g を水 800 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.2 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液, pH 8.4 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.1 g 及び塩化ナトリウム 10.2 g を水 800 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.4 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液, pH 9.5 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 36.3 g に水 1000 mL を加えて溶かし、1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 9.5 に調整する。

トリス・酢酸緩衝液, pH 6.5 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 13.57 g 及び酢酸 (100) 6.73 g を水に溶かし、1000 mL とする。

トリスヒドロキシメチルアミノメタン 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール を見よ。

トリデカンスルホン酸ナトリウム $C_{13}H_{27}SO_3Na$ 白色の結晶又は粉末である。

純度試験 吸光度 本品 1.43 g を水 1000 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 230 nm 及び 254 nm における吸光度はそれぞれ 0.05 以下及び 0.01 以下である。

2,4,6-トリニトロフェノール $HOC_6H_2(NO_2)_3$ 淡黄色～黄色の湿った結晶である。本品を乾燥したものは、加熱、衝撃、

摩擦などにより爆発するおそれがあるので、安全のために水を 15 ~ 25 % 加えてある。

確認試験 本品 0.1 g に水 10 mL を加え、加温して溶かした後、1 % 硫酸銅 (II) 溶液/アンモニア試液混液 (5 : 1) 12 mL を加えるとき、緑色の沈殿を生じる。

含量 99.5 % 以上。 **定量法** 本品をデシケーター (シリカゲル) 中で 24 時間乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、水 50 mL を加え、加温して溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 22.91 mg $\text{HOC}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3$

2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液 2,4,6-トリニトロフェノール 1.8 g を薄めたエタノール (9 → 10) 50 mL 及び水 30 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。

2,4,6-トリニトロフェノール試液 2,4,6-トリニトロフェノール 1 g を熱湯 100 mL に溶かし、冷却し、必要ならば過する。

2,4,6-トリニトロフェノール試液, アルカリ性 2,4,6-トリニトロフェノール試液 20 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 20) 10 mL を混和し、水を加えて 100 mL とする。調製後 2 日以内に使用する。

2,4,6-トリニトロベンゼンスルホン酸
 $\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3\text{SO}_3\text{H} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 微黄色～淡黄色の粉末である。
水分 (2.48) 11 ~ 15 % (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。
含量 換算した脱水物に対し 98 % 以上。 **定量法** 本品約 0.3 g を精密に量り、水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) 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 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 29.32 mg $\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3\text{SO}_3\text{H}$

トリフェニルクロロメタン トリフェニルクロロメタン を見よ。

トリフェニルクロロメタン $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{CCl}$ 白色～灰白色若しくは帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 107 ~ 115 °C

2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム塩酸塩 $\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{ClN}_4$ [K 8214, 塩化 2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム, 特級]

2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム塩酸塩試液 2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム塩酸塩 0.25 g をエタノール (99.5) に溶かし、100 mL とする。用時製する。

トリプシン, 液体クロマトグラフィー用 ウシ膵臓より製し、下記の反応系において、液体クロマトグラフィー用トリプシン 1 部はカゼイン 250 部を分解する。

カゼイン溶液 乳製カゼイン 0.1 g に水 30 mL を加え、よく分散させた後、薄めた水酸化ナトリウム試液 (1 → 10) 1.0 mL を加えて溶かし、更に水を加えて全量を 50 mL とする。用時製する。

試料溶液 本品 0.01 g を水 500 mL に溶かす。

操作法 カゼイン溶液 5 mL に試料溶液 2 mL 及び水 3

mL を加えて混和し、40 °C に 1 時間放置した後、エタノール (95)/水/酢酸 (100) 混液 (10 : 9 : 1) 3 滴を加えるとき、沈殿を生じない。

トリプシンインヒビター 大豆より精製し、1 mg はトリプシン 10000 ~ 30000 BAEE 単位を阻害する。ただし、1 BAEE 単位とは *N*- α -ベンゾイル-L-アルギニンエチルを基質とし、pH 7.6, 25 °C, 液量 3.2 mL で反応させるとき、1 分間に波長 253 nm における吸光度差 0.001 を示すトリプシン活性をいう。

トリプシンインヒビター試液 トリプシンインヒビター 5 mg を pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、10 mL とする。

トリプシン試液, ウリナスタチン試験用 ウリナスタチン定量用結晶トリプシンを 1 mmol/L の塩化カルシウム二水和物を含む氷冷した 1 mmol/L 塩酸試液に溶かし、その 1 mL 中に 180 μg を含むように調製する。用時調製し、氷冷して保存する。

トリプシン試液, エルカトニン試験用 液体クロマトグラフィー用トリプシン 5 mg に炭酸水素アンモニウム溶液 (1 → 100) 20 mL を加えて溶かす。用時製する。

L-トリプトファン $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$ [医薬品各条]

トリフルオロ酢酸 CF_3COOH 無色澄明の液体で、強い刺激性のにおいがあり、水とよく混和する。

沸点 (2.57) 72 ~ 73 °C

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.535

トリフルオロ酢酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用

CF_3COOH 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの。

トリフルオロ酢酸試液 トリフルオロ酢酸 1 mL を水に溶かし、1000 mL とする。

トリメチルシリルイミダゾール $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Si}$ 無色～微黄色の澄明な液である。

屈折率 n_D^{20} : 1.4744 ~ 1.4764

3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム, 核磁気共鳴スペクトル測定用 $(\text{CH}_3)_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3\text{Na}$ 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの。

3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム- d_4 , 核磁気共鳴スペクトル測定用 $(\text{CH}_3)_3\text{SiCD}_2\text{CD}_2\text{COONa}$ 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの。

トルイジンブルー トルイジンブルー O を見よ。

トルイジンブルー O $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{ClN}_5\text{S}$ 暗緑色の粉末で、水にやや溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくい。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) は青色～紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 200) は青色を呈する。

(3) 水溶液の吸収スペクトルを測定するとき、波長 630 nm 付近に吸収の極大を示す。

o-トルイル酸 $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。
融点 (2.60) 102 ~ 105 °C

含量 98.0 % 以上。

トルエン $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$ [K 8680, 特級]

o-トルエンシルホンアミド $\text{C}_7\text{H}_9\text{NO}_2\text{S}$ 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、エタノール (95) にやや溶けやすく、水にやや溶けにくい。

融点 (2.60) 157 ~ 160 °C

純度試験 *p*-トルエンスルホンアミド 本品の酢酸エチル溶液 (1 → 5000) を試料溶液とする。この液 10 μL につき、「サッカリンナトリウム水和物」の純度試験 (6) の操作条件に従い、ガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行うとき、本品以外のピークを認めない。ただし、流量は *o*-トルエンスルホンアミドの保持時間が約 10 分になるように調整し、検出感度は試料溶液 10 μL から得た *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さがフルスケールの約 50 % になるように調整する。また、ピーク測定範囲は溶媒のピークの後から *o*-トルエンスルホンアミドの保持時間の約 2 倍の範囲とする。

水分 (2.48) 0.5 % 以下 (4 g, 溶媒には水分測定用メタノール 25 mL 及び水分測定用ピリジン 5 mL を用いる)。

含量 換算した脱水物に対し、98.5 % 以上。定量法 本品約 25 mg を精密に量り、窒素定量法 (1.08) により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 1.712 mg C₇H₉NO₂S

p-トルエンスルホンアミド C₇H₉NO₂S 白色の結晶又は結晶性の粉末である。融点: 約 137 °C

純度試験 類縁物質 本品 30 mg をアセトンに溶かし、正確に 200 mL とした液 10 μL につき、「トラザミド」の純度試験 (3) を準用して、試験を行うとき、R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない。

トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物

C₇H₇ClNNaO₂S · 3H₂O [K 8318, *p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物, 特級]

トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 1 g を水に溶かし、100 mL とする。用時製する。

p-トルエンスルホン酸 *p*-トルエンスルホン酸一水和物 を見よ。

p-トルエンスルホン酸一水和物 CH₃C₆H₄SO₃H · H₂O [K 8681, 特級]

トルブタミド C₁₂H₁₈N₂O₃S [医薬品各条]

L-トレオニン C₃H₉NO₃ [医薬品各条]

トロンピン [医薬品各条]

NK-7 細胞 マウス NK 細胞由来の細胞。

ナトリウム Na [K 8687, 特級]

ナトリウム, 金属 ナトリウム を見よ。

ナトリウムペンタシアノアンミンフェロエート ペンタシアノアミン鉄 (II) 酸ナトリウム *n* 水和物 を見よ。

七モリブデン酸六アンモニウム試液 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 21.2 g を水に溶かし、200 mL とする (10 %)。用時製する。

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物

(NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O [K 8905, 特級]

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸第二セリウム試液 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 2.5 g 及び硫酸セリウム (IV) 四水和物 1.0 g を薄めた硫酸 (3 → 50) に溶かし、100 mL とする。用時製する。

七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 1.0 g を薄めた硫酸 (3 → 20) に溶

かし、40 mL とする。用時製する。

ナフタレン C₁₀H₈ 無色の薄片状又は光沢のある棒状の結晶で、特異なにおいがある。

融点 (2.60) 78 ~ 82 °C

1,3-ナフタレンジオール C₁₀H₈O₂ 赤褐色の結晶又は灰~灰褐色の粉末である。水、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすい。融点: 約 124 °C

1,3-ナフタレンジオール試液 1,3-ナフタレンジオール 50 mg をエタノール (99.5) 25 mL に溶かし、リン酸 2.5 mL を加える。

2-ナフタレンスルホン酸 C₁₀H₈O₃S · H₂O 白色~微黄白色の粉末で、水、メタノール又はエタノール (95) に極めて溶けやすく、ジエチルエーテル又はクロロホルムにやや溶けにくい。

水分 (2.48) 7.0 ~ 11.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

含量 換算した脱水物に対し、95.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水 30 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: プロモチモールブルー試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 20.82 mg C₁₀H₈O₃S

2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム C₁₀H₇NaO₃S 微褐色の結晶又は粉末である。

含量 98.0 % 以上。

α-ナフチルアミン 1-ナフチルアミン を見よ。

1-ナフチルアミン C₁₀H₇NH₂ [K 8692, 特級] 遮光して保存する。

ナフチルエチレンジアミン試液 *N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 0.1 g を水に溶かし、100 mL とする。用時製する。

N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩

C₁₀H₇NHCH₂CH₂NH₂ · 2HCl [K 8197, 特級]

α-ナフトール 1-ナフトール を見よ。

β-ナフトール 2-ナフトール を見よ。

1-ナフトール C₁₀H₇OH [K 8698, 特級] 遮光して保存する。

2-ナフトール C₁₀H₇OH [K 8699, 特級] 遮光して保存する。

α-ナフトール試液 1-ナフトール試液 を見よ。

β-ナフトール試液 2-ナフトール試液 を見よ。

1-ナフトール試液 水酸化ナトリウム 6 g 及び無水炭酸ナトリウム 16 g を水に溶かし、100 mL とする。この液に 1-ナフトール 1 g を溶かす。用時製する。

2-ナフトール試液 2-ナフトール 1 g を炭酸ナトリウム試液に溶かし、100 mL とする。用時製する。

α-ナフトールベンゼイン *p*-ナフトールベンゼイン を見よ。

p-ナフトールベンゼイン C₂₇H₂₀O₃ [K 8693, 特級]

α-ナフトールベンゼイン試液 *p*-ナフトールベンゼイン試液 を見よ。

p-ナフトールベンゼイン試液 *p*-ナフトールベンゼイン 0.2 g を酢酸 (100) に溶かし、100 mL とする。

純度試験 溶状 本品 0.10 g をエタノール (95) 100

mL に溶かすとき、液は赤色で澄明である。

鋭敏度 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 1000) 0.2 mL に新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき、緑色を呈し、更に 0.1 mol/L 塩酸 0.2 mL を加えるとき、液は黄赤色に変わる。

1-ナフトール・硫酸試液 1-ナフトール 1.5 g をエタノール (95) 50 mL に溶かし、水 3 mL 及び硫酸 7 mL を加え、よく混和する。用時製する。

ナフトキノンスルホン酸カリウム 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム を見よ。

1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム $C_{10}H_5O_2SO_3K$ [K 8696, 特級]

ナフトキノンスルホン酸カリウム試液 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 を見よ。

1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム 0.5 g を水に溶かし、100 mL とする。用時製する。

β -ナフトキノンスルホン酸ナトリウム $C_{10}H_5NaO_2S$ 黄色～だいたい黄色の結晶又は結晶性の粉末で、水にやや溶けやすく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

乾燥減量 (2.41) 2.0 % 以下 (1 g, 減圧, 50 °C)。

強熱残分 (2.44) 26.5 ~ 28.0 % (乾燥後, 1 g)。

ナフトキノンスルホン酸ナトリウム試液 β -ナフトキノンスルホン酸ナトリウム 0.25 g をメタノールに溶かし、100 mL とする。

ナリジクス酸 $C_{12}H_{12}N_2O_5$ [医薬品各条]

ナリンギン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{27}H_{32}N_{14} \cdot 2H_2O$ 白色～淡黄色の結晶性の粉末である。エタノール (95) 又はアセトンに溶けやすく、水に溶けにくい。融点: 約 170 °C (分解)。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -87 ~ -93° (0.1 g, エタノール (95), 10 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をエタノール (95) 10 mL に溶かした液 10 μ L につき、「トウヒ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外にスポットを認めない。

二亜硫酸ナトリウム $Na_2S_2O_5$ [K 8501, 1 級]

二亜硫酸ナトリウム試液 二亜硫酸ナトリウム 0.10 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし、アセトンを加えて 100 mL とする。

肉エキス 新鮮なウシ、ウマ又はその他の肉から浸出した液を濃縮した黄褐色～濃暗褐色のペースト状の塊で、肉様のおいがある。

肉製ペプトン ペプトン, 肉製 を見よ。

ニクロム酸カリウム $K_2Cr_2O_7$ [K 8517, 特級]

ニクロム酸カリウム (標準試薬) $K_2Cr_2O_7$ [K 8005, 容量分析用標準物質]

ニクロム酸カリウム試液 ニクロム酸カリウム 7.5 g を水に溶かし、100 mL とする。

ニクロム酸カリウム・硫酸試液 ニクロム酸カリウム 0.5 g を薄めた硫酸 (1 → 5) に溶かし、100 mL とする。

β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (β -NAD)

$C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$ [K 9802, β -NAD⁺]

含量 94.5 % 以上。定量法 本品約 25 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 25 mL とする。この液 0.2 mL を正確に量り、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及び pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 260 nm における吸光度 A_T 及び A_B を測定する。

β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド

($C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$) の量 (mg)

$$= \frac{0.6634 \times 10}{17.6 \times 0.20} \times (A_T - A_B) \times 25$$

β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (β -NAD) 試液

β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド 40 mg を水 10 mL に溶かす。用時製する。

ニコチン酸アミド $C_6H_6N_2O$ [医薬品各条]

ニコモール, 定量用 $C_{34}H_{32}N_4O_9$ [医薬品各条, 「ニコモール」ただし、乾燥したものを定量するとき、ニコモール ($C_{34}H_{32}N_4O_9$) 99.0 % 以上を含むもの]

二酢酸 N,N' -ジベンジルエチレンジアミン 白色～わずかに微黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき、波数 1530 cm^{-1} , 1490 cm^{-1} , 1460 cm^{-1} , 1400 cm^{-1} 及び 1290 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 25 mg を精密に量り、メタノール 25 mL に溶かし、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸 (100) 約 8 mg を精密に量り、メタノール 25 mL を加え、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 20 mL とし、比較液とする。試料溶液及び比較液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれのピーク面積を自動積分法により測定し、試料溶液のクロマトグラムについて、酢酸及びベースラインの変動に起因するピーク面積を補正し、面積百分率法により N,N' -ジベンジルエチレンジアミンの量を求める。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー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/メタノール/pH 3.5 の 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (11 : 7 : 2)

流量： N,N' -ジベンジルエチレンジアミンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

面積測定範囲： N,N' -ジベンジルエチレンジアミンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ベンジルペニシリンベンザチン約 85000 単位に対応する量を量り、メタノール 25 mL を加えて溶かした後、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、 N,N' -ジベンジルエチレンジアミン、ベンジルペニシリンの順に溶出し、その分離度は 20 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、 N,N' -ジベンジルエチレンジアミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

二酸化イオウ SO_2 亜硫酸水素ナトリウムの濃溶液に硫酸を滴加して製する。無色の気体で、特異なにおいがある。

二酸化セレン SeO_2 [K 8706, 特級]

二酸化炭素 CO_2 [医薬品各条]

二酸化チタン 酸化チタン (IV) を見よ。

二酸化チタン試液 酸化チタン (IV) 試液 を見よ。

二酸化鉛 酸化鉛 (IV) を見よ。

二酸化マンガン MnO_2 黒色～黒褐色の塊又は粉末である。

確認試験 本品 0.5 g に水 20 mL 及び塩酸 3 mL を加え、更に過酸化水素 (30) 3 mL を加えて溶かす。この液を冷却しながらアンモニア水 (28) を加えてアルカリ性にした後、硫化水素試液 25 mL を加えるとき、微紅色の沈殿を生じる。

二シュウ酸三水素カリウム二水和物, pH 測定用

$\text{KH}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K 8474, 二シュウ酸三水素カリウム二水和物, pH 測定用]

ニセルゴリン, 定量用 $\text{C}_{24}\text{H}_{26}\text{BrN}_3\text{O}_3$ [医薬品各条, 「ニセルゴリン」又は「ニセルゴリン」を次の精製法により精製したもの。ただし、乾燥したものを定量するとき、ニセルゴリン ($\text{C}_{24}\text{H}_{26}\text{BrN}_3\text{O}_3$) 99.0 % 以上を含む。また、「ニセルゴリン」の純度試験 (2) を準用し、試験を行うとき、試料溶液のニセルゴリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 2.5 倍より大きくない]

精製法 「ニセルゴリン」1 g に 20 mL のアセトニトリルを加えて直ちに溶解後、冷暗所に約 36 時間放置し、結晶を析出させる。結晶をろ取し、60 °C で 2 時間減圧乾燥する。

2,2',2''-トリロトリエタノール $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3\text{N}$ [K 8663, 特級]

2,2',2''-トリロトリエタノール緩衝液, pH 7.8 2,2',2''-トリロトリエタノール 149.2 g を水約 4500 mL に溶かし、4 mol/L 塩酸を加えて pH を 7.8 に調整した後、水を加え

て 5000 mL とする。

ニトレンジピン, 定量用 $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_6$ [医薬品各条, 「ニトレンジピン」ただし、乾燥したものを定量するとき、ニトレンジピン ($\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_6$) 99.0 % 以上を含む。また、「ニトレンジピン」の純度試験 (2) 類縁物質を準用し、試験を行うとき、試料溶液のニトレンジピンに対する相対保持時間約 0.8 のジメチルエステル体のピーク面積は、標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/2 より大きくなく、ニトレンジピン及びジメチルエステル体以外のピークの面積は、標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/5 より大きくない。また、ニトレンジピン以外のピークの合計面積は、標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/2 より大きくない。]

4-ニトロアニリン $\text{O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{NH}_2$ [K 8708, *p*-ニトロアニリン, 特級]

p-ニトロアニリン 4-ニトロアニリン を見よ。

4-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 4-ニトロアニリン 0.3 g を、10 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かした液 90 mL に、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 20) 10 mL を加え、よく混和する。用時製する。

p-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 4-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 を見よ。

4-ニトロ塩化ベンジル $\text{O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{Cl}$ うすい黄色の結晶又は結晶性の粉末で、エタノール (95) にやや溶けやすい。

融点 (2.60) 71 ~ 73 °C

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、硝酸銀 4 g を水 10 mL に溶かした液にエタノール (95) を加えて 100 mL とした液 15 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間加熱する。冷後、ガラスろ過器で沈殿をろ取し、水で洗い、105 °C で恒量になるまで乾燥し、質量を量り、塩化銀 (AgCl : 143.32) の量とする。

4-ニトロ塩化ベンジル ($\text{C}_7\text{H}_6\text{ClNO}_2$) の量 (mg)

$$= \text{塩化銀 (AgCl) の量 (mg)} \times 1.1972$$

p-ニトロ塩化ベンジル 4-ニトロ塩化ベンジル を見よ。

4-ニトロ塩化ベンゾイル $\text{O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{COCl}$ 淡黄色の結晶である。

融点 (2.60) 70 ~ 74 °C

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、過量の硝酸銀・エタノール試液を加え、還流冷却器を付け、1 時間煮沸する。冷後、沈殿をろ過し、水洗した後、105 °C で恒量になるまで乾燥し、その質量を量り、1.107 を乗じて、4-ニトロ塩化ベンゾイル ($\text{C}_7\text{H}_5\text{ClNO}_2$) の量とする。

p-ニトロ塩化ベンゾイル 4-ニトロ塩化ベンゾイル を見よ。
 α -ニトロソ- β -ナフトール 1-ニトロソ-2-ナフトール を見よ。

1-ニトロソ-2-ナフトール $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NO}_2$ [K 8713, 特級]

α -ニトロソ- β -ナフトール試液 1-ニトロソ-2-ナフトール試液 を見よ。

1-ニトロソ-2-ナフトール試液 1-ニトロソ-2-ナフトール 0.06 g を酢酸 (100) 80 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。

1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{NNa}_2\text{O}_6\text{S}_2$ [K 8714, 特級]

2-ニトロフェニル- β -D-ガラクトピラノシド $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_8$ 白

色の結晶性の粉末で、においはない。水にやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 (2.60) 193 ~ 194 °C

純度試験 溶状 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

乾燥減量 (2.41) 0.1 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 2 時間)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A を測定する。

2-ニトロフェニル- β -D-ガラクトピラノシドの量 (mg)

$$= \frac{A}{133} \times 25000$$

o-ニトロフェニル- β -D-ガラクトピラノシド 2-ニトロフェニル- β -D-ガラクトピラノシド を見よ。

3-ニトロフェノール $C_6H_5NO_3$ 淡黄色の結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 96 ~ 99 °C

4-ニトロフェノール $C_6H_5NO_3$ [K 8721, *p*-ニトロフェノール, 特級]

o-ニトロフェノール $C_6H_5NO_3$ [K 8719, 特級]

ニトロプルシドナトリウム ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物 を見よ。

ニトロプルシドナトリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 を見よ。

4-(4-ニトロベンジル)ピリジン $C_{12}H_{10}N_2O_2$ 微黄色の結晶性の粉末で、アセトンに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすい。

融点 (2.60) 69 ~ 71 °C

2-ニトロベンズアルデヒド $O_2NC_6H_4CHO$ 微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 42 ~ 44 °C

o-ニトロベンズアルデヒド 2-ニトロベンズアルデヒド を見よ。

ニトロベンゼン $C_6H_5NO_2$ [K 8723, 特級]

4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 4-ニトロアニリン 1.1 g を塩酸 1.5 mL に溶かし、水 1.5 mL を加え、水冷しながら亜硝酸ナトリウム 0.5 g を水 5 mL に溶かした液を加える。用時製する。

4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液, 噴霧用 4-ニトロアニリン 0.4 g を 1 mol/L 塩酸試液 60 mL に溶かし、水冷しながら亜硝酸ナトリウム試液をヨウ化カリウムデンプン紙が青色を呈するまで加える。用時製する。

p-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 を見よ。

p-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液, 噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液, 噴霧用 を見よ。

4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート $O_2NC_6H_4N_2BF_4$ 淡黄白色の粉末で、においはほとんどない。希塩酸に溶けやすく、水に溶けにくく、エタノール (95) 又はクロロホルムに極めて溶けにくい。融点: 約 148 °C (分解)。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 1000) 10 mL にフェノール溶液 (1 → 1000) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

乾燥減量 (2.41) 1.0 % 以下 (1 g, シリカゲル, 2 時間)。
p-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート を見よ。

ニトロメタン CH_3NO_2 [K 9523, 特級]

2 倍濃厚乳糖ブイヨン 乳糖ブイヨン, 2 倍濃厚 を見よ。

ニフェジピン $C_{17}H_{18}N_2O_6$ [医薬品各条]

乳酸 $CH_3CH(OH)COOH$ [K 8726, 特級]

乳酸試液 乳酸 12.0 g を水に溶かし、100 mL とする。

乳製カゼイン カゼイン (乳製) を見よ。

乳糖 乳糖一水和物 を見よ。

乳糖一水和物 $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$ [医薬品各条, 「乳糖一水和物」]

乳糖基質試液 糖質 6.0 g を pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし、100 mL とする。

乳糖基質試液, ペニシリン由来 β -ガラクトシダーゼ用 乳糖 6.0 g を、あらかじめ水で 10 倍に希釈した pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし、100 mL とする。

α -乳糖・ β -乳糖混合物 (1:1) 乳糖一水和物及び無水乳糖の 3:5 の混合物を用いる。

乳糖ブイヨン 普通ブイヨンに乳糖一水和物を 0.5 % の割合に加えた後、培地 1000 mL に対し、プロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液約 12 mL を加える。次に発酵管に約 10 mL ずつ分注し、蒸気がまを用いて 100 °C で 15 ~ 30 分間、1 日 1 回、3 日間、間けつ滅菌するか、又は 121 °C で 20 分間以上にわたらないように高压蒸気滅菌を行い、速やかに冷水に浸して冷却する。

乳糖ブイヨン, 2 倍濃厚 水 1000 mL の代わりに 500 mL を用いて製した普通ブイヨンに乳糖一水和物を 1.0 % の割合に加え、以下乳糖ブイヨンの製法に従って製する。

乳糖ブイヨン, 3 倍濃厚 水 1000 mL の代わりに 330 mL を用いて製した普通ブイヨンに乳糖一水和物を 1.5 % の割合に加え、以下乳糖ブイヨンの製法に従って製する。ただし、発酵管には 25 mL ずつ分注する。

ニュートラルレッド $C_{15}H_{17}N_4Cl$ わずかに金属光沢のある暗緑色の粉末又は塊である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3310 cm^{-1} , 3160 cm^{-1} , 1621 cm^{-1} , 1503 cm^{-1} , 1323 cm^{-1} , 1199 cm^{-1} , 及び 732 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

ニュートラルレッド試液 ニュートラルレッド 0.1 g を酢酸 (100) に溶かし、100 mL とする。

尿素 H_2NCONH_2 [K 8731, 特級]

二硫化炭素 CS_2 [K 8732, 特級] 火気を避け、冷暗所で密栓して保存する。

二硫酸カリウム $K_2S_2O_7$ [K 8783, 特級]

ニンヒドリン $C_6H_6O_4$ [K 8870, 特級]

ニンヒドリン・アスコルビン酸試液 ニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 を見よ。

ニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 ニンヒドリン 0.25 g 及び L-アスコルビン酸 0.01 g を水に溶かし、50 mL とする。用時製する。

ニンヒドリン・塩化スズ(Ⅱ)試液 クエン酸一水和物 21.0 g を水に溶かし、200 mL とした液に、水酸化ナトリウム試液を加えて pH 5.6±0.2 に調整した後、水を加えて 500 mL とし、更に塩化スズ(Ⅱ)二水和物 1.3 g を加えて溶かす。この液 50 mL にニンヒドリンの 2-メトキシエタノール溶液(1→25) 50 mL を加える。用時製する。

ニンヒドリン・塩化第一スズ試液 ニンヒドリン・塩化スズ(Ⅱ)試液 を見よ。

ニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液 クエン酸一水和物 70 g を水 500 mL に溶かし、酢酸(100) 58 mL、水酸化ナトリウム溶液(21→50) 70 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。この液 100 mL にニンヒドリン 0.2 g を溶かす。

ニンヒドリン・酢酸試液 ニンヒドリン 1.0 g をエタノール(95) 50 mL に溶かし、酢酸(100) 10 mL を加える。

ニンヒドリン試液 ニンヒドリン 0.2 g を水に溶かし、10 mL とする。用時製する。

0.2% ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液 ニンヒドリン 2 g に水飽和 1-ブタノールを加えて 1000 mL とする。

ニンヒドリン・ブタノール試液 ニンヒドリン 0.3 g を 1-ブタノール 100 mL に溶かし、酢酸(100) 3 mL を加える。

ニンヒドリン・硫酸試液 ニンヒドリン 0.1 g を硫酸 100 mL に溶かす。用時製する。

濃クロモトローブ酸試液 クロモトローブ酸試液、濃 を見よ。

濃クロモトローブ酸試液 クロモトローブ酸試液、濃 を見よ。

濃厚乳糖ブイオン、2 倍 乳糖ブイオン、2 倍濃厚 を見よ。

濃厚乳糖ブイオン、3 倍 乳糖ブイオン、3 倍濃厚 を見よ。

濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液 ジアゾベンゼンスルホン酸試液、濃 を見よ。

濃縮ゲル、セルモロイキン用 pH 6.8 の 0.5 mol/L トリス緩衝液中でアクリルアミド濃度 5.2% 及びラウリル硫酸ナトリウム濃度 0.1% となるように過硫酸アンモニウム及び *N*、*N*′、*N*′′-テトラメチルエチレンジアミンを用いて調製する。

濃ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム試液、濃 を見よ。

ノニル酸バニルアミド $C_{17}H_{27}NO_3$ 白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、「トウガラシ」の成分含量測定法を準用し、液体クロマトグラフィー(2.01)によりカプサイシンの保持時間の 2 倍まで試験を行う。試料溶液のノニル酸バニルアミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のノニル酸バニルアミドのピーク面積より大きくない。

ノニルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール、ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

バイカリン、薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{18}O_{11} \cdot H_2O$ 淡黄色の粉末で、おいはない。メタノールに極めて溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。融点:約 206°C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 10 μ L につき、「オウゴン」の確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約

0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

ハイドロサルファイトナトリウム 亜ジチオン酸ナトリウムを見よ。

培養液、セルモロイキン用 RPMI-1640 粉末培地を規定量とり、水を加えて溶かし、緩衝剤として 0.025 mol/L になるよう *N*-2-ヒドロキシエチルピペラジン-*N*′-2-エタンスルホン酸を添加する。この液 1000 mL 当たり、ストレプトマイシン 0.1 g (力価)、ベンジルペニシリンカリウム 100000 単位に対応する量及び炭酸水素ナトリウム 2 g を溶かし、水酸化ナトリウム試液を加え pH 7.1 ~ 7.2 に調整した後、ろ過滅菌する。この液に、56°C で 30 分間加温したウシ胎児血清を 20 vol% 相当量になるよう加える。

薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ アストラガロシドⅣ、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ アトラクチレノリドⅢ、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用アミグダリン アミグダリン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用 2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン 2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用アリゾール A アリゾール A、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用アルブチン アルブチン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用イカリイン イカリイン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用イミダゾール イミダゾール、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム 塩化スキサメトニウム、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用塩化ベルベリン 塩化ベルベリン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン 塩酸イソプロメタジン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン 塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン 塩酸ベンゾイルメサコニン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用オウゴニン オウゴニン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用オストール オストール、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用カプサイシン カプサイシン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用[6]-ギンゲロール [6]-ギンゲロール、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ギンセノシド R_{g1} 、ギンセノシド R_{g1} 、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 グリチルリチン酸、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム グルコン酸カルシウム、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用クロロゲン酸 クロロゲン酸, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用(2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール (2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用(E)-ケイ皮酸 (E)-ケイ皮酸, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド ゲニポシド, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸 ケノデオキシコール酸, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド ゲンチオピクロシド, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用コール酸 コール酸, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン a サイコサポニン a, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b₂ サイコサポニン b₂, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用シザンドリン シザンドリン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸アレコリン 臭化水素酸アレコリン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸スコボラミン 臭化水素酸スコボラミン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム 臭化ダクロニウム, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用[6]-ショーガオール [6]-ショーガオール, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用シンナムアルデヒド シンナムアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用スウェルチアマリン スウェルチアマリン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用センノシド A センノシド A, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンIV チクセツサポニンIV, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ナリンギン ナリンギン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用バイカリン バイカリン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用バルバロイン バルバロイン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用 3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(E)-プロペン酸・(E)-フェルラ酸混合試液 3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(E)-プロペン酸・(E)-フェルラ酸混合試液, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ブエラリン ブエラリン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用フマル酸 フマル酸, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ペオニフロリン ペオニフロリン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ペオノール ペオノール, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン ヘスペリジン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ベルゲニン ベルゲニン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用メシル酸ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸ジヒドロエルゴクリスチン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用 2-メチル-5-ニトロイミダゾール 2-メチル-5-ニトロイミダゾール, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用 3-O-メチルメチルドパ 3-O-メチルメチルドパ, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム リオチロニンナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用リクイリチン リクイリチン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用(Z)-リグスチリド (Z)-リグスチリド, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用リトコール酸 リトコール酸, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用硫酸アトロピン 硫酸アトロピン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ルテオリン ルテオリン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用レイン レイン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用レジブフォゲニン レジブフォゲニン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム レボチロキシンナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ロガニン ロガニン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

白糖 C₁₂H₂₂O₁₁ [医薬品各条,「精製白糖」]

馬血清 ウマから血液を採血してフラスコにとり, 血液を凝固させ, 血清が分離するまで放置する。分離した血清はガラス容器に入れ, -20℃で凍結保存する。

バンプレシン C₄₆H₆₅N₁₅O₁₂S₂ 白色の粉末である。

構成アミノ酸 「オキシトシン」の構成アミノ酸の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い, それぞれの構成するアミノ酸のグリシンに対するモル比を求めるとき, アスパラギン酸は 0.9 ~ 1.1, グルタミン酸は 0.9 ~ 1.1, プロリンは 0.9 ~ 1.1, チロジンは 0.8 ~ 1.1, フェニルアラニンは 0.9 ~ 1.1, アルギニンは 0.9 ~ 1.1 及びシスチンは 0.8 ~ 1.1 で, 他のアミノ酸は, それぞれ 0.03 以下である。

発煙硝酸 硝酸, 発煙 を見よ。

発煙硫酸 硫酸, 発煙 を見よ。

ハッカ油〔医薬品各条〕

発色試液, テセロイキン用 0.2 mmol/L 3,3',5,5'-テトラメチルベンジジン二塩酸塩二水和物を含む pH 3.8 の 0.2 mol/L クエン酸緩衝液 10 mL に, 薄めた過酸化水素 (30) (1 → 20) 0.1 mL を混和し, 直ちに用いる。

発色性合成基質 *N*-ベンゾイル- ϵ -イソロイシル- ϵ -グルタミル-グリシル- ϵ -アルギニル- α -ニトロアニリド・塩酸塩と *N*-ベンゾイル- ϵ -イソロイシル- γ -メトキシグルタミル-グリシル- ϵ -アルギニル- α -ニトロアニリド・塩酸塩の等量混合物である。白色～微黄色の塊又は粉末で, 水に溶けにくい。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 30000) につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 316 nm 付近に吸収の極大を示す。

純度試験 遊離 4-ニトロアニリン 0.5 % 以下。

乾燥減量 (2.41) 5 % 以下 (0.2 g, 減圧 (0.3 kPa), 塩化カルシウム, 30 ~ 40 °C, 18 時間)。

含量 表示量の 95 ~ 105 %。

バナジン酸アンモニウム バナジン (V) 酸アンモニウム を見よ。

バナジン (V) 酸アンモニウム NH_4VO_3 [K 8747, 特級]

バニリン $\text{C}_8\text{H}_7\text{CHO}(\text{OCH}_3)(\text{OH})$ [K 9544]

バニリン・塩酸試液 バニリン 5 mg をエタノール (95) 0.5 mL に溶かし, 水 0.5 mL 及び塩酸 3 mL を加える。用時製する。

バニリン・硫酸・エタノール試液 バニリン 3 g をエタノール (99.5) に溶かし, 100 mL とした液に, 硫酸 0.5 mL を加える。

バニリン・硫酸試液 硫酸 75 mL を水冷したエタノール (95) 25 mL に注意しながら加える。冷後, バニリン 1 g を加えて溶かす。用時製する。

ハヌス試液 臭化ヨウ素 (II) 20 g を酢酸 (100) 1000 mL に溶かす。

貯法 遮光した共栓瓶に入れ, 冷所に保存する。

パラオキシ安息香酸 $\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_3$ 白色の結晶である。

融点 (2.60) 212 ~ 216 °C

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.7 g を精密に量り, アセトン 50 mL に溶かし, 水 100 mL を加え, 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 69.06 mg $\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_3$

パラオキシ安息香酸イソアミル $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_3$ 白色の結晶性の粉末で, わずかに特異なおいがある。アセトニトリル, エタノール (95), アセトン又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 62 ~ 64 °C

パラオキシ安息香酸イソブチル $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_3$ 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, においはない。エタノール (95), アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 75 ~ 77 °C

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下。

含量 99.0 % 以上。定量法 「パラオキシ安息香酸エチ

ル」の定量法を準用する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 194.2 mg $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_3$

パラオキシ安息香酸イソプロピル $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$ 無色の微細な結晶又は白色の結晶性の粉末で, においはない。エタノール (95), アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく, 水に極めて溶けにくい。

融点 (2.60) 84 ~ 86 °C

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下。

含量 99.0 % 以上。定量法 「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 180.2 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$

パラオキシ安息香酸エチル $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOC}_2\text{H}_5$ 〔医薬品各条〕

パラオキシ安息香酸ブチル $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ 〔医薬品各条〕

パラオキシ安息香酸プロピル $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ 〔医薬品各条〕

パラオキシ安息香酸ベンジル $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOCH}_2\text{C}_6\text{H}_5$ 白色の微細な結晶又は結晶性の粉末で, においはない。本品はエタノール (95), アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく, 水に極めて溶けにくい。

融点 (2.60) 109 ~ 112 °C

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下。

含量 99.0 % 以上。定量法 「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 228.2 mg $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_3$

パラオキシ安息香酸メチル $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOCH}_3$ 〔医薬品各条〕

パラフィン〔医薬品各条〕

パラフィン, 流動〔医薬品各条「軽質流動パラフィン」〕

H-D-バリル- ϵ -ロイシル- ϵ -アルギニン-4-ニトロアニリド二塩酸塩 $\text{C}_{23}\text{H}_{38}\text{N}_8\text{O}_5 \cdot 2\text{HCl}$ 白色～微黄色の粉末又は塊で, 水にやや溶けにくい。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (316 nm) : 214 ~ 236 (10 mg, 水, 500 mL)。

ϵ -バリル $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_2$ 〔医薬品各条〕

バルサム 顕微鏡用カナダバルサム。用時, キシレンで適当な濃度に薄める。

バルバロイン, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用バルバロイン。ただし, 次の試験に適合するもの。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (360 nm) : 260 ~ 290 (10 mg, メタノール, 500 mL)。ただし, デシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 24 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 20 μL ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, 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, 試料溶液のバルバロイン以外のピーク合計面積は標準溶液 (1) のバルバロインのピーク面積より

大きくない。

試験条件

測定波長、検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は「アロエ」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

測定波長：300 nm

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液（2）とする。標準溶液（2）20 μ L から得たバルパロインのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液（1）20 μ L から得たバルパロインのピーク高さがフルスケールの約 20 % と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バルパロインの保持時間の約 3 倍の範囲

バルパロイン、薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{22}O_9$ 淡黄色の結晶性粉末で、メタノールに溶けやすく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点〈2.60〉 148 °C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 20 μ L につき、「アロエ」の確認試験（2）を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない。

バルビタール $C_8H_{12}N_2O_3$ [医薬品各条]

バルビタール緩衝液 バルビタールナトリウム 15 g を水 700 mL に溶かし、希塩酸を加えて pH 7.6 とした後、ろ過する。

バルビタールナトリウム $C_8H_{11}N_2NaO_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。水に溶けやすく、エタノール（95）に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 9.9 ~ 10.3 である。

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g, 105 °C, 4 時間）。

含量 98.5 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 20 mL に溶かし、エタノール（95）5 mL 及び希塩酸 10 mL を加え、クロロホルム 50 mL で抽出する。更にクロロホルム 25 mL で 3 回抽出し、全クロロホルム抽出液を合わせ、水 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し、前後のクロロホルム抽出液を合わせ、三角フラスコ中にろ過する。ろ紙をクロロホルム 5 mL ずつで 3 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、エタノール（95）10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 2 mL）。ただし、滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 20.62 mg $C_8H_{11}N_2NaO_3$

パルミチン酸、ガスクロマトグラフィー用 $C_{16}H_{32}O_2$ [K 8756, パルミチン酸, 特級]

バレイショデンプン [医薬品各条]

バレイショデンプン試液 バレイショデンプン 1 g をとり、以下デンプン試液に準じて製する。

バレイショデンプン試液、でんぶん消化力試験用 あらかじめ、バレイショデンプン約 1 g を精密に量り、105 °C で 2 時間乾燥し、その減量を測定する。その乾燥物 1.000 g に対応するバレイショデンプンを正確に量り、三角フラスコに入れ、水 20 mL を加え、よく振り混ぜながら、徐々に水酸化ナトリウム溶液（2 → 25）5 mL を加えてのり状とする。次に水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱した後、水 25 mL を加え、冷後、2 mol/L 塩酸試液で正確に中和し、pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL を加え、水を加えて正確に 100 mL とする。用時製する。

ハロペリドール、定量用 $C_{21}H_{23}ClFNO_2$ [医薬品各条, 「ハロペリドール」]

パンクレアチン用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液, パンクレアチン用 を見よ。

pH 測定用水酸化カルシウム 水酸化カルシウム, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用炭酸水素ナトリウム 炭酸水素ナトリウム, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用炭酸ナトリウム 炭酸ナトリウム, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物 二シュウ酸三水素カリウム二水和物, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用フタル酸水素カリウム フタル酸水素カリウム, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用ホウ酸ナトリウム 四ホウ酸ナトリウム十水和物, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用無水リン酸一水素ナトリウム リン酸水素二ナトリウム, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用四シュウ酸カリウム 二シュウ酸三水素カリウム二水和物, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物 四ホウ酸ナトリウム十水和物, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用リン酸水素二ナトリウム リン酸水素二ナトリウム, pH 測定用 を見よ。

pH 測定用リン酸二水素カリウム リン酸二水素カリウム, pH 測定用 を見よ。

α -BHC (α -ヘキサクロロシクロヘキサン) $C_6H_6Cl_6$
融点〈2.60〉 157 ~ 159 °C

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を生薬純度試験用アセトン 5 mL に溶かし、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液（1）とする。試料溶液及び標準溶液（1）1 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉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 α -BHC 以外のピークの合計面積は標準溶液（1）の α -BHC のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は、生薬試験法〈5.01〉の純度試験（2）の試験条件を準用する。

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 20 mL とし、標準

溶液(2)とする。標準溶液(2) 1 μLから得たα-BHCのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液(1) 1 μLから得たα-BHCのピーク高さがフルスケールの20%前後と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α-BHCの保持時間の約2倍の範囲

β-BHC (β-ヘキサクロロシクロヘキサン) C₆H₆Cl₆

融点〈2.60〉 308 ~ 310 °C

純度試験 類縁物質 α-BHCの純度試験を準用する。ただし、標準溶液(1)は、試料溶液2 mLを正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100 mLとなるように調製する。

γ-BHC (γ-ヘキサクロロシクロヘキサン) C₆H₆Cl₆

融点〈2.60〉 112 ~ 114 °C

純度試験 類縁物質 α-BHCの純度試験を準用する。

δ-BHC (δ-ヘキサクロロシクロヘキサン) C₆H₆Cl₆

融点〈2.60〉 137 ~ 140 °C

純度試験 類縁物質 α-BHCの純度試験を準用する。ただし、標準溶液(1)は、試料溶液5 mLを正確に量り、生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100 mLとなるように調製する。

B型赤血球浮遊液 B型のヒト血液から赤血球を分離し、生理食塩液を加えて赤血球濃度が1 vol%となるように調製する。

BGLB ペプトン10 g及び乳糖一水和物10 gを水500 mLに溶かし、これに新鮮な牛胆汁200 mL又は乾燥牛胆汁粉末20 gを水200 mLに溶かしてpHを7.0~7.5に調整した液を加え、水を加えて975 mLとし、更にpHを7.4に調整する。次にブリリアントグリーン溶液(1→1000)13.3 mL及び水を加えて全量を1000 mLとし、脱脂綿を用いてろ過し、発酵管に10 mLずつ分注し、121 °Cで20分間以上にわたらないように高圧蒸気滅菌を行った後に急冷するか、又は100 °Cで30分間、1日1回、3日間、間けつ滅菌する。

ピクリン酸 2,4,6-トリニトロフェノール を見よ。

ピクリン酸・エタノール試液 2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液 を見よ。

ピクリン酸試液 2,4,6-トリニトロフェノール試液 を見よ。

ピクリン酸試液、アルカリ性 2,4,6-トリニトロフェノール試液、アルカリ性 を見よ。

非水滴定用アセトン アセトン、非水滴定用 を見よ。

非水滴定用酢酸 酢酸、非水滴定用 を見よ。

非水滴定用酢酸水銀(II)試液 酢酸水銀(II)試液、非水滴定用 を見よ。

非水滴定用酢酸第二水銀試液 酢酸水銀(II)試液、非水滴定用 を見よ。

非水滴定用水酢酸 酢酸、非水滴定用 を見よ。

4,4'-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン

[(C₂H₅)₂NC₆H₄]₂CO 淡黄色の結晶である。

含量 98%以上。定量法 本品0.25 gを精密に量り、酢酸(100)50 mLに溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴定(2.50)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 = 16.22 mg C₂₁H₂₈N₂O

L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 C₆H₉N₃O₂·HCl·H₂O [K9050, 特級]

ビストリメチルシリルアセトアミド CH₃CON[Si(CH₃)₃]₂ 無色の液体である。

屈折率〈2.45〉 n_D²⁰: 1.414 ~ 1.418

比重〈2.56〉 d₄²⁰: 0.825 ~ 0.835

沸点〈2.57〉 71 ~ 73 °C

N,N'-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミド C₁₆H₂₀I₃N₃O₈ 白色の結晶性の粉末である。

確認試験

(1) 本品0.1 gを直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数3390 cm⁻¹, 3233 cm⁻¹, 2882 cm⁻¹, 1637 cm⁻¹, 1540 cm⁻¹, 1356 cm⁻¹及び1053 cm⁻¹付近に吸収を認める。

純度試験 本品0.10 gを水10 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)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N,N'-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のN,N'-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の3倍より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及び面積測定範囲は「イオパミドール」の純度試験(6)の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「イオパミドール」の純度試験(6)のシステム適合性を準用する。ビス-(1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン) C₂₀H₁₈N₄O₂ 白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、鉍酸又は水酸化アルカリには溶けるが、水、アンモニア試液及び有機溶媒には溶けない。融点: 300 °C以上。

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下。

窒素含量〈1.08〉 15.5 ~ 16.5%

ビスマス酸ナトリウム 三酸化ナトリウムビスマス を見よ。

ヒ素分析用亜鉛 亜鉛、ヒ素分析用 を見よ。

ビタミンA 定量用 2-プロパノール 2-プロパノール、ビタミンA 定量用 を見よ。

ヒトインスリンデスアミド体含有試液 「ヒトインスリン(遺伝子組換え)」1.5 mgを0.01 mol/L塩酸試液1 mLに溶かし、25 °Cで3日間以上放置し、「ヒトインスリン(遺伝子組換え)」の純度試験(1)類縁物質の条件で操作するとき、約5%のデスアミド体を含む溶液。

ヒトインスリン二量体含有試液 「ヒトインスリン(遺伝子組

換え)を 25℃ で 10 日以上放置し、その 4 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かした溶液。

ヒト血清アルブミン、定量用 白色～淡黄色の粉末。アルブミン含量は 99 % 以上である。下記の水分測定法により脱水物に換算する。

水分 (2.48) : (0.20 g, 直接滴定)。ただし、脱水溶剤には、水分測定用ピリジン/水分測定用エチレングリコール混液 (5:1) を用いる。

ヒト絨毛性腺刺激ホルモン試液 「ヒト絨毛性腺刺激ホルモン」の表示単位に従い、その適量を精密に量り、pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、この液 1.0 mL 中に 80 ヒト絨毛性腺刺激ホルモン単位を含むように調製する。

ヒト正常血漿 ヒトの正常血漿 1 mL に相当する量のヒト正常血漿乾燥粉末を水 1 mL に溶かす。調製した液は 2 ~ 10℃ に保存し、1 週間以内に使用する。

ヒト正常血漿乾燥粉末 健康なヒトから得た正常な血漿を凍結乾燥したもの。

ヒト由来アンチトロンビンⅢ 健康なヒトの正常な血漿から得たセリンプロテアーゼ阻害因子で、トロンビン及び活性化血液凝固 X 因子の活性を阻害するたん白質である。たん白質 1 mg 当たり 300 単位以上を含む。ただし、ヘパリン存在下、25℃ でトロンビン 1 単位を阻害する量を 1 単位とする。

ヒドラジン・水和物 $\text{H}_2\text{NNH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 無色の液体で、特異なおいがある。

m-ヒドロキシアセトフェノン $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$ 白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 約 96℃

純度試験 類縁物質 本品の pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 15000) 10 μL につき、「セファレキシ」の定量法を準用し、試験を行うとき、セファレキシの定量の妨害となるピークを認めない。

p-ヒドロキシアセトフェノン $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$ 白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、メタノールに溶けやすい。

融点 (2.60) 107 ~ 111℃

純度試験 本品 1 mg を量り、メタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 20 μL につき、「シヤクヤク」の定量法を準用し、液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。試料溶液の p-ヒドロキシアセトフェノン以外のピークの合計面積は、溶媒ピークを除いた全ピーク面積より大きくない。

3-ヒドロキシ安息香酸 $\text{HO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) のペーパースト法により吸収スペクトルの測定を行うとき、波数 3300 cm^{-1} 、1690 cm^{-1} 、1600 cm^{-1} 、1307 cm^{-1} 、1232 cm^{-1} 及び 760 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 (2.60) 203 ~ 206℃

溶状 本品 1.0 g をメタノール 20 mL に溶かすとき、液は澄明である。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、薄めたエタノール (95) (1 → 2) 20 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: クレゾールレッド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液

の黄色が暗いだいだい赤色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 13.81 mg $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$

N-(2-ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル $\text{C}_8\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_4$ 白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数 3270 cm^{-1} 、1653 cm^{-1} 、1546 cm^{-1} 及び 1283 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

1-(2-ヒドロキシエチル)-1H-テトラゾール-5-チオール

$\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_4\text{OS}$ 白色の結晶又は粉末である。

融点 (2.60) 136 ~ 141℃

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g を水 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/メタノール/ギ酸混液 (60:10:7:6) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長: 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

N-2-ヒドロキシエチルピペラジン-N'-2-エタンスルホン酸

$\text{C}_8\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$ 白色の結晶性の粉末である。

純度試験 溶状 本品 11.9 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 1 g を精密に量り、水約 60 mL に溶かし、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 119.2 mg $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$

d-3-ヒドロキシ-cis-2,3-ジヒドロ-5-[2-(ジメチルアミノ)

エチル]-2-(4-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピン-

4(5H)-オン塩酸塩 $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3\text{S} \cdot \text{HCl}$ 塩酸ジルチアゼム

9 g にエタノール (99.5) 50 mL を加え、80℃ に加熱して溶かす。この液に水酸化カリウムのエタノール (99.5) 溶液 (33 → 500) 50 mL を徐々に滴加し、4 時間かき混ぜながら加熱する。水冷後、ろ過し、ろ液を蒸発乾燥する。残留物をエタノール (99.5) に溶かし、塩酸のエタノール (99.5) 溶液 (59 → 250) を徐々に加えて酸性とし、ろ過する。ろ液にジエチルエーテルを徐々に加え、得られた結晶をろ取する。これにエタノール (99.5) を加え、加熱して溶かし、活性炭 0.5 g を加え、放置した後、ろ過する。ろ液を氷・メタノール浴で冷却した後、得られた結晶をろ取し、無水ジエチルエーテルで洗う。更にエタノール (99.5) を加え、加熱して溶かす。冷却した後、得られた結晶をろ取し、減圧で乾燥する。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る。

純度試験 本品 50 mg をとり、クロロホルムに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 20

μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール (99.5)/クロロホルム/水/酢酸 (100) 混液 (12:10:3:1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにヨウ素試液を均等に噴霧するとき、主スポット以外のスポットを認めない。

水分 (2.48) 1.0 % 以下 (0.5 g)。

含量 換算した脱水物に対し、99.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、ギ酸 2.0 mL に溶かし、無水酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 40.89 mg $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3\text{S} \cdot \text{HCl}$

d-3-ヒドロキシ-cis-2,3-ジヒドロ-5-(2-(ジメチルアミノ)エチル)-2-(p-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピン-4(5H)-オン塩酸塩 d-3-ヒドロキシ-cis-2,3-ジヒドロ-5-(2-(ジメチルアミノ)エチル)-2-(4-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピン-4(5H)-オン塩酸塩 を見よ。

2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$ [K 8776, 特級]

N-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$ 白色～微黄白色の結晶である。エタノール (95) に溶けやすく、水にやや溶けにくい。

融点 (2.60) 146 ~ 149 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 類縁物質 本品 0.1 g を水 1000 mL に溶かす。この液 10 mL を正確に量り、アセトニトリル 6.5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 μL につき、「アスポキシリン水和物」の定量法の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行うとき、溶媒及び N-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド以外のピークを認めない。

3-(p-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸 $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_3$

性状 本品は白色～淡黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し (減圧, 60 °C, 4 時間), その約 0.2 g を精密に量り、メタノール 5 mL に溶かし、更に水 45 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: プロモチモールブルー試液 5 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 16.62 mg $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_3$

2-[4-(2-ヒドロキシメチル)-1-ピペラジニル]プロパンスルホン酸 $\text{C}_8\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$ 白色の結晶性の粉末である。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下。

含量 99 % 以上。

3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(E)-プロペン酸 $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_4$ 白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点: 約 230 °C (分解)。

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定

するとき、波長 215 ~ 219 nm, 238 ~ 242 nm, 290 ~ 294 nm 及び 319 ~ 323 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 2 μL につき、「補中益気湯エキス」の確認試験 (11) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない。

3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(E)-プロペン酸・(E)-フェルラ酸混合試液, 薄層クロマトグラフィー用 **3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(E)-プロペン酸** 1 mg 及び **(E)-フェルラ酸** 1 mg をメタノール 2 mL に溶かす。

ヒドロキシルアミン試液 塩酸ヒドロキシアニモニウム 10 g を水 20 mL に溶かし、エタノール (95) を加えて 200 mL とする。これにかき混ぜながら 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 150 mL を加え、ろ過する。用時製する。**ヒドロキシルアミン試液**, アルカリ性 **塩酸ヒドロキシアニモニウム** のメタノール溶液 (7 → 100) と、**水酸化ナトリウム** のメタノール溶液 (3 → 25) を等容量混和し、ろ過する。用時製する。

ヒドロキノ $\text{C}_6\text{H}_7(\text{OH})_2$ [K 8738, 特級]

ヒドロコルチゾン $\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_5$ [医薬品各条]

2-ビニルピリジン $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}$ 無色～暗褐色の澄明な液体である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.546 ~ 1.552

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.975 ~ 0.982

1-ビニル-2-ピロリドン $\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}$ 澄明の液体である。

純度試験 本品 0.5 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により 1-ビニル-2-ピロリドンの量を求めるとき、99.0 % 以上である。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 0.53 mm, 長さ約 30 m のガラス製の中空毛管カラムの内壁にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を約 1.0 μm の厚さに保持したもの。

カラム温度: 80 °C に 1 分間維持し、次いで毎分 10 °C の割合で温度を上昇させ、190 °C になったらその温度に 20 分間維持する。

試料気化室温度: 190 °C 付近の一定温度。

キャリアーガス: ヘリウム。

流量: 1-ビニル-2-ピロリドンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

検出感度: 本品 0.5 μL から得た 1-ビニル-2-ピロリドンのピーク高さが、フルスケールの約 70 % になるように調整する。

面積測定範囲: 1-ビニル-2-ピロリドンの保持時間の約 2 倍の範囲

水分 水分測定用メタノール 50 mL 及びブチロラクトン 10 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり、水分測定用試液で終点まで滴定 (2.50) する。次に、本品約 2.5 g を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、試験を行うとき、水分は 0.1 % 以下である。

ヒパコニチン, 純度試験用 $\text{C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリルにやや溶けやすく、エタノ

ール (99.5) 又はジエチルエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点：約 175 °C (分解)。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3500 cm^{-1} 、1728 cm^{-1} 、1712 cm^{-1} 、1278 cm^{-1} 、1118 cm^{-1} 、1099 cm^{-1} 及び 714 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (230 nm) : 217 ~ 252 (5 mg, エタノール (99.5), 200 mL)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40 °C) で 12 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

- (1) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。
- (2) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のヒパコニチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のヒパコニチンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する。

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (9 : 1)

流量：ヒパコニチンの保持時間が約 23 分になるように調整する。

面積測定範囲：ヒパコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL から得たヒパコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μL から得たヒパコニチンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能：純度試験用アコニチン、純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 1 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 8 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒパコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ヒパコニチ

ンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

水分 (2.48) 1.0 % 以下 (5 mg, 電量滴定法)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40 °C) で 12 時間以上乾燥したもの。

2,2'-ビピリジル $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2$ [K 8486, 特級]

2-(4-ビフェニル)プロピオン酸 $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_2$ 淡黄白色の粉末である。

融点 (2.60) 145 ~ 148 °C

純度試験 本品 1 mg を水/アセトニトリル混液 (11 : 9) に溶かし、50 mL とする。この液 20 μL につき、「フルルピロフェン」の純度試験 (3) 類縁物質の操作条件に従い、液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について、各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により 2-(4-ビフェニル)プロピオン酸の量を求めるとき 98.0 % 以上である。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品をシリカゲルで 4 時間減圧乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、エタノール (95) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 22.63 mg $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_2$

ヒベンズ酸チペジン、定量用 $\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{NS}_2 \cdot \text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{O}_4$ [医薬品各条、「チペジンヒベンズ酸塩」ただし、乾燥したものを定量するとき、チペジンヒベンズ酸塩 ($\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{NS}_2 \cdot \text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{O}_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

ヒボキサンチン $\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_2\text{O}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、アンモニア試液にやや溶けやすく、希塩酸又は熱湯にやや溶けにくく、水に極めて溶けにくく、メタノールにほとんど溶けない。

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg をアンモニア水 (28) のメタノール溶液 (1 → 10) に溶かし正確に 100 mL とした液につき、「メルカプトプリン水和物」の純度試験 (4) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.2 の主スポット以外のスポットを認めない。

含量 97.0 ~ 103.0 %。定量法 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 250 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 250 nm における吸光度 A を測定する。

ヒボキサンチン ($\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_2\text{O}$) の量 (mg) = $\frac{A}{779} \times 250000$

ヒマシ油 [医薬品各条]

氷酢酸 酢酸 (100) を見よ。

氷酢酸、非水滴定用 酢酸、非水滴定用 を見よ。

氷酢酸・硫酸試液 酢酸・硫酸試液 を見よ。

ピラゾール $\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2$ 白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 67 ~ 71 °C

1-(2-ピリジルアゾ)-2-ナフトール $C_{15}H_{11}N_3O$ だいたい黄色又はだいたい赤色の粉末である。

吸光度 本品 25 mg をとり、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2.0 mL にメタノールを加えて正確に 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長 470 nm における吸光度は 0.55 以上である。

融点(2.60) 137 ~ 140°C

純度試験 溶状 本品 25 mg をメタノール 100 mL に溶かすとき、液はだいたい黄色澄明である。

強熱残分(2.44) 1.0 % 以下。

鋭敏度 本品のメタノール溶液(1 → 4000) 0.2 mL に水 50 mL、メタノール 30 mL 及び pH 5.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。これに塩化銅(II)二水和物溶液(1 → 600) 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈し、更に薄めた 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液(1 → 10) 1 滴を加えるとき、黄色に戻る。

ピリジン C_5H_5N [K 8777, 特級]

ピリジン, 水分測定用 水分測定法(2.48) を見よ。

ピリジン, 無水 C_5H_5N ピリジン 100 mL に水酸化ナトリウム 10 g を加え、24 時間放置した後、上澄液を傾斜して取り蒸留する。

ピリジン・酢酸試液 ピリジン 20 mL に薄めた酢酸(100)(1 → 25)を混和して 100 mL とする。用時製する。

ピリジン・ピラゾロン試液 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン 0.1 g に水 100 mL を加え、65 ~ 70°C に加温し、よく振り混ぜて溶かした後、30°C 以下に冷却する。この液にビス-(1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン) 0.02 g をピリジン 20 mL に溶かした液を加えて混和する。用時製する。

ヒルスチン $C_{22}H_{28}N_2O_3$ 白色~淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。融点: 約 100°C

旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: 約 +70° (10 mg, メタノール, 1 mL, 50 mm)。

吸光度(2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (245 nm): 354 ~ 379 (5 mg, メタノール/希酢酸混液(7:3), 500 mL)。ただし、別途脱水物換算を行う。

純度試験 類縁物質 本品 5 mg をメタノール/希酢酸混液(7:3) 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 20 μ L につき、「チョウトウコウ」の成分含量測定法を準用し、液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液のヒルスチン以外のピークの合計面積は、溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない。

ピロアンチモン酸カリウム ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム を見よ。

ピロアンチモン酸カリウム試液 ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム試液 を見よ。

ピロガロール $C_6H_5(OH)_3$ [K 8780, 特級]

L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-p-ニトロアニリン塩酸塩 $C_{19}H_{26}N_6O_6 \cdot HCl$ 白色~淡黄色の粉末で、水、メタノール又は酢酸(100)に溶けやすい。

吸光度(2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (316 nm): 242 ~ 268 (2 mg, 水, 100 mL)。

旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{25}$: -51 ~ -56° [0.1 g, 薄めた酢

酸(100)(1 → 2), 10 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 0.05 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸(100)混液(15:12:10:3)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-p-ニトロアニリン塩酸塩試液 L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-p-ニトロアニリン塩酸塩 25 mg 及び「D-マンニトール」0.04 g を水 2 ~ 3 mL に溶かし、凍結乾燥する。これを水 16.7 mL に溶かす。用時、この液 1 容に水 9 容を加える。ピロ硫酸カリウム 二硫酸カリウム を見よ。

ピロリン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 9.0 ピロリン酸カリウム 0.83 g を水 40 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸を加えて pH を 9.0 に調整し、水を加えて 50 mL とする。使用前に温度を 22 ± 2°C にする。

ピロリン酸塩緩衝液, pH 9.0 ピロリン酸カリウム 3.3 g, ジチオスレイトール 15 mg 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.04 g を水 70 mL に溶かし、クエン酸一水和物溶液(21 → 100)で pH を正確に 9.0 に調整し、水を加えて 100 mL とする。

ピロリン酸カリウム $K_3O_7P_2$ 白色の結晶性粉末で、水に極めて溶けやすい。

融点(2.60) 1109°C

ピロール C_4H_5N 無色透明の液体で、特異なおいがある。エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶け、水にほとんど溶けない。

比重(2.56) d_{20}^{20} : 0.965 ~ 0.975

ファモチジン, 定量用 $C_8H_{15}N_7O_2S_3$ [医薬品各条, 「ファモチジン」ただし、乾燥したものを定量するとき、ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$) 99.0 % 以上を含み、純度試験(3)により試験を行うとき、類縁物質の総量が 0.4 % 以下のもの]

フィトナジオン $C_{31}H_{46}O_2$ [医薬品各条]

フィブリノーゲン ヒト又はウシの血液からエタノール又は硫酸アンモニウム分画沈殿法などを用いて製する。本品はクエン酸塩、シュウ酸塩、塩化ナトリウムを含んでいてもよい。白色無晶形である。本品 0.01 g に生理食塩液 1 mL を加え 37°C に加温するとき、わずかに混濁して溶け、この液にトロンビン 1 単位を加えるとき凝固する。

グイオン, 普通 普通グイオン を見よ。

フェナセチン $C_{10}H_{13}NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、エタノール(95)にやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

融点(2.60) 134 ~ 137°C

乾燥減量(2.41) 0.5 % 以下(1 g, 105°C, 2 時間)。

o-フェナントロリン 1,10-フェナントロリン一水和物 を見よ。

1,10-フェナントロリン一水和物 $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ [K 8789, 特級]

1, 10-フェナントロリン試液 1, 10-フェナントロリン-水和物 0.15 g に新たに製した硫酸鉄(Ⅱ)七水和物溶液(37 → 2500) 10 mL 及び希硫酸 1 mL を加えて溶かす。密栓して保存する。

o-フェナントロリン試液 1, 10-フェナントロリン試液 を見よ。

フェニルアラニン $C_9H_9NO_2$ 〔医薬品各条, 「L-フェニルアラニン」〕

D-フェニルグリシン $C_9H_9NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、水に溶けにくい。

乾燥減量(2.41) 0.5 % 以下(1 g, 105°C, 3 時間)。

含量 98.5 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、酢酸(100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定(2.50)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 = 15.12 mg $C_9H_9NO_2$

25 % フェニル-25 % シアノプロピル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

フェニルヒドラジン $C_6H_5NHNH_2$ 無色～淡黄色の澄明な液体で、わずかに芳香がある。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 1 g を精密に量り、薄めた塩酸(1 → 100) 30 mL を加え、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を共栓三角フラスコに正確に量り、薄めた塩酸(3 → 4) 40 mL を加えて冷後、0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点は、クロロホルム 5 mL を加えて強く振り混ぜ、しばらく放置するとき、クロロホルム層の紅色が消えるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL

= 5.407 mg $C_6H_5NHNH_2$

フェニルフルオロン $C_{10}H_{12}O_5$ 〔K 9547, 特級〕

フェニルフルオロン・エタノール試液 フェニルフルオロン 50 mg をとり、エタノール(95) 適量及び薄めた塩酸(1 → 3) 10 mL を加えて溶かし、更にエタノール(95)を加えて正確に 500 mL とする。

35 % フェニル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

50 % フェニル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

65 % フェニル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン を見よ。

50 % フェニル-50 % メチルポリシロキサン, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

o-フェニレンジアミン $H_2NC_6H_4NH_2$ 白色～暗褐色の結晶又は結晶性の粉末で、エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、水にやや溶けやすい。

含量 95.0 % 以上。定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定(2.50)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 = 10.81 mg $H_2NC_6H_4NH_2$

o-フェニレンジアミン二塩酸塩 $H_2NC_6H_4NH_2 \cdot 2HCl$ 白色～微黄色又は微紅色の結晶又は結晶性の粉末である。

溶状 本品 1 g を水 20 mL に溶かすとき、液は透明である。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品 0.15 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 9.053 mg $H_2NC_6H_4NH_2 \cdot 2HCl$

フェノバルビタールナトリウム $C_{12}H_{11}N_2NaO_3$ 〔医薬品各条〕

フェノール C_6H_5OH 〔K 8798, 特級〕

フェノール, 定量用 C_6H_5OH 〔K 8798, 特級〕

フェノール塩酸試液 フェノール 0.2 g を 6 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かす。

p-フェノールスルホン酸ナトリウム $C_6H_4ONaS \cdot 2H_2O$ 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがある。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 → 100) 10 mL に塩化鉄(Ⅲ)試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1 → 5000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により、吸収スペクトルを測定するとき、波長 269 ~ 273 nm 及び 276 ~ 280 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

含量 90.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、カラム(150 ~ 300 μ m のカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型) 20 mL を内径約 1 cm, 高さ約 30 cm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れ、流出する。次に水を用いて洗液が酸性を示さなくなるまでカラムを洗う。洗液は先の流出液に合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬:プロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 5 滴)。別に本品 0.5 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 23.22 mg $C_6H_4ONaS \cdot 2H_2O$

フェノールスルホンフタレイン, 定量用 $C_{10}H_{11}O_5S$ 〔医薬品各条, 「フェノールスルホンフタレイン」ただし、乾燥したものを定量するとき、フェノールスルホンフタレイン($C_{10}H_{11}O_5S$) 99.0 % 以上を含むもの〕

フェノール・ニトロプルシドナトリウム試液 フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液 を見よ。

フェノールフタレイン $C_{20}H_{14}O_4$ 〔K 8799, 特級〕

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1 g をエタノール(95) 100 mL に溶かす。

フェノールフタレイン・チモールブルー試液 A 液：フェノールフタレイン 0.1 g を薄めたエタノール (4 → 5) 100 mL に溶かす。B 液：チモールブルー 0.1 g をエタノール (95)/希水酸化ナトリウム試液混液 (250 : 11) 50 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。用時 A 液 2 容量、B 液 3 容量を混ぜる。

フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄 (Ⅲ) 酸ナトリウム試液 フェノール 5 g 及びペンタシアノニトロシル鉄 (Ⅲ) 酸ナトリウム二水和物 25 mg を水に溶かし、500 mL とする。冷暗所に保存する。

フェノールレッド $C_{19}H_{14}O_5S$ [K 8800, 特級]

フェノールレッド試液 フェノールレッド 0.1 g をエタノール (95) 100 mL に溶かし、必要ならばろ過する。

フェノールレッド試液, 希 硝酸アンモニウム溶液 (1 → 9400) 235 mL に 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 105 mL 及び酢酸 (100) 24 g に水を加えて 200 mL とした液 135 mL を加える。この液に、フェノールレッド 33 mg を 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1.5 mL に溶かした後に水を加えて 100 mL とした液 25 mL を加える。必要ならば pH を 4.7 に調整する。

ブエラリン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{30}O_9$ 白色の結晶性の粉末である。メタノールに溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。融点：約 188 °C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、メタノールに溶かし、正確に 1 mL とした液 2 μ L につき、「カッコン」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

フェーリング試液

銅液：硫酸銅 (Ⅱ) 五水和物 34.66 g を水に溶かし、500 mL とする。共栓瓶にほとんど全満して保存する。

アルカリ性酒石酸塩液：酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 173 g 及び水酸化ナトリウム 50 g を水に溶かし、500 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。用時、両液の等容量を混和する。

フェーリング試液, でんぶん消化力試験用

銅液：硫酸銅 (Ⅱ) 五水和物 34.660 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 500 mL とする。共栓瓶にほとんど全満して保存する。

アルカリ性酒石酸塩液：酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 173 g 及び水酸化ナトリウム 50 g を水に溶かし、正確に 500 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

用時、両液の等容量を正確に量り、混和する。

フェリシアン化カリウム ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウムを見よ。

フェリシアン化カリウム試液 ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液 を見よ。

フェリシアン化カリウム試液, アルカリ性 ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液, アルカリ性 を見よ。

(E)-フェルラ酸 $C_{10}H_{10}O_4$ 白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノールに溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。融点：173 ~ 176 °C

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定

するとき、波長 215 ~ 219 nm, 231 ~ 235 nm 及び 318 ~ 322 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 2 μ L につき、「補中益気湯エキス」の確認試験 (11) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない。

フェロシアン化カリウム ヘキサシアノ鉄 (Ⅱ) 酸カリウム三水和物 を見よ。

フェロシアン化カリウム試液 ヘキサシアノ鉄 (Ⅱ) 酸カリウム試液 を見よ。

フォリン試液 タングステン (Ⅵ) 酸ナトリウム二水和物 20 g, モリブデン (Ⅵ) 酸二ナトリウム二水和物 5 g 及び水約 140 mL に、薄めたリン酸 (17 → 20) 10 mL 及び塩酸 20 mL を加え、還流冷却器を付け、10 時間穏やかに煮沸する。硫酸リチウム一水和物 30 g 及び水 10 mL を加え、臭素をごく少量加えて濃緑色の液を黄色とし、冷却器を付けず 15 分間煮沸して過量の臭素を除く。冷後、水を加えて 200 mL とし、ガラスろ過器でろ過し、塵が混入しないようにして保存する。この液を原液とし、用時水を加えて薄める。フォリン試液, 希 フォリン試液を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) し (指示薬：フェノールフタレイン試液), 酸濃度を求める。酸濃度が 1 mol/L となるようにフォリン試液に水を加えて調整する。

フクシン 光沢のある緑色の結晶性粉末または塊で、水又はエタノール (95) に溶けにくい。

乾燥減量 (2.41) 17.5 ~ 20.0 % (1 g, 105 °C, 4 時間)。強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

フクシン亜硫酸試液 フクシン 0.2 g を温湯 120 mL に溶かし、放冷後、無水亜硫酸ナトリウム 2 g を水 20 mL に溶かした液及び塩酸 2 mL を加え、更に水を加えて 200 mL とする。少なくとも 1 時間放置する。用時製する。

フクシン・エタノール試液 フクシン 11 g をエタノール (95) 100 mL に溶かす。

フクシン試液, 脱色 脱色フクシン試液 を見よ。

ブジエステラルカロイド混合標準溶液, 純度試験用 本品はブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1 : 1) 1000 mL 中ブジエステラルカロイドとして純度試験用アコニチン 10 mg, 純度試験用ジェサコニチン 10 mg, 純度試験用ヒバコニチン 30 mg 及び純度試験用メサコニチン 20 mg を含む。この液 20 μ L につき、検出器の測定波長を 231 nm として、「ブシ」の純度試験の試験条件を準用して試験を行うとき、アコニチン、ジェサコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンの各ピークを認め、各ピーク高さの比はほぼ 10 : 1 : 35 : 30 である。また、同様に検出器の測定波長を 254 nm として、試験を行うとき、アコニチン、ジェサコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンの各ピークを認め、各ピーク高さの比はほぼ 2 : 8 : 7 : 6 である。

ブシ用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液, ブシ用 を見よ。

ブシラミン $C_7H_{13}NO_3S_2$ [医薬品各条]

1-ブタノール $CH_3(CH_2)_2CH_2OH$ [K 8810, 特級]

1-ブタノール, アンモニア飽和 1-ブタノール 100 mL に薄めたアンモニア水 (28) (1 → 100) 60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、静置する。上層液を用いる。

2-ブタノール $CH_3CH_2CH(OH)CH_3$ [K 8812, 特級]

n-ブタノール 1-ブタノール を見よ。

ブタノール, イソ 2-メチル-1-プロパノール を見よ。

ブタノール, 第三 *t*-ブチルアルコール を見よ。

ブタノール, 第二 2-ブタノール を見よ。

2-ブタノン $\text{CH}_3\text{COC}_2\text{H}_5$ [K 8900, 特級]

o-フタルアルデヒド $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CHO})_2$ 本品は淡黄色～黄色の結晶である。

含量 99 % 以上. 定量法 本品 1 g をエタノール (95) 10 mL に溶かす. この液 2 μL につき, ガスクロマトグラフィー (2.02) により次の条件で試験を行う. 得られたガスクロマトグラムにつき, 自動積分法により, それぞれの成分のピーク面積を測定する.

$$\text{含量} = \frac{o\text{-フタルアルデヒドのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}} \times 100$$

操作条件

検出器: 熱伝導度検出器

カラム: 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを酸及びシラン処理した 177 ~ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする.

カラム温度: 180 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: 毎分約 50 mL の一定量で *o*-フタルアルデヒドの保持時間が 3 ~ 4 分になるように調整する.

測定範囲: 溶媒ピークが流出した後, *o*-フタルアルデヒドの保持時間の 7 倍まで測定する.

フタルイミド $\text{C}_8\text{H}_5\text{NO}_2$ 白色～微褐色の結晶又は粉末である.

融点 (2.60) 232 ~ 237 °C

溶状 本品 1.0 g は水酸化ナトリウム試液 20 mL にわずかに混濁して溶ける.

含量 98.0 % 以上. 定量法 本品約 0.3 g を精密に量り, *N,N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし, 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定 (2.50) 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 ナトリウムメトキシド液 1 mL

$$= 14.71 \text{ mg } \text{C}_8\text{H}_5\text{NO}_2$$

フタル酸 $\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$ 無色～白色の結晶性粉末である. メタノール又はエタノール (95) にやや溶けやすく, 水に溶けにくく, クロロホルムにほとんど溶けない. 融点: 約 200 °C (分解).

含量 98 % 以上. 定量法 本品約 2.8 g を精密に量り, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え, 更に水 25 mL を加え, 加熱板上で加温して溶かす. 冷後フェノールフタレイン試液 5 滴を加え, 0.5 mol/L 硫酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定 (2.50) する. 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 83.07 mg $\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$

フタル酸ジエチル $\text{C}_8\text{H}_4(\text{COOC}_2\text{H}_5)_2$ 無色の澄明な液である.

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.500 ~ 1.505

純度試験 類縁物質 本品 1 mL をとり, 臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウムの水/アセトニトリル/メタノール混液

(137:80:23) 溶液 (2 → 625) を加えて 100 mL とする. この液 6 mL をとり, 臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウムの水/アセトニトリル/メタノール混液 (137:80:23) 溶液 (2 → 625) を加えて 50 mL とし, 試料溶液とする. 試料溶液 10 μL につき, 「セフェタメトピボキシル塩酸塩」の定量法を準用して試験を行うとき, 溶媒及び本品のピーク以外のピークを認めない.

フタル酸ジシクロヘキシル $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOC}_6\text{H}_{11})_2$ 白色の結晶性の粉末である.

融点 (2.60) 63 ~ 66 °C

純度試験 溶状 本品 1.0 g をエタノール (95) 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である.

フタル酸ジノニル $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOC}_9\text{H}_{19})_2$ 無色～微黄色の澄明な液である.

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.967 ~ 0.987

酸価 (1.13) 2 以下.

フタル酸ジフェニル $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOC}_6\text{H}_5)_2$ 白色の結晶性の粉末である.

融点 (2.60) 71 ~ 76 °C

純度試験 類縁物質 本品 0.06 g をクロロホルム 50 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 10 μL につき, 「トルナフタート液」の定量法を準用し, 試験を行うとき, 保持時間約 8 分の主ピーク及び溶媒によるピーク以外のピークを認めない. ただし, 検出感度は試料溶液 10 μL から得たフタル酸ジフェニルのピーク高さがフルスケールの 50 ~ 100 % になるように調整し, ピーク測定範囲は溶媒ピークの後からフタル酸ジフェニルの保持時間の約 2 倍の範囲とする.

フタル酸ジ-*n*-ブチル $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOC}_4\text{H}_9)_2$ 無色澄明の液体である.

純度試験 類縁物質 本品 0.5 g をとり, メタノール 50 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 10 μL につき, 「ニカルジピン塩酸塩注射液」の定量法を準用し, 試験を行う. この液のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率によりフタル酸ジ-*n*-ブチルの純度を求めるとき, 98.0 % 以上であり, ニカルジピンと同じ位置にピークを認めない. ただし, 検出感度は試料溶液 10 μL から得たフタル酸ジ-*n*-ブチルのピークの高さがフルスケールの 50 ~ 100 % になるように調整し, ピーク面積測定範囲は溶媒のピークの後からフタル酸ジ-*n*-ブチルの保持時間の約 2 倍の範囲とする.

フタル酸ジメチル $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_4$ 無色澄明の液体で, わずかに芳香がある.

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.491 ~ 1.493

純度試験 本品のイソオクタン溶液 (1 → 100) 6.0 mL をとり, *n*-アミルアルコールのヘキサン溶液 (3 → 1000) を加えて 50 mL とした液 10 μL につき, 「エルゴカルシフェロール」又は「コレカルシフェロール」の定量法に従い, 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行うとき, 主ピーク以外にピークを認めない.

フタル酸水素カリウム $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOK})(\text{COOH})$ [K 8809, 特級]

フタル酸水素カリウム (標準試薬) $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOK})(\text{COOH})$ [K 8005, 容量分析用標準物質]

フタル酸水素カリウム, pH 測定用 $C_6H_4(COOK)(COOH)$
〔K 8809, pH標準液用〕

フタル酸水素カリウム緩衝液, 0.3 mol/L, pH 4.6 フタル酸水素カリウム 61.26 g を水約 800 mL に溶かし, 水酸化ナトリウム試液を用いて pH を 4.6 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

フタル酸水素カリウム緩衝液, pH 3.5 緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 塩酸 7.97 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

フタル酸水素カリウム緩衝液, pH 4.6 緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 12.0 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

フタル酸水素カリウム緩衝液, pH 5.6 緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 39.7 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

フタル酸水素カリウム試液, 0.2 mol/L, 緩衝液用 pH 測定用フタル酸水素カリウム 40.843 g を水に溶かし, 正確に 1000 mL とする。

フタレインパープル $C_{32}H_{32}N_2O_{12} \cdot xH_2O$ 黄白色～褐色の粉末で, エタノール (95) にやや溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

感度試験 本品 10 mg をアンモニア水 (28) 1 mL に溶かし, 水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL に, 水 95 mL, アンモニア水 (28) 4 mL, エタノール (95) 50 mL 及び薄めた塩化バリウム試液 (1 → 5) 0.1 mL を加えるとき, 液は青紫色となる。この液に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.15 mL を加えるとき, 液は無色となる。

n-ブチルアミン $CH_3CH_2CH_2CH_2NH_2$ 無色の液で, アミンよりの特異なにおいがある。水, エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。水溶液はアルカリ性で, 空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.740 ~ 0.747

蒸留試験 (2.57) 76.5 ~ 79 °C, 96 vol% 以上。

t-ブチルアルコール $(CH_3)_3COH$ 〔K 8813, 特級〕

tert-ブチルメチルエーテル $(CH_3)_3COCH_3$ 無色澄明の液で, 特異なにおいがある。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.3689

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.7404

ブチロラクトン $C_4H_6O_2$ 無色～ほとんど無色澄明の液体である。

比重 (2.56) d_4^{25} : 1.128 ~ 1.135

沸点 (2.57) 198 ~ 208 °C

普通カンテン培地 普通ブイヨン 1000 mL にカンテン 25 ~ 30 g を加え, 加熱して溶かす。蒸発した水を補い, pH を 6.4 ~ 7.0 に調整した後, ろ過し, 分注した後, 高压蒸気滅菌する。粉末状のカンテンを用いる場合は 15 ~ 20 g を用いる。

普通カンテン培地, テセロイキン用 肉エキス 5.0 g, ペプトン 10.0 g, 塩化ナトリウム 5.0 g, カンテン 15.0 ~ 20.0 g を水に溶かして 1000 mL とし, 滅菌する。pH は 6.9 ~ 7.1 とする。

普通ブイヨン 肉エキス 5 g 及びペプトン 10 g を水 1000 mL に加え, 穏やかに加温して溶かし, 滅菌後の pH が 6.4

~ 7.0 になるように調整し, 冷後, 蒸発した水を補い, ろ過する。この液を 121 °C で 30 分間高压蒸気滅菌する。

フッ化水素酸 HF 〔K 8819, ふっ化水素酸, 特級〕 フッ化水素酸 (HF) 46.0 % 以上を含むもの。

フッ化ナトリウム NaF 〔K 8821, ふっ化ナトリウム, 特級〕

フッ化ナトリウム (標準試薬) NaF 〔K 8005, ふっ化ナトリウム, 容量分析用標準物質〕

フッ化ナトリウム試液 フッ化ナトリウム 0.5 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かす。用時製する。

ブドウ糖 $C_6H_{12}O_6$ 〔医薬品各条〕

ブドウ糖試液 ブドウ糖 30 g を水に溶かし, 100 mL とする。注射剤の製法により製する。

ブドウ糖・ペプトン培地, 無菌試験用 ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 を見よ。

N-*t*-ブトキシカルボニル-L-グルタミン酸- α -フェニルエステル $C_{16}H_{21}NO_6$ 白色の粉末である。

融点 (2.60) 95 ~ 104 °C

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を希エタノール 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, 希エタノールを加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した 3 枚の薄層板にそれぞれスポットする。次に 1 枚目はクロロホルム/酢酸エチル/酢酸 (100) 混液 (25:25:1), 2 枚目はベンゼン/ジオキサン/酢酸 (100) 混液 (95:25:4), 3 枚目はクロロホルム/メタノール/酢酸 (100) 混液 (45:4:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これらに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

ブファリン, 成分含量測定用 $C_{24}H_{35}O_4 \cdot xH_2O$ 白色の結晶性の粉末で, においはない。

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (300 nm): 143 ~ 153 (10 mg, メタノール, 250 mL)。ただし, デシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 40 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/アセトン/クロロホルム混液 (4:3:3) を展開溶媒として約 14 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧し, 100 °C で 2 ~ 3 分間加熱するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより大きくなく, かつ濃くない。

含量 99.0 % 以上。含量測定法 本品をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し, その約 10 mg を精密に量り, メタノールを加えて溶かし, 正確に 10 mL とし, 試料溶液とする。この液 20 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。各々のピーク面

積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりブファリンの量を求める。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：300 nm）

カラム：内径 4 ~ 6 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフィー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）

流量：ブファリンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：成分含量測定用ブファリン、成分含量測定用シノブファギン及び成分含量測定用レジブフォゲニン 0.01 g ずつをメタノールに溶かして 200 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ブファリン、シノブファギン、レジブフォゲニンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液（1）とする。この溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液（2）とする。標準溶液（2）20 μ L から得たブファリンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液（1）20 μ L から得たブファリンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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ブファリンの保持時間の約 2 倍の範囲

ブフェキサマク、定量用 $C_{12}H_{17}NO_3$ 〔医薬品各条、「ブフェキサマク」ただし、乾燥したものを定量するとき、ブフェキサマク ($C_{12}H_{17}NO_3$) 99.0 % 以上を含み、「ブフェキサマク軟膏」の確認試験を準用し、試験を行うとき、主スポット以外のスポットを認めないもの〕

フマル酸、薄層クロマトグラフィー用 $C_4H_4O_4$ 白色の結晶性の粉末で、においはなく、特異な酸味を有する。

純度試験 「クレマスチンフマル酸塩」の確認試験（5）を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.8 の主スポット以外のスポットを認めない。

浮遊培養用培地 塩化ナトリウム 6.000 g, 塩化カリウム 0.400 g, 無水リン酸二水素ナトリウム 0.677 g, 硝酸カルシウム四水和物 0.100 g, 硫酸マグネシウム水和物 0.100 g, ブドウ糖 2.000 g, コハク酸ナトリウム六水和物 0.164 g, コハク酸 46 mg, L-アルギニン塩酸塩 0.240 g, L-アスパラギン一水和物 56.8 mg, L-アスパラギン酸 20 mg, L-システイン塩酸塩一水和物 72.9 mg, L-グルタミン酸 20 mg, グルタチオン 1 mg, グリシン 10 mg, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 20.3 mg, L-ヒドロキシプロリン 20 mg, L-イソロイシン 50 mg, L-リジン塩酸塩 40 mg, メチオニン 15 mg, L-トレオニン 20 mg, L-トリプトファン 5 mg, L-バリン 20 mg, L-ロイシン 50 mg, L-フェニルアラニン 15 mg, L-プロリン 20 mg, L-セリン 30 mg, L-チロジン 20 mg, D-ビオチン（結晶）0.2 mg, パントテン酸カルシウム 0.25 mg, 塩化コリン 3 mg, *D*-イノシトール 35 mg,

4-アミノ安息香酸 1 mg, シアノコバラミン 5 μ g, 葉酸 1 mg, ニコチン酸アミド 1 mg, リボフラビン 0.2 mg, チアミン塩酸塩 1 mg, 塩酸ピリドキシン 1 mg 及びフェノールレッド 5 mg を水に溶かし、硫酸カナマイシン溶液（3 → 50）1 mL を加えた後、水を加えて 1000 mL とし、121 °C で 15 分間、高圧蒸気滅菌する。冷後、L-グルタミン溶液（3 → 100）10 mL 及び 7 % 炭酸水素ナトリウム注射液 20 mL を加えて混和する。4 °C で保存する。

ブラジキニン $C_{30}H_{73}N_{15}O_{11}$ 白色の粉末で、水又は酢酸（31）に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

旋光度 $\langle 2.49 \rangle$ $[\alpha]_D^{20}$: -80 ~ -90° (15 mg, 水, 5 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 2.0 mg に水 0.2 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフィー（2.03）により試験を行う。試料溶液 5 μ L を、薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸（31）混液（15：12：10：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、60 °C で薄層板を乾燥する。これにニンヒドリンの 1-ブタノール溶液（1 → 1000）を均等に噴霧した後、60 °C で 30 ~ 60 分間加熱するとき、ブラジキニンに由来する主スポット以外のスポットを認めない。

ブラゼパム、定量用 $C_{19}H_{17}ClN_2O$ 〔医薬品各条、「ブラゼパム」ただし、乾燥したものを定量するとき、ブラゼパム ($C_{19}H_{17}ClN_2O$) 99.0 % 以上を含むもの〕

ブラバスタチンナトリウム $C_{23}H_{35}NaO_7$ 〔医薬品各条〕

ブリリアントグリーン $C_{27}H_{34}N_2O_6S$ 微細な光沢ある黄色の結晶で、水又はエタノール（95）に溶ける。極大吸収波長 623 nm。

ブルーテトラゾリウム $C_{40}H_{32}Cl_2N_6O_2$ 3,3'-ジアニソール-ビス〔4,4'-(3,5-ジフェニル)テトラゾリウムクロリド〕淡黄色の結晶で、メタノール、エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく、水に溶けにくく、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。融点：約 245 °C（分解）。

吸光度 $\langle 2.24 \rangle$ $E_{1cm}^{1\%}$ (252 nm) : 826 以上（メタノール）。

ブルーテトラゾリウム試液、アルカリ性 ブルーテトラゾリウムのメタノール溶液（1 → 200）1 容量に、水酸化ナトリウムのメタノール溶液（3 → 25）3 容量を加える。用時製する。

フルオシノロンアセトニド $C_{24}H_{30}F_2O_6$ 〔医薬品各条〕

フルオレセイン $C_{20}H_{12}O_5$ 帯黄赤色の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法（2.25）の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1597 cm^{-1} , 1466 cm^{-1} , 1389 cm^{-1} , 1317 cm^{-1} , 1264 cm^{-1} , 1247 cm^{-1} , 1213 cm^{-1} , 1114 cm^{-1} 及び 849 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

フルオレセインナトリウム $C_{20}H_{10}Na_2O_5$ 〔医薬品各条〕

フルオレセインナトリウム試液 フルオレセインナトリウム 0.2 g を水に溶かし、100 mL とする。

4-フルオロ安息香酸 $C_7H_5FO_2$ 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法（2.25）の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1684 cm^{-1} , 1606 cm^{-1} 及び 1231 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 (2.60) 182 ~ 188 °C

1-フルオロ-2,4-ジニトロベンゼン $C_6H_3(NO_2)_2F$ [K 8479, 特級]

ブルシン ブルシン二水和物 を見よ。

ブルシン二水和物 $C_{23}H_{26}N_2O_4 \cdot 2H_2O$ [K 8832, ブルシン *n* 水和物, 特級]

フルフラール $C_8H_{10}O_2$ 無色澄明の液体である。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.160 ~ 1.165

蒸留試験 (2.57) 160 ~ 163 °C, 95 vol% 以上。

フルラゼパム, 定量用 $C_{21}H_{23}ClFN_3O$ [医薬品各条, 「フルラゼパム」ただし, 乾燥したものを定量するとき, フルラゼパム ($C_{21}H_{23}ClFN_3O$) 99.3 % 以上を含むもの]

プルラナーゼ *Klebsiella pneumoniae* から得たもので, 白色の結晶である。本品 1 mg は 30 単位以上を含む。ただし, 本品の 1 単位はプルランを基質にして, pH 5.0, 30 °C で 1 分間に 1 μ mol のマルトトリオスを生成する酵素量とする。

プルラナーゼ試液 プルラナーゼを水に溶かし, その活性を 1 mL 当たり 10 単位とする。

プレドニゾン $C_{21}H_{26}O_5$ [医薬品各条]

プレドニゾン $C_{21}H_{26}O_5$ 白色の結晶性の粉末で, メタノール, エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けにくく, 水に極めて溶けにくい。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +167 ~ +175° (乾燥後, 0.1 g, 1,4-ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

乾燥減量 (2.41) 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

含量 96.0 ~ 104.0 %。定量法 本品を乾燥し, その約 20 mg を精密に量り, メタノールに溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い, 238 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 *A* を測定する。

$$\text{プレドニゾン (C}_{21}\text{H}_{26}\text{O}_5\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{440} \times 20000$$

フロイント完全アジュバント 鯨物油 85 容にアラセル A 15 容の混合物 10 mL に結核菌 *Corynebacterium butyricum* のミコバクテリアの加熱死菌 5 mg を浮遊させたもの。

プロゲステロン $C_{21}H_{30}O_2$ [医薬品各条]

プロスタグランジン A_1 $C_{20}H_{32}O_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末。エタノール (95) 又は酢酸エチルに極めて溶けやすく, 水に極めて溶けにくい。

純度試験 類縁物質 本品 5 mg をエタノール (95) 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り, エタノール (95) 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 ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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, 試料溶液のプロスタグランジン A_1 以外のピークの合計面積は標準溶液のプロスタグランジン A_1 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「アルプロスタジルアルファデクス」の定量

法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 10 μ L から得たプロスタグランジン A_1 のピーク高さがフルスケールの 5 ~ 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プロスタグランジン A_1 の保持時間の約 2 倍の範囲

ブロッキング剤 ウシ由来の乳たん白質を主成分とした粉末。免疫研究用。

ブロック緩衝液 ブロッキング剤 4 g を水 100 mL に溶かし, pH 7.4 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 100 mL を加える。

V 8 プロテアーゼ *Staphylococcus aureus* 株から得たプロテアーゼ。pH 7.8, 37 °C において 1 分間に 1 μ mol の *N*-*t*-プトキシカルボニル-L-グルタミン酸- α -フェニルエステルを加水分解する酵素量を 1 単位とすると, 本品 1 mg は 500 ~ 1000 単位を含む。

V 8 プロテアーゼ酵素試液 V 8 プロテアーゼを水に溶かし, 1 mg/mL とする。冷所に保存し, 調製後 6 日以内に使用する。

1-プロパノール $CH_3CH_2CH_2OH$ [K 8838, 特級]

2-プロパノール $(CH_3)_2CHOH$ [K 8839, 特級]

n-プロパノール 1-プロパノール を見よ。

プロパノール, イソ 2-プロパノール を見よ。

2-プロパノール, 液体クロマトグラフィー用 $(CH_3)_2CHOH$

無色澄明, 揮発性の液で特異な臭いがある。水, エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。沸点: 約 82 °C

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.376 ~ 1.378

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.785 ~ 0.788

純度試験

(1) 紫外吸収物質 本品につき, 水を対照とし, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき, 吸光度は 230 nm で 0.2 以下, 250 nm で 0.03 以下, 280 ~ 400 nm で 0.01 以下である。

(2) 過酸化物 本品 20 g に, あらかじめ水 100 mL 及び希硫酸 25 mL を混和した液にヨウ化カリウム溶液 (1 → 10) 25 mL を加えた液を加える。これを密栓して振り混ぜた後, 15 分間暗所に放置する。この液を 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い, 補正する (0.0005 % 以下)。

2-プロパノール, ビタミン A 定量用 $(CH_3)_2CHOH$ [K 8839, 特級。ただし, 水を対照とし, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき, 波長 300 nm における吸光度は 0.05 以下, 波長 320 ~ 350 nm における吸光度は 0.01 以下である。必要ならば蒸留して精製する]

プロピオン酸 CH_3CH_2COOH 無色の液体である。

純度試験 溶状 本品 1.0 g をエタノール (95) 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.998 ~ 1.004

蒸留試験 (2.57) 139 ~ 143 °C, 95 vol% 以上。

プロピオン酸エチル $CH_3CH_2COOC_2H_5$ 無色澄明な液である。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.890 ~ 0.892

プロピオン酸ジヨサマイシン $C_{45}H_{73}NO_{16}$ [医薬品各条, 「ジヨサマイシンプロピオン酸エステル」]

プロピオン酸テストステロン $C_{22}H_{32}O_3$ [医薬品各条, 「テストステロンプロピオン酸エステル」]
 プロピオン酸ベクロメタゾン $C_{28}H_{37}ClO_7$ [医薬品各条, 「ベクロメタゾンプロピオン酸エステル」]
 プロピルアミン, イソ $(CH_3)_2CHNH_2$ 無色の液で, アミン
 ようの特異なおいがある。水, エタノール (95) 又はジエ
 チルエーテルと混和する。
 屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.374 ~ 1.376
 比重 (2.56) d_4^{20} : 0.685 ~ 0.690
 蒸留試験 (2.57) 31 ~ 33 °C, 95 vol% 以上。
 プロピルエーテル, イソ $(CH_3)_2CHOCH(CH_3)_2$ 無色澄明の
 液で, 特異なおいがある。水と混和しない。
 屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.368 ~ 1.369
 比重 (2.56) d_4^{20} : 0.723 ~ 0.725
 プロピルチオウラシル, 定量用 $C_7H_{10}N_2OS$ [医薬品各条,
 「プロピルチオウラシル」ただし, 乾燥したものを定量する
 とき, プロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) 99.0 % 以上を
 含むもの]
 プロピレングリコール $CH_3CH(OH)CH_2OH$ [K 8837, 特
 級]
 フロプロピオン [医薬品各条]
 フロプロピオン, 定量用 $C_9H_{10}O_4$ [医薬品各条, 「フロプロ
 ピオン」ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, フ
 ロプロピオン ($C_9H_{10}O_4$) 99.0 % 以上を含むもの]
 プロベネシド $C_{18}H_{18}NO_4S$ [医薬品各条]
 ブロムクレゾールグリン ブロムクレゾールグリン を見よ。
 ブロムクレゾールグリン・塩化メチルロザニリン試液 ブロモ
 クレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 を見よ。
 ブロムクレゾールグリン試液 ブロムクレゾールグリン試液
 を見よ。
 ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナト
 リウム試液 ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・
 酢酸・酢酸ナトリウム試液 を見よ。
 ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 ブロモクレ
 ザールグリン・水酸化ナトリウム試液 を見よ。
 ブロムクレゾールグリン・メチルレッド試液 ブロムクレゾ
 ールグリン・メチルレッド試液 を見よ。
 ブロムクレゾールパープル ブロムクレゾールパープル を見
 よ。
 ブロムクレゾールパープル試液 ブロムクレゾールパープル試
 液 を見よ。
 ブロムクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 ブロモク
 レゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 を見よ。
 ブロムクレゾールパープル・リン酸一水素カリウム・クエン酸
 試液 ブロムクレゾールパープル・リン酸一水素二カリウム・
 クエン酸試液 を見よ。
 N-ブロムサクシンイミド N-ブロモサクシンイミド を見よ。
 N-ブロムサクシンイミド試液 N-ブロモサクシンイミド試液
 を見よ。
 ブロモチモールブルー ブロモチモールブルー を見よ。
 ブロモチモールブルー試液 ブロモチモールブルー試液 を見
 よ。
 ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 ブロモチモー
 ルブルー・水酸化ナトリウム試液 を見よ。

ブロムフェノールブルー ブロモフェノールブルー を見よ。
 ブロムフェノールブルー試液 ブロモフェノールブルー試液
 を見よ。
 ブロムフェノールブルー試液, 希 ブロモフェノールブルー試
 液, 希 を見よ。
 ブロムフェノールブルー試液, pH 7.0 ブロモフェノールブ
 ルー試液, pH 7.0 を見よ。
 ブロムフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 ブロモ
 フェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 を見よ。
 ブロムワレリル尿素 $C_6H_{11}BrN_2O_2$ [医薬品各条, 「プロモバ
 レリル尿素」]
 ブロモクレゾールグリン $C_{21}H_{16}Br_2O_5S$ [K 8840, 特級]
 ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 ブロ
 モクレゾールグリン 0.3 g 及びクリスタルバイオレット 75
 mg をエタノール (95) 2 mL に溶かし, アセトンを加えて
 100 mL とする。
 ブロモクレゾールグリン試液 ブロモクレゾールグリン 0.05
 g をエタノール (95) 100 mL に溶かし, 必要ならばろ過
 する。
 ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液
 ブロモクレゾールグリン 50 mg に 0.1 mol/L 水酸化ナ
 トリウム液 0.72 mL 及びエタノール (95) を加えて溶かし,
 水を加えて 100 mL とする。
 ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナト
 リウム試液 ブロモクレゾールグリン 0.25 g に水 15 mL
 及び希水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え, 更に少量の
 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加え, 振り混ぜな
 がら溶かした後, pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を
 加えて 500 mL とする。この液 250 mL をジクロロメタン
 100 mL ずつで 2 回洗う。必要ならばろ過する。
 ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 ブロモクレ
 ザールグリン 0.2 g に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.8
 mL を加え, 乳鉢中で研和し, 水を加えて 200 mL とし,
 必要ならばろ過する。
 ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 ブロモクレゾ
 ールグリン 0.15 g 及びメチルレッド 0.1 g をエタノール
 (99.5) 180 mL に溶かし, 水を加えて 200 mL とする。
 ブロモクレゾールパープル $C_{21}H_{16}Br_2O_5S$ [K 8841, 特級]
 ブロモクレゾールパープル試液 ブロモクレゾールパープル
 0.05 g をエタノール (95) 100 mL に溶かし, 必要ならばろ
 過する。
 ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 ブロモク
 レゾールパープル 0.4 g に希水酸化ナトリウム試液 6.3 mL
 を加え, 乳鉢中で研和し, 水を加えて 250 mL とし, 必要
 ならばろ過する。
 ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸
 試液 ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液
 30 mL に pH 5.3 のリン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝
 液 30 mL を加え, クロロホルム 60 mL ずつで 3 回洗う。
 N-ブロモサクシンイミド $C_4H_6BrNO_2$ [K 9553, 特級]
 N-ブロモサクシンイミド試液 N-ブロモサクシンイミド 1 g
 を水 1000 mL に溶かす。
 ブロモチモールブルー $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$ [K 8842, 特級]
 ブロモチモールブルー試液 ブロモチモールブルー 0.1 g を

希エタノール 100 mL に溶かし、必要ならば過する。

プロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 プロモチモールブルーを粉末とし、その 0.2 g に希水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、更に少量の水を加え、50 °C の水浴中で振り混ぜながら溶かした後、水を加えて 100 mL とする。

プロモフェノールブルー $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$ [K 8844, 特級]

プロモフェノールブルー試液 プロモフェノールブルー 0.1 g を希エタノール 100 mL に溶かし、必要ならば過する。

プロモフェノールブルー試液, 希 プロモフェノールブルー 0.05 g をエタノール (99.5) 100 mL に溶かす。用時製する。

プロモフェノールブルー試液, pH 7.0 プロモフェノールブルー試液 10 mL にエタノール (95) 10 mL を加える。この液に薄めた希水酸化ナトリウム試液 (1 → 10) を加えて pH を 7.0 に調整する。

0.05 % プロモフェノールブルー試液 プロモフェノールブルー 0.01 g を水に溶かし、20 mL とする。

プロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 プロモフェノールブルー 0.1 g を pH 4.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液に溶かし、100 mL とする。

L-プロリン $C_5H_9NO_2$ [K 9107, 特級]

フロログルシノール二水和物 $C_6H_5(OH)_3 \cdot 2H_2O$ 白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。
融点 (2.60) 215 ~ 219 °C (乾燥後)。
乾燥減量 (2.41) 18.0 ~ 24.0 % (1 g, 105 °C, 1 時間)。

フロログルシン フロログルシノール二水和物 を見よ。

フロログルシン二水和物 フロログルシノール二水和物 を見よ。

分子量測定用低分子量ヘパリン 低分子量ヘパリン, 分子量測定用 を見よ。

分子量測定用マーカーたん白質 マーカーたん白質, 分子量測定用 を見よ。

分子量マーカー, テセロイキン用 リゾチーム, 大豆トリプシンインヒビター, 炭酸脱水酵素, 卵白アルブミン, ウシ血清アルブミン及びホスホリラーゼ b をそれぞれ 0.4 mg ずつ薄めたグリセリン (1 → 2) 200 μ L に溶かす。

噴霧用塩化 p-ニトロベンゼンジアゾニウム試液 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液, 噴霧用 を見よ。

噴霧用希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液 希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液, 噴霧用 を見よ。

噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液, 噴霧用 を見よ。

噴霧用 p-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液, 噴霧用 を見よ。

噴霧用ドラーゲンドルフ試液 ドラーゲンドルフ試液, 噴霧用 を見よ。

噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液, 噴霧用 を見よ。

噴霧用 p-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液, 噴霧用 を見よ。

分離ゲル, セルモロイキン用 pH 8.8 のトリス緩衝液中でアクリルアミド濃度 13.5 % 及びラウリル硫酸ナトリウム濃度 0.1 % となるようペルオキシ二硫酸アンモニウム及び N, N', N'-テトラメチルエチレンジアミンを用いて調製する。

ペオニフロリン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{23}H_{28}O_{11} \cdot nH_2O$

無色の粉末で、おいはない。水又はメタノールに溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。融点: 123 ~ 125 °C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 20 μ L につき、「シャクヤク」の確認試験 (2) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

ペオノール, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用ペオノール, ただし、次の試験に適合するもの。

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (274 nm): 853 ~ 934 (5 mg, メタノール, 1000 mL)。ただし、デシケーター (乾燥用塩化カルシウム) で 1 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 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 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 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ィー (2.01) 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、試料溶液のペオノール以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) のペオノールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は、「ボタンピ」の成分含量測定法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 10 μ L から得たペオノールのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液 (1) 10 μ L から得たペオノールのピーク高さがフルスケールの約 20 % 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ペオノールの保持時間の約 3 倍の範囲

ペオノール, 薄層クロマトグラフィー用 $C_9H_{10}O_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがある。メタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく、水に溶けにくい。融点: 約 50 °C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 10 μ L につき、「ボタンピ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

ヘキサクロロ白金 (IV) 酸試液 ヘキサクロロ白金 (IV) 酸六水和物 2.6 g を水に溶かし、20 mL とする (0.125 mol/L)。

ヘキサクロロ白金 (IV) 酸・ヨウ化カリウム試液 ヘキサクロロ白金 (IV) 酸試液 3 mL に水 97 mL 及びヨウ化カリウム溶液 (3 → 50) 100 mL を加える。用時製する。

ヘキサクロロ白金 (IV) 酸六水和物 $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ [K 8153, 特級]

ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ [K 8802, 特級]

ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム試液 ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 1 g を水に溶かし、10 mL とする。用時製する (0.25 mol/L)。

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム $K_3Fe(CN)_6$ [K 8801, 特級]

ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液 ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム 1 g を水に溶かし、10 mL とする。用時製する (0.3 mol/L)。

ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液, アルカリ性 ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム 1.65 g 及び無水炭酸ナトリウム 10.6 g を水に溶かし、1000 mL とする。遮光して保存する。
ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ 。[K 8347, 特級]

ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム試液 ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム 10 g を水に溶かして 50 mL とし、必要ならばろ過する。用時製する。

ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 白色の粒又は結晶性の粉末である。
確認試験 本品 1 g に水 100 mL を加え、加温して溶かした液 20 mL に、塩化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき、白い結晶性の沈殿を生じる。なお、沈殿生成を促すため、ガラス棒で試験管の内壁をこする。

ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム試液 ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム 2 g に水 100 mL を加え、約 5 分間煮沸した後、速やかに冷却する。この液に水酸化カリウム溶液 (3 → 20) 10 mL を加え、1 日放置した後、ろ過する。

ヘキサミン ヘキサメチレンテトラミン を見よ。

ヘキサメチレンテトラミン $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ [K 8847, 特級]

ヘキサメチレンテトラミン試液 プラスチック製医薬品容器試験法 (7.02) を見よ。

ヘキサン C_6H_{14} [K 8848, 特級]

ヘキサン, 液体クロマトグラフィー用 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$ 無色澄明の液で、エタノール (95)、クロロホルム、ジエチルエーテル又はベンゼンと混和する。沸点: 約 69 °C

純度試験

(1) 紫外吸収物質 本品につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸光度を測定するとき、波長 210 nm で 0.3 以下、250 ~ 400 nm で 0.01 以下である。

(2) 過酸化物質 あらかじめ水 100 mL 及び希硫酸 25 mL を混和した液にヨウ化カリウム溶液 (1 → 10) 25 mL 及び本品 20 g を加える。これを密栓して振り混ぜた後、15 分間暗所に放置する。この液をよく振り混ぜながら 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する (0.0005 % 以下)。

n-ヘキサン, 液体クロマトグラフィー用 ヘキサン, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

ヘキサン, 吸収スペクトル用 [K 8848, 特級] ただし、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸光度を測定するとき、波長 220 nm で 0.10 以下、260 nm で 0.02 以下である。また波長 260 ~ 350 nm において、吸収を認めない。

n-ヘキサン, 吸収スペクトル用 ヘキサン, 吸収スペクトル用 を見よ。

ヘキサン, 生薬純度試験用 [K 8848, 特級] ただし、ヘキサン 300.0 mL を量り、減圧、40 °C 以下で濃縮し、ヘキサンを加えて正確に 1 mL とし、試料溶液とする。別に γ -

BHC 2.0 mg をヘキサンに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 1 μL ずつを正確にとり、次の操作条件でガスクロマトグラフィー (2.02) 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、試料溶液の溶媒以外のピークの合計面積は、標準溶液 (1) の γ -BHC のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は、生薬試験法 (5.01) の純度試験 (2) の試験条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 1 μL から得た γ -BHC のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液 (1) 1 μL から得た γ -BHC のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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 γ -BHC の保持時間の約 3 倍の範囲

1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NaO}_3\text{S}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

乾燥減量 (2.41) 3.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、水 25 mL に溶かし、カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 (246 ~ 833 μm , H 型) 15 ~ 20 mL を内径約 11 mm, 高さ約 500 mm のクロマトグラフィー管に充てんしたカラムに入れ、1 分間 5 ~ 10 mL の速度で流す。次にカラムを水 50 mL ずつで 1 分間 5 ~ 10 mL の速度で 5 回洗う。洗液は先の流出液に合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 18.82 mg $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NaO}_3\text{S}$

ベザフィブラート, 定量用 $\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{ClNO}_4$ [医薬品各条, 「ベザフィブラート」ただし、乾燥したものを定量するとき、ベザフィブラート ($\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{ClNO}_4$) 99.0 % 以上を含むもの]
ヘスペリジン, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン。ただし、次の試験に適合するもの。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -100 ~ -120° (5 mg, メタノール, 50 mL, 100 mm)。ただし、デシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 2 mg をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 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 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、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、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のヘスペリジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のヘスペリジンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「補中益気湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する。
面積測定範囲: ヘスペリジンの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「補中益気湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する。

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たヘスペリジンのピーク面積が, 標準溶液 10 μ L から得たヘスペリジンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

ヘスペリジン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{28}H_{34}O_{15}$ 白色~淡褐色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく, 水にほとんど溶けない。融点: 約 245 $^{\circ}$ C (分解)。

吸光度(2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (284 nm): 310 ~ 340 (8 mg, メタノール, 500 mL)。ただし, デシケーター(シリカゲル)で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 2 mL に溶かした液 20 μ L につき, 「補中益気湯エキス」の確認試験(6)を準用し, 試験するとき, R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

ヘパリンナトリウム [医薬品各条]

ペプシン, 含糖 含糖ペプシン を見よ。

ヘプタン $CH_3(CH_2)_5CH_3$ [K 9701, 特級]

1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム $C_7H_{15}NaO_3S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

乾燥減量(2.41) 3.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 (425 ~ 600 μ m, H 型) 10 mL を内径 9 mm, 高さ 160 mm のクロマトグラフィー管に充てんしたカラムに入れ, 1 分間約 4 mL の速度で流す。次にカラムを水 150 mL を用いて 1 分間約 4 mL の速度で洗う。洗液は先の流出液に合わせ, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬: プロモチモールブルー試液 10 滴)。ただし, 滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 20.23 mg $C_7H_{15}NaO_3S$

ペプトン 微生物試験用に製造したもの。

ペプトン, カゼイン製 灰黄色の粉末で, 特異なおいがあるが腐敗臭はない。水に溶けるが, エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けない。

乾燥減量(2.41) 7 % 以下 (0.5 g, 105 $^{\circ}$ C, 恒量)。

強熱残分(2.44) 15 % 以下 (0.5 g)。

消化度 本品 1 g を水 10 mL に溶かし, 試料溶液とし, 次の試験を行う。

(1) 試料溶液 1 mL をとり, 希エタノール 10 mL

に酢酸(100) 1 mL を加えた液 0.5 mL を層積するとき, 境界面に輪帯又は沈殿を生じない。また, この液を振り混ぜるとき混濁しない。

(2) 試料溶液 1 mL に硫酸亜鉛七水和物飽和溶液 4 mL を加えるとき, 少量の沈殿を生じる(プロテオース)。

(3) (2)の混液をろ過し, ろ液 1 mL に水 3 mL 及び臭素試液 4 滴を加えるとき, 液は赤紫色を呈する。窒素含量(1.08) 10 % 以上 (105 $^{\circ}$ C, 恒量, 乾燥後)。

ペプトン, ゼラチン製 微生物試験用に製造したもの。

ペプトン, ダイズ製 微生物試験用に製造したもの。

ペプトン, 肉製 微生物試験用に製造したもの。

ヘベス緩衝液, pH 7.5 *N*-2-ヒドロキシエチルピペラジン-

N'-2-エタンスルホン酸 2.38 g を水 90 mL に溶かし, 5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.5 に調整した後, 水を加えて 100 mL とする。

ベヘン酸メチル $C_{28}H_{46}O_2$ 白色のリン片状結晶又は粉末で, におい及び味はない。アセトン, クロロホルム又はジエチルエーテルに溶ける。

融点(2.60) 54 $^{\circ}$ C

けん化価 155.5 ~ 158.5

ヘマトキシリン $C_{16}H_{14}O_6 \cdot nH_2O$ 白色又は淡黄色~帯褐色の結晶又は結晶性粉末で, 温水又はエタノール(95)にやや溶けやすく, 冷水に溶けにくい。

強熱残分(2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

ヘマトキシリン試液 ヘマトキシリン 1 g をエタノール(99.5) 12 mL に溶かす。別に硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 20 g を温湯 200 mL に溶かし, 冷後, ろ過する。両液を調製 24 時間後に合わせ, 広口瓶に入れ, 開栓のまま 8 時間放置後, ろ過する。

ヘリウム He 99.995 vol% 以上。

ベルオキシダーゼ 西洋ワサビから得たもので, 赤褐色の粉末である。

本品は水に溶けやすい。本品 1 mg は約 250 単位を含む。ただし, 本品の 1 単位はピロガロールと過酸化水素を基質にして, pH 6.0, 20 $^{\circ}$ C において 20 秒に 1 mg のプルプロガリンを生成する酵素量とする。

ベルオキシダーゼ測定用基質液 過酸化水素(30) 0.195 mL, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 8.38 g 及びクエン酸一水和物 1.41 g を水に溶かし, 300 mL とする。用時, この液 15 mL に *o*-フェニレンジアミン二塩酸塩 13 mg を溶かす。

ベルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' 試液 大腸菌由来たん白質基準品(たん白質として約 1 mg 相当量) 1 容量とフロイントの完全アジュバント 1 容量を混合してウサギの背部皮下及び大腿筋肉内へ 2 週間隔で 5 回免疫し, 最終免疫後 10 日目に採血し, ウサギ抗血清を得る。大腸菌由来たん白質基準品をアガロースゲルに結合させた固定化大腸菌由来たん白質カラムを調製し, アフィニティーカラムクロマトグラフィーにより精製を行って得たウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体をペプシン消化により F(ab')₂ とし, 更に, 2-アミノエタンチオール塩酸塩と反応させてウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' とする。

一方, 西洋ワサビベルオキシダーゼを 4-(マレイミドメチ

ル)シクロヘキシルカルボン酸-*N*-ヒドロキシコハク酸イミドエステルと反応させてマレイミド化ペルオキシダーゼとする。ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' とマレイミド化ペルオキシダーゼを 4°C で混合することによりカップリング反応を行い、ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' を調製する。ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' の一定量を取り、ウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液を加え、定量性のある良好な検量線が得られる濃度に希釈したもの。

性状 無色澄明の液

確認試験 本品 100 μL を平底マイクロテストプレートにとり、セルモロイキン用基質緩衝液 100 μL を加えるとき、直ちに暗紫色を呈し、徐々に黄赤色に変化する。

ペルオキシダーゼ標識抗体原液 ペルオキシダーゼを結合させた抗体フラグメント (Fab) を含む 1 w/v% ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液。

ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン 西洋ワサビ由来ペルオキシダーゼを結合したブラジキニンを pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かした、無色～淡褐色澄明の液である。

ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン試液 ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン 0.08 mL、四ホウ酸ナトリウム十水和物 8 mg、ウシ血清アルブミン 8 mg 及び pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液 0.8 mL に水を加えて 8 mL とした溶液の凍結乾燥品に、水 8 mL を加えて溶かす。用時製する。

ペルオキシ二硫酸アンモニウム (NH₄)₂S₂O₈ [K 8252, 特級]

10% ペルオキシ二硫酸アンモニウム試液 ペルオキシ二硫酸アンモニウム 1 g を水に溶かし、10 mL とする。

ペルオキシ二硫酸カリウム K₂S₂O₈ [K 8253, 特級]

ベルゲニン, 薄層クロマトグラフィー用 C₁₄H₁₆O₉・*n*H₂O 白色の結晶又は結晶性の粉末である。エタノール (95) に溶けやすく、水にやや溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けない。

融点 (2.60) 131 ~ 133°C, 234 ~ 236°C (二重融点)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に正確に溶かした液 20 μL につき、「アカメガシワ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

ベンザルファタリド C₁₅H₁₀O₂ 本品は黄色の結晶性の粉末である。融点: 99 ~ 102°C

ベンジルアルコール C₆H₅CH₂OH [K 8854, 特級]

p-ベンジルフェノール C₆H₅CH₂C₆H₄OH 白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 80 ~ 85°C

ベンジルペニシリンカリウム C₁₆H₁₇KN₂O₄S [医薬品各条]

ベンジルペニシリンベンザチン C₄₈H₆₄N₆O₁₂S₂ [医薬品各条, 「ベンジルペニシリンベンザチン水和物」]

ベンズアルデヒド C₆H₅CHO [K 8857, 特級]

ベンゼン C₆H₆ [K 8858, 特級]

N-α-ベンゾイル-L-アルギニンエチル塩酸塩

C₁₅H₂₂N₄O₃・HCl 白色の結晶又は結晶性の粉末で、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。

融点 (2.60) 129 ~ 133°C

旋光度 (2.49) [α]_D²⁰: -15.5 ~ -17.0° (2.5 g, 水, 50

mL, 100 mm)。

溶状 本品 0.10 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

類縁物質 本品 0.10 g をとり、水 6 mL に溶かし、塩酸 4 mL を加え、沸騰水浴中で 5 分間加熱分解し、試料溶液とする。この液につき、ろ紙クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液 5 μL をろ紙上にスポットする。次に水/酢酸 (100)/1-ブタノール混液 (5:4:1) を展開溶媒とし、約 30 cm 展開した後、ろ紙を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 → 50) を均等に噴霧した後、90°C で 10 分間加熱するとき、紫色の単一のスポットを認める。

含量 99.0% 以上。定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、必要ならば 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和し、ジクロロフルオレセイン試液 4 滴を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定 (2.50) する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 34.28 mg C₁₅H₂₂N₄O₃・HCl

N-α-ベンゾイル-L-アルギニンエチル試液 *N*-α-ベンゾイル-L-アルギニンエチル塩酸塩 0.07 g に新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。

N-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド塩酸塩

C₁₉H₂₂N₆O₄・HCl 淡黄色の結晶性粉末である。

旋光度 (2.49) [α]_D²⁰: +45.5 ~ +48.0° (乾燥後, 0.5 g,

N,N-ジメチルホルムアミド, 25 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 0.20 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (4:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素で発色するとき、単一のスポットを認める。

N-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液

N-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド塩酸塩 0.1 g を水に溶かし、100 mL とする。

N-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グルタミル(γ-OR)-グリシル-L-アルギニル-*p*-ニトロアニリド塩酸塩 R が H の成分と CH₃ の成分の等量混合物であり、白色の粉末で、水に溶けにくい。

吸光度 (2.24) E_{1cm}^{1%} (316 nm): 166 ~ 184 (10 mg, 水, 300 mL)。

ベンズイン C₆H₅CH(OH)COC₆H₅ 本品は白色～微黄色の結晶又は粉末である。

融点 (2.60) 132 ~ 137°C

p-ベンゾキノン C₆H₄O₂ 黄色～黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で、刺激性のにおいがある。エタノール (95) 又はジエチルエーテルにやや溶けやすく、水に溶けにくい。本品は光により徐々に黒褐色に変化する。

融点 (2.60) 111 ~ 116°C

含量 98.0% 以上。定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 25 mL 及び薄めた硫酸 (1 → 15) 25 mL を正確に加え、ヨウ化カリウム 3 g を加えて振り混ぜて溶かし、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定

(2.50) する (指示薬: デンプン試液 3 mL). 同様の方法で空試験を行う.

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 5.405 mg $C_6H_4O_2$

p-ベンゾキノン試液 p-ベンゾキノン 1 g を酢酸 (100) 5 mL に溶かし, エタノール (95) を加えて 100 mL とする. ベンゾフェノン $C_6H_5COC_6H_5$. 無色の結晶で, 特異なにおいがある.

融点 (2.60) 48 ~ 50 °C

ペンタシアノアンミン鉄 (II) 酸ナトリウム n 水和物

$Na_3[Fe(CN)_5NH_2] \cdot nH_2O$ [K 8689, 1 級]

ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物 1 g を水に溶かし, 20 mL とする. 用時製する.

ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物

$Na_2[Fe(CN)_5(NO)] \cdot 2H_2O$ [K 8722, 特級]

ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物溶液 (1 → 10), ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム溶液 (1 → 10) 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) を等量ずつ混和し, 30 分間放置し, 液の色が暗赤色から黄色に変わった後, 使用する. 用時製する.

ペンタン $CH_3(CH_2)_3CH_3$ 無色澄明の液体である.

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.620 ~ 0.630

蒸留試験 (2.57) 35.5 ~ 37 °C, 98 vol% 以上.

I-ペンタンスルホン酸ナトリウム $C_5H_{11}NaO_3S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である. 水に溶けやすく, アセトニトリルにほとんど溶けない.

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である.

水分 (2.48) 3.0 % 以下 (0.2 g).

含量 換算した脱水物に対し, 99.0 % 以上. 定量法 本品約 0.3 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, カラム (425 ~ 600 μm のカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 (H型) 10 mL を内径約 9 mm, 高さ約 160 mm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの) に入れ, 1 分間約 4 mL の速度で流出する. 次に水 50 mL を用いて 1 分間約 4 mL の速度でカラムを洗い, 更に水 100 mL で同様にしてカラムを洗う. 洗液は先の流出液に合わせ, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: プロモチモールブルー試液 10 滴). ただし, 滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする.

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 17.42 mg $C_5H_{11}NaO_3S$

変法チオグリコール酸培地 無菌試験法 (4.06) 変法チオグリコール酸培地 を見よ.

崩壊試験第 1 液 溶出試験第 1 液 を見よ.

崩壊試験第 2 液 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 250 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 118 mL 及び水を加えて 1000 mL とする. この液は無色澄明で, その pH は約 6.8 である.

ホウ砂 四ホウ酸ナトリウム十水和物 を見よ.

ホウ酸 H_3BO_3 [K 8863, ほう酸, 特級]

ホウ酸塩・塩酸緩衝液, pH 9.0 ホウ酸ナトリウム 19.0 g を水 900 mL に溶かし, 1 mol/L 塩酸試液を加えて pH を正確に 9.0 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする.

0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液, 緩衝液用 ホウ酸 12.376 g 及び塩化カリウム 14.911 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液, pH 9.0 緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 21.30 mL 及び水を加えて 200 mL とする.

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液, pH 9.2 緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 26.70 mL 及び水を加えて 200 mL とする.

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液, pH 9.6 緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 36.85 mL 及び水を加えて 200 mL とする.

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液, pH 10.0 緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 43.90 mL 及び水を加えて 200 mL とする.

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液, pH 8.4 ホウ酸 24.736 g を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に溶かし, 正確に 1000 mL とする.

ホウ酸ナトリウム 四ホウ酸ナトリウム十水和物 を見よ.

ホウ酸ナトリウム, pH 測定用 四ホウ酸ナトリウム十水和物, pH 測定用 を見よ.

ホウ酸・メタノール緩衝液 ホウ酸 2.1 g を正確に量り, 水酸化ナトリウム試液 28 mL に溶かし, 水を加えて正確に 100 mL とする. この液 1 容量とメタノール 1 容量を混和し, 振り混ぜる.

抱水クロラル $CCl_3CH(OH)_2$ [医薬品各条]

抱水クロラル試液 抱水クロラル 5 g を水 3 mL に溶かす.

抱水ヒドラジン ヒドラジン一水和物 を見よ.

飽和ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム試液, 飽和 を見よ. **ボグリボース, 定量用** $C_{10}H_{21}NO_7$ [医薬品各条, 「ボグリボース」]

ホスフィン酸 H_3PO_2 [K 8440, 1 級]

ポテトエキス 微生物試験用に製造したもの.

ホノキオール $C_{15}H_{18}O_2 \cdot xH_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない.

純度試験 本品 1 mg を量り, 移動相に溶かして 10 mL とし, 試料溶液とする. この液 10 μL につき, 「コウボク」の成分含量測定法を準用し, 液体クロマトグラフィー (2.01) によりマグノロールの保持時間の 2 倍まで試験を行う. 試料溶液のホノキオール以外のピークの合計面積は, 溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない.

ポリアルキレングリコール, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

ポリアルキレングリコールモノエーテル, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

ポリエチレングリコールエステル化物、ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリエチレングリコール 400, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリエチレングリコール 600, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリエチレングリコール 1500, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリエチレングリコール 6000, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリエチレングリコール 15000-ジエポキシド, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリエチレングリコール 20 M, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル

$C_{12}H_{25}(OCH_2CH_2)_nOH$ 本品は白色の塊である。融点: 約 40 °C

ポリオキシエチレン (40) オクチルフェニルエーテル オクチルフェノールに酸化エチレンを付加重合して得られる。無色又は白色~微黄色の液, ワセリン様又はろう状の物質で, わずかに特異なおいがある。

溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は透明である。

比重 (2.56) d_4^{25} : 1.10 ~ 1.11

pH (2.54) 7.0 ~ 9.5 (5 w/v%, 25 °C)。

ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 60 ヒマシ油に水素を添加して得た硬化油に, 酸化エチレンを付加重合させて得た非イオン性界面活性剤で, 酸化エチレンの平均付加モル数は約 60 である。白色~微黄色のワセリンよう又はろうよりの物質で, わずかに特異なおいがあり, 味はやや苦い。酢酸エチル又はクロロホルムに極めて溶けやすく, エタノール (95) に溶けやすく, 水に溶けにくく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 10 mL 及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ, 更にクロロホルム 5 mL を加え, 振り混ぜて放置するとき, クロロホルム層は青色を呈する。

(2) 本品 0.2 g に硫酸水素カリウム 0.5 g を加えて加熱するとき, アクロレインよりの刺激臭を発する。

(3) 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ, 臭素試液 5 滴を加えるとき, 試液の色は消えない。

凝固点 (2.42) 30 ~ 34 °C

pH (2.54) 本品 1.0 g に水 20 mL を加え, 加温して溶かした液の pH は 3.6 ~ 6.0 である。

酸価 (1.13) 1.0 以下。

けん化価 (1.13) 41 ~ 51

水酸基価 (1.13) 39 ~ 49

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をエタノール (95) 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

(2) 重金属 (1.07) 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 (1.11) 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 試験を行う (2 ppm 以下)。

水分 (2.48) 2.0 % 以下 (1 g)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

貯法 気密容器。

ポリソルベート 20 主としてモノラウリン酸ソルビタンに酸化エチレンを付加重合して得られる。微黄色~黄色の液で, わずかに特異なおいがある。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え, 5 分間煮沸した後, 希塩酸を加えて酸性にすると, 油分を分離する。

(2) 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ, 臭素試液 5 滴を加えるとき, 試液の赤色は, 消えない。

(3) 本品 5 g をとり, けん化価測定法に準じてけん化した後, エタノールを十分に留去する。これを水 50 mL に溶かした後, 塩酸酸性 (メチルオレンジ) とし, ジエチルエーテル 30 mL で 2 回抽出する。ジエチルエーテル層を合わせ, 水 20 mL ずつで洗液が中性となるまで洗った後, 水浴上でジエチルエーテルを留去し, 残留物の酸価を測定するとき 275 ~ 285 である。ただし, けん化には 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を用いる。

酸価 (1.13) 4.0 以下。

けん化価 (1.13) 43 ~ 55

乾燥減量 (2.41) 3.0 % 以下 (5 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分 本品約 3 g を精密に量り, 初めは弱く加熱し, 徐々に赤熱 (800 ~ 1200 °C) して完全に灰化する。炭化物が残るときは, 熱湯を加えて浸出し, 定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し, 残留物をろ紙と共に赤熱する。これにろ液を加えた後, 蒸発乾固し, 炭化物がなくなるまで注意しながら赤熱する。なお, 炭化物が残るときは, エタノール (95) 15 mL を加え, ガラス棒で炭化物を砕き, エタノールを燃焼させ, 更に注意しながら赤熱する。これをデシケーター (シリカゲル) 中で放冷した後, 質量を精密に量るとき, 残分は 1.0 % 以下である。

ポリソルベート 80 [医薬品各条]

ポリビニルアルコール (-CH₂CHOH-)_n [K 9550, 特級]

ポリビニルアルコール I 無色~白色若しくは微黄色の粒又は粉末で, においはないか, 又はわずかに酢酸臭があり, 味はない。エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。本品に水を加えて加熱するとき, 澄明な粘性の液となる。本品は吸湿性である。

粘度 (2.53) 25.0 ~ 31.0 mm²/s 本品を乾燥し, その 4.000 g を量り, 水 95 mL を加え, 30 分間放置した後, 冷却器を付け水浴上で 2 時間かき混ぜながら加熱して溶かす。冷後, 水を加えて 100.0 g とし, 混和する。静置して泡を除き, 20 ± 0.1 °C で粘度測定法第 1 法によって試験を行う。

pH (2.54) 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 8.0 である。

溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に加え, よくかき混ぜて分散させた後, 60 ~ 80 °C で 2 時間加温し, 冷却するとき, 液は無色澄明である。

けん化度 98.0 ~ 99.0 mol% 本品を乾燥し、その約 3.0 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 100 mL を加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え、密栓して 2 時間放置する。次に 0.05 mol/L 硫酸 30 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。ただし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量が 25 mL 以上の場合は、試料約 2.0 g をとる。

$$\text{けん化度 (mol\%)} = 100 - \frac{44.054}{60.05 - 0.42A}$$

$$A = \frac{0.6005 \times (a - b)f}{\text{試料の秤取量 (g)}}$$

a : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

b : 空試験における 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

f : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

ポリビニルアルコール II 無色～白色若しくは微黄色の粒又は粉末で、においはないか、又はわずかに酢酸臭があり、味はない。エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。本品に水を加えて加温するとき、澄明な粘性の液となる。本品は吸湿性である。

粘度 (2.53) 4.6 ~ 5.4 mm²/s 本品を乾燥し、その 4.000 g を量り、水 95 mL を加え、30 分間放置した後、60 ~ 80 °C で 2 時間かき混ぜて溶かす。冷後、水を加えて 100.0 g とし、混和する。静置して泡を除き、20 ± 0.1 °C で粘度測定法第 1 法によって試験を行う。

pH (2.54) 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 8.0 である。

溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に加え、よくかき混ぜて分散させた後、水浴上で 2 時間加熱し、冷却するとき、液は無色澄明である。

けん化度 86.5 ~ 89.5 mol% 本品を乾燥し、その約 2.0 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 100 mL を加え、2 時間かき混ぜながら加温する。冷後、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え、密栓して 2 時間放置する。次に 0.25 mol/L 硫酸 30 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\text{けん化度 (mol\%)} = 100 - \frac{44.054}{60.05 - 0.42A}$$

$$A = \frac{3.0025 \times (a - b)f}{\text{試料の秤取量 (g)}}$$

a : 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

b : 空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

f : 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

ポリビニルアルコール試液 ポリビニルアルコール 0.50 g を

正確に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。

ホルマリン ホルムアルデヒド液 を見よ。

ホルマリン試液 ホルムアルデヒド液試液 を見よ。

ホルマリン・硫酸試液 ホルムアルデヒド液・硫酸試液 を見よ。

2-ホルミル安息香酸 $\text{CHOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$ 本品は白色の結晶である。融点：97 ~ 99 °C

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し (減圧、酸化リン (V)、3 時間)、その約 0.3 g を精密に量り、新たに煮沸し、冷却した水 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬：フェノールレッド試液 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 15.01 mg $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_3$

ホルムアミド HCONH_2 [K 8873, 特級]

ホルムアミド、水分測定用 HCONH_2 [K 8873, 特級、ただし、本品 1 g 中の水分は 1 mg 以下とする]

ホルムアルデヒド液 HCHO [K 8872, 特級]

ホルムアルデヒド液試液 ホルムアルデヒド液 0.5 mL に水を加えて 100 mL とする。

ホルムアルデヒド液・硫酸試液 ホルムアルデヒド液 1 滴を硫酸 1 mL に加える。用時製する。

マイクロプレート ポリスチレン製のプレートで、1 枚に内径 7 (上端) ~ 6.4 (下端) mm、深さ 11.3 mm で、底面の平らな逆円錐台形のウェル 96 個を有するもの。

マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液、マイクロプレート洗浄用 を見よ。

前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル アミノプロピルシリル化シリカゲル、前処理用 を見よ。

前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル、前処理用 を見よ。

マーカーたん白質、セルモロイキン分子量測定用 分子量既知のマーカーたん白質で、分子量測定用に調整したもの [6 成分：ホスホリラーゼ b、ウシ血清アルブミン、オボアルブミン、炭酸脱水酵素、大豆トリブシンインヒビター、リゾチーム] 10 μL に 1 mL 当たり 2 mg を含むよう調製したチトクロム c を 10 μL 加え、セルモロイキン用試料用緩衝液で 10 倍に薄める。

確認試験 本品を試料溶液とする。別に、1 mL 当たりチトクロム c をたん白質含量として 100 μg を含む液となるように注射用蒸留水を加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつにつき、「セルモロイキン (遺伝子組換え)」の確認試験 (3) の試験条件で SDS-ポリアクリルアミドゲル電気泳動を行うとき、試料溶液は 7 個の主泳動帯を示す。更に、試料溶液のチトクロム c は、標準溶液から得た泳動帯の移動度に一致する。

マグネシア試液 塩化マグネシウム六水和物 5.5 g 及び塩化アンモニウム 7 g を水 65 mL に溶かし、アンモニア試液 35 mL を加え、瓶に入れて密栓し数日間放置してろ過する。液が澄明でないときは使用前にろ過する。

マグネシウム Mg [K 8875, 特級]

マグネシウム粉末 Mg [K 8876, 特級]

マグネシウム末 マグネシウム粉末 を見よ。

マグネソン [K 8879, 特級]

マグネソン試液 マグネソン 0.1 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 100 mL に溶かす。

マグノロール, 成分含量測定用 $C_{18}H_{16}O_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。メタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく, 水にほとんど溶けない。融点: 約 102 °C

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1cm}$ (290 nm): 270 ~ 293 (0.01 g, メタノール, 500 mL)。ただし, デシケーター (シリカゲル) で 1 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 1.0 mg をとり, メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液につき, 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。この液 10 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン/酢酸 (100) 混液 (20:15:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

(2) 本品 5.0 mg を移動相 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 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 ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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, 試料溶液のマグノロール以外のピークの合計面積は標準溶液のマグノロールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は, 「コウボク」の成分含量測定法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たマグノロールのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また, 標準溶液 10 μ L から得たマグノロールのピーク高さがフルスケールの約 20 % 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マグノロールの保持時間の約 3 倍の範囲

マクロゴール 600 $HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$, $n = 11 \sim 13$ 無色澄明の粘性の液又は白色ワセリンのような固体で, わずかに特異なにおいがある。水, エタノール (95), アセトン又はマクロゴール 400 に極めて溶けやすく, ジエチルエーテルにやや溶けやすく, 石油ベンジンにほとんど溶けない。凝固点: 18 ~ 23 °C

平均分子量: 「マクロゴール 400」の平均分子量試験を準用し, 試験を行うとき, 平均分子量は 570 ~ 630 である。

麻酔用エーテル エーテル, 麻酔用 を見よ。

マラカイトグリーン マラカイトグリーンシュウ酸塩 を見よ。

マラカイトグリーンシュウ酸塩 $C_{32}H_{54}N_4O_{12}$ [K 8878, マラカイトグリーン (しゅう酸塩), 特級]

マルトース マルトース水和物 を見よ。

マルトース水和物 $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$ [医薬品各条]

4-(マレイミドメチル)シクロヘキシルカルボン酸-*N*-ヒドロキシコハク酸イミドエステル $C_{16}H_{18}N_2O_6$ 無色結晶, 酸及

びアルカリにより分解される。

マレイン酸 $C_4H_4O_4$ [K 8884, 特級]

マレイン酸クロルフェニラミン $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ [医薬品各条, 「クロルフェニラミンマレイン酸塩」]

マレイン酸ペルフェナジン, 定量用 $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ [医薬品各条, 「ペルフェナジンマレイン酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ペルフェナジンマレイン酸塩 ($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

マレイン酸メチルエルゴメトリン, 定量用

$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ [医薬品各条, 「メチルエルゴメトリンマレイン酸塩」]. ただし, 乾燥したものを定量するとき, メチルエルゴメトリンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

マロン酸ジメチル $C_5H_8O_4$ 無色~微黄色澄明な液体。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.152 ~ 1.162

水分 (2.48) 0.3 % 以下。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下。

D-マンニトール $C_6H_{14}O_6$ [医薬品各条]

D-マンノース $C_6H_{12}O_6$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 水に極めて溶けやすい。融点: 約 132 °C (分解)。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +13.7 ~ +14.7° (4 g, 薄めたアンモニア試液 (1 → 200), 20 mL, 100 mm)。

ミオグロビン ウマ心筋より得られたへムたん白質で, 白色の結晶性粉末であり, ミオグロビンは総たん白質の 95 % 以上である。

ミツロウ [医薬品各条]

ミスチン酸イソプロピル $C_{17}H_{34}O_2$ 無色澄明の油状液体で, においはない。約 5 °C で凝固する。90 % アルコールに溶け, 多くの有機溶媒及び固形油に混じりやすく, 水, グリセリン及びプロピレングリコールには溶けない。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.432 ~ 1.436

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 0.846 ~ 0.854

けん化価 (1.13) 202 ~ 212

酸価 (1.13) 1 以下。

ヨウ素価 (1.13) 1 以下。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

ミスチン酸イソプロピル, 無菌試験用 $C_{17}H_{34}O_2$ ミスチン酸イソプロピル 100 mL を遠心沈殿管に入れ, 2 回蒸留した水 100 mL を加え, 10 分間激しく振り混ぜる。次に毎分 1800 回転で 20 分間遠心分離し, 上澄液 (ミスチン酸イソプロピル層) を分取する。残りの水層の pH が 5.5 以上のとき, 上澄液を次のように処理する。20 mm × 20 cm のガラス製カラムに活性アルミナを 15 cm の高さまで入れ, このカラムに pH 試験に適合したミスチン酸イソプロピル 500 mL を通す。この際, その通過を適度に保つためにわずかに陽圧にして流した後, 更にそのミスチン酸イソプロピルをろ過滅菌により製する。

無アルデヒドエタノール エタノール, 無アルデヒド を見よ。無菌試験用チオグリコール酸培地 I 液状チオグリコール酸培地 を見よ。

無菌試験用チオグリコール酸培地 II 変法チオグリコール酸培地 を見よ。

無菌試験用ブドウ糖・ペプトン培地 ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 を見よ。

無菌試験用ミリスチン酸イソプロピル ミリスチリン酸イソプロピル, 無菌試験用 を見よ。

無水亜硫酸ナトリウム 亜硫酸ナトリウム, 無水 を見よ。

無水エタノール エタノール (99.5) を見よ。

無水エーテル ジエチルエーテル, 無水 を見よ。

無水塩化第二鉄・ピリジン試液 塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液, 無水 を見よ。

無水塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液 塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液, 無水 を見よ。

無水カフェイン カフェイン, 無水 を見よ。

無水コハク酸 $C_4H_6O_3$ 白色～微黄白色の結晶又はフレーク状で, においはない, 水にやや溶けやすく, 熱湯に溶けやすく, エタノール (95) にやや溶けにくい。

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 0.005 % 以下。

(2) 鉄 (1.10) 0.001 % 以下。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 1 g を精密に量り, 水 50 mL を加え, 加温して溶かす。冷後, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で適定 (2.50) する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 50.04 mg $C_4H_6O_3$

無水酢酸 $(CH_3CO)_2O$ [K 8886, 特級]

無水酢酸ナトリウム 酢酸ナトリウム, 無水 を見よ。

無水酢酸・ピリジン試液 無水酢酸 25 g を 100 mL のメスフラスコに入れ, ピリジンを加えて 100 mL とする。よく混ぜ, 外気に触れないようにして, 遮光して保存する。この液は保存中に着色すが使用に差し支えない。

無水ジエチルエーテル ジエチルエーテル, 無水 を見よ。

無水炭酸カリウム 炭酸カリウム を見よ。

無水炭酸ナトリウム 炭酸ナトリウム, 無水 を見よ。

無水トリフルオロ酢酸, ガスクロマトグラフィー用 $(CF_3CO)_2O$ 無色澄明の刺激臭のある液体である。

沸点 (2.57) 40 ~ 45 °C

無水乳糖 $C_{12}H_{22}O_{11}$ [医薬品各条]

無水ヒドラジン, アミノ酸分析用 アミノ酸分析用に製造したもの。

無水ピリジン ピリジン, 無水 を見よ。

無水フタル酸 $C_8H_6O_3$ [K 8887, 特級]

無水メタノール メタノール, 無水 を見よ。

無水硫酸銅 硫酸銅(Ⅱ) を見よ。

無水硫酸ナトリウム 硫酸ナトリウム, 無水 を見よ。

無水リン酸一水素ナトリウム リン酸水素二ナトリウム, 無水 を見よ。

無水リン酸水素二ナトリウム リン酸水素二ナトリウム, 無水 を見よ。

無水リン酸一水素ナトリウム, pH 測定用 リン酸水素二ナトリウム, pH 測定用 を見よ。

無水リン酸二水素ナトリウム リン酸二水素ナトリウム, 無水 を見よ。

無ヒ素亜鉛 亜鉛, ヒ素分析用 を見よ。

ムレキシド $C_8H_8N_2O_6$ 赤紫色の粉末で, 水, エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

純度試験 溶状 本品 10 mg を水 100 mL に溶かすとき, 液は澄明である。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

鋭敏度 本品 10 mg を pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL 及び水を加えて溶かし, 100 mL とし, 試料溶液とする。別に, 薄めたカルシウム標準液 (1 → 10) 5 mL に pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL 及び水を加えて 25 mL とし, 水酸化ナトリウム試液で pH 11.3 に調整する。この液に試料溶液 2 mL を加え, 水を加えて 50 mL とするとき, 液の色は赤紫色を呈する。

ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 ムレキシド 0.1 g と塩化ナトリウム 10 g を混ぜ, 均質になるまですりつぶして製する。

貯法 遮光して保存する。

メグルミン $C_7H_{17}NO_5$ [医薬品各条]

メサコニチン, 純度試験用 $C_{33}H_{45}NO_{11}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリル又はエタノール (99.5) に溶けにくく, ジエチルエーテルに極めて溶けにくく, 水にほとんど溶けない。融点: 約 190 °C (分解)。

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3510 cm^{-1} , 1713 cm^{-1} , 1277 cm^{-1} , 1116 cm^{-1} , 1098 cm^{-1} 及び 717 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (230 nm): 211 ~ 247 (5 mg, エタノール (99.5), 200 mL)。ただし, デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン(V), 40 °C) で 12 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを, 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

(2) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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, 溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のメサコニチン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のメサコニチンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する。

移動相: ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (9:1)

流量: メサコニチンの保持時間が約 19 分になるように調整する。

面積測定範囲：メサコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たメサコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μ L から得たメサコニチンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能：純度試験用アコニチン、純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 1 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 8 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒパコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メサコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

水分 (2.48) 1.0 % 以下 (5 mg, 電量滴定法)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40 $^{\circ}$ C) で 12 時間以上乾燥したもの。

メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_2O_3S$ 本品は微帯黄白色の粉末で, メタノール, エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすく, 水にやや溶けにくい。融点: 約 190 $^{\circ}$ C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 6 mg をとり, クロロホルム/メタノール混液 (9:1) 100 mL を正確に加えて溶かした液 5 μ L につき, 「ジヒドロエルゴトキシニンメシル酸塩」の純度試験 (3) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

メシル酸ベタヒスチン $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_2O_3S$ [医薬品各条, 「ベタヒスチンメシル酸塩」]

メシル酸ベタヒスチン, 定量用 $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_2O_3S$ [医薬品各条, 「ベタヒスチンメシル酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ベタヒスチンメシル酸塩 ($C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_2O_3S$) 99.0 % 以上を含むもの]

メタクレゾールパープル $C_{21}H_{18}O_5S$ [K 8889, 特級]

メタクレゾールパープル試液 メタクレゾールパープル 0.10 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 13 mL に溶かし, 水を加えて 100 mL とする。

メタ重亜硫酸ナトリウム 二亜硫酸ナトリウム を見よ。

メタ重亜硫酸ナトリウム試液 二亜硫酸ナトリウム試液 を見よ。

メタニルイエロー $C_{18}H_{14}N_2NaO_3S$ 黄褐色の粉末で, 水にやや溶けにくく, エタノール (95) 又は *N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けにくい。

メタニルイエロー試液 メタニルイエロー 0.1 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 200 mL に溶かす。

メタノール CH_3OH [K 8891, 特級]

メタノール, 液体クロマトグラフィー用 CH_3OH 無色澄明の液で, 水と混和する。

純度試験 紫外吸収物質 本品につき, 水を対照とし, 紫

外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき, 波長 210 nm, 220 nm, 230 nm, 240 nm 及び 254 nm における吸光度はそれぞれ 0.70, 0.30, 0.15, 0.07 及び 0.02 以下である。

メタノール, 水分測定用 水分測定法 (2.48) を見よ。

メタノール, 精製 メタノールを新たに蒸留する。

メタノール不含エタノール エタノール (95), メタノール不含 を見よ。

メタノール不含エタノール (95) エタノール (95), メタノール不含 を見よ。

メタノール, 無水 CH_4O メタノール 1000 mL にマグネシウム粉末 5 g を加えて製する。必要ならば, 塩化水銀 (II) 試液 0.1 mL を加えて反応を開始する。ガスの発生が止んだ後, この液を蒸留し, 留出液を湿気を避けて保存する。本品 1 mL 中の水分は 0.3 mg 以下とする。

メタリン酸 HPO_3 [K 8890, メタリン酸, 特級]

メタリン酸・酢酸試液 メタリン酸 15 g に酢酸 (100) 40 mL 及び水を加えて溶かし, 500 mL とする。冷所に保存する。2 日以内に使用する。

メタンスルホン酸 CH_3SO_3H 無色澄明の液又は無色若しくは白色の結晶塊で, 特異なにおいがある。水, エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

凝固点 (2.42) 15 ~ 20 $^{\circ}$ C

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.483 ~ 1.488

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 2 g を精密に量り, 水 40 mL に溶かし, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: プロモチモールブルー試液 2 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 96.11 mg CH_3SO_3H

メタンスルホン酸カリウム CH_3SO_3K 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は無色透明である。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.1 g を精密に量り, 酢酸 (100) 10 mL に溶かし, 無水酢酸 20 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 13.42 mg CH_3SO_3K

メタンスルホン酸試液 メタンスルホン酸 35 mL に酢酸 (100) 20 mL 及び水を加えて, 500 mL とする。

メタンスルホン酸試液, 0.1 mol/L メタンスルホン酸 4.8 g に水を加えて, 500 mL とする。

メチオニン $C_5H_{11}NO_2S$ [医薬品各条, 「L-メチオニン」]

2-メチルアミノピリジン $C_6H_8N_2$ 淡黄色の液体である。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.050 ~ 1.065

沸点 (2.57) 200 ~ 202 $^{\circ}$ C

水分 (2.48) 本品 1 g 中, 水分は 1 mg 以下である。

メチルイエロー メチルエロー を見よ。

メチルイエロー試液 メチルエロー試液 を見よ。

メチルイソブチルケトン 4-メチル-2-ペンタノン を見よ。

メチルエチルケトン 2-ブタノン を見よ。

メチルエロー $C_{14}H_{15}N_3$ [K 8494, 特級]

メチルエロー試液 メチルエロー 0.1 g をエタノール (95) 200 mL に溶かす。

メチルオレンジ $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ [K 8893, 特級]

メチルオレンジ・キシレンシアノール FF 試液 メチルオレンジ 1 g 及びキシレンシアノール FF 1.4 g を希エタノール 500 mL に溶かす。

メチルオレンジ試液 メチルオレンジ 0.1 g を水 100 mL に溶かし、必要ならば過する。

メチルオレンジ・ホウ酸試液 メチルオレンジ 0.5 g 及びホウ酸 5.2 g に水 500 mL を加え、水浴上で加温して溶かす。冷後、クロロホルム 50 mL ずつで 3 回洗う。

メチルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

メチルセロソルブ 2-メトキシエタノール を見よ。

メチルチモールブルー $C_{27}H_{43}N_2NaO_{13}S$ [K 9552, 特級]

メチルチモールブルー・塩化ナトリウム指示薬 メチルチモールブルー 0.25 g と塩化ナトリウム 10 g を混ぜ、均質になるまですりつぶし、製する。

メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬 メチルチモールブルー 0.1 g と硝酸カリウム 9.9 g を混ぜ、均質になるまで注意してすりつぶし、製する。

鋭敏度 本品 0.02 g を 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 100 mL に溶かすとき、液の色はわずかに青色である。次にこの液に 0.01 mol/L 塩化バリウム液 0.05 mL を加えるとき、青色を呈し、更に 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき、液は無色となる。

メチルテストステロン $C_{28}H_{48}O_2$ [医薬品各条]

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール $C_2H_4N_4S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 125 ~ 129 °C

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 222 ~ 226 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき、波数 3060 cm^{-1} 、2920 cm^{-1} 、2780 cm^{-1} 、1500 cm^{-1} 、1430 cm^{-1} 及び 1410 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g をとり、水 100 mL を正確に加えて溶かした液 1 μL につき、「セフメタゾールナトリウム」の純度試験 (4) を準用して試験を行うとき、 R_f 値約 0.77 の主スポット以外のスポットを認めない。

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール、液体クロマトグラフィー用 $C_2H_4N_4S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、メタノールに極めて溶けやすく、水に溶けやすい。

融点 (2.60) 123 ~ 127 °C

乾燥減量 (2.41) 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 2 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定 (2.50) する (指示薬: チモールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL

= 11.61 mg $C_2H_4N_4S$

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオラートナトリウム

$C_2H_3N_4NaS \cdot 2H_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 90 ~ 94 °C

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/アセトン/水/酢酸 (100) 混液 (10:2:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、主スポット以外のスポットを認めない。

メチルドパ $C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$ [医薬品各条, 「メチルドパ水和物」]

メチルドパ, 定量用 $C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$ [医薬品各条, 「メチルドパ水和物」] ただし、乾燥したものを定量するとき、メチルドパ ($C_{10}H_{13}NO_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

2-メチル-5-ニトロイミダゾール, 薄層クロマトグラフィー用 $C_4H_5N_3O_2$ 白色の結晶性の粉末で、水又はアセトンに溶けにくい。融点: 約 253 °C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 40 mg をアセトン 8 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2.5 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、「メトロニダゾール」の純度試験 (3) を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

N-メチルピロリジン $C_5H_{11}N$ 無色澄明の液体で特異なおいがある。

確認試験 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液 (2 → 25) につき、核磁気共鳴スペクトル測定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ 2.3 ppm 付近に強度の大きいシグナルを示す。

含量 95 % 以上。定量法 ビーカーに水 30 mL を入れ、質量を精密に量る。本品約 0.15 g を滴下し、再び質量を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 8.515 mg $C_5H_{11}N$

3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン $C_{10}H_{10}N_2O$ [K 9548, 特級]

3-メチル-1-ブタノール $C_5H_{12}O$ [K 8051, 特級]

メチルプレドニゾロン $C_{22}H_{30}O_5$ [医薬品各条]

2-メチル-1-プロパノール $(CH_3)_2CHCH_2OH$ [K 8811, 特級]

D-(+)- α -メチルベンジルアミン $C_6H_5CH(CH_3)NH_2$ アミン臭のある無色~微黄色澄明の液体で、エタノール (95) 及びアセトンに極めて溶けやすく、水に溶けにくい。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.524 ~ 1.529

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +37 ~ +41° (50 mm)

純度試験 本品 0.6 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を

自動積分法により測定し、面積百分率法によりD-(+)- α -メチルベンジルアミンの量を求めるとき、98.0 % 以上である。

操作条件

検出感度：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M 及び水酸化カリウムを 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にそれぞれ 10 % 及び 5 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：140 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：D-(+)- α -メチルベンジルアミンの保持時間が約 5 分となるように調整する。

カラムの選定：本品 5 mL にピリジン 1 mL を加え、この液 0.6 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ピリジン、D-(+)- α -メチルベンジルアミンの順に流出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度：本品 0.6 μ L から得たD-(+)- α -メチルベンジルアミンのピーク高さがフルスケールの約 90 % となるように調整する。

面積測定範囲：D-(+)- α -メチルベンジルアミンの保持時間の約 3 倍の範囲

4-メチル-2-ペンタノン $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ [K 8903, 特級]

4-メチルペンタン-2-オール $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}$ 無色澄明で、揮発性の液である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 約 1.411

比重 (2.56) d_4^{20} : 約 0.802

沸点 (2.57) 約 132 °C

3-O-メチルメチルドパ, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{NO}_4$

純度試験 類縁物質 本品 5 mg をとり、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とした液 20 μ L につき、「メチルドパ水和物」の純度試験 (5) を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない。

メチルレッド $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ [K 8896, 特級]

メチルレッド試液 メチルレッド 0.1 g をエタノール (95) 100 mL に溶かし、必要ならばろ過する。

メチルレッド試液, 希 メチルレッド 25 mg をエタノール (99.5) 100 mL に溶かし、必要ならばろ過する。用時製する。

メチルレッド試液, 酸又はアルカリ試験用 メチルレッド 0.1 g に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 7.4 mL, 又は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 3.7 mL を加え、乳ばちですり混ぜて溶かした後、新たに煮沸して冷却した水を加えて 200 mL とする。

貯法 遮光した共栓瓶に保存する。

メチルレッド・メチレンブルー試液 メチルレッド 0.1 g 及びメチレンブルー 0.1 g をエタノール (95) に溶かし、100 mL とする。必要ならばろ過する。

貯法 遮光して保存する。

N,N' -メチレンビスアクリルアミド $\text{CH}_2(\text{NHCOCHCH}_2)_2$

白色の結晶性粉末である。

含量 97.0 % 以上。

メチレンブルー $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [K 8897, 特級]

メチレンブルー・過塩素酸カリウム試液 過塩素酸カリウム溶液 (1 → 1000) 500 mL に振り混ぜながらメチレンブルー溶液 (1 → 100) をわずかに混濁が生じるまで滴加する。液を放置した後、上澄液をろ過する。

メチレンブルー試液 メチレンブルー 0.1 g を水に溶かし、100 mL とする。必要ならばろ過する。

メチレンブルー・硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液 メチレンブルー溶液 (1 → 1000) 30 mL に水 500 mL, 硫酸 6.8 mL 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 50 g を加えて溶かし、更に水を加えて 1000 mL とする。

滅菌精製水 精製水, 滅菌 を見よ。

2-メトキシエタノール $\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ [K 8895, 特級]

1-メトキシ-2-プロパノール $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$ 無色澄明な液体である。溶状 本品 5 mL に水 20 mL を加え、かき混ぜるとき、液は澄明である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.402 ~ 1.405

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.920 ~ 0.925

水分 (2.48) 0.5 % 以下 (5 g)。

含量 98.0 % 以上 (ガスクロマトグラフィー (2.02))。定量法は、補正面積百分率法を用いる。

操作条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：90 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分 20 mL

4-メトキシベンズアルデヒド $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$ 無色～淡黄色澄明の液で、エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和し、水にはほとんど溶けない。

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.123 ~ 1.129

含量 97.0 % 以上。定量法 本品約 0.8 g を精密に量り、ヒドロキシルアミン試液 7.5 mL を正確に加え、よく振り混ぜて、30 分間放置した後、0.5 mol/L 塩酸で滴定 (2.50) する (指示薬：プロモフェノールブルー試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の青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う。

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 68.08 mg $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$

4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液 4-メトキシベンズアルデヒド 0.5 mL に酢酸 (100) を加えて 100 mL とする。4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液 エタノール (95) 9 mL に 4-メトキシベンズアルデヒド 0.5 mL 及び硫酸 0.5 mL を加え、よく混和する。

メトクロプラミド, 定量用 $\text{C}_{10}\text{H}_{22}\text{ClN}_3\text{O}_2$ [医薬品各条, 「メトクロプラミド」ただし、乾燥したものを定量するとき、メトクロプラミド ($\text{C}_{10}\text{H}_{22}\text{ClN}_3\text{O}_2$) 99.0 % 以上を含むもの]

メトロニダゾール $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_3$ [医薬品各条]

メトロニダゾール, 定量用 $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_3$ [医薬品各条, 「メトロニダゾール」ただし、次の試験に適合するもの]

類縁物質 本品 25 mg を水/メタノール混液 (4:1) 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (4:1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 2.5 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (4:1) を加えて正確に 20 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ィー〈2.01〉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、試料溶液のメトロニダゾール以外のピークの合計面積は、標準溶液のメトロニダゾールのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「メトロニダゾール錠」の定量法の試験条件を準用する。
面積測定範囲：メトロニダゾールの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (4:1) を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たメトロニダゾールのピーク面積が標準溶液のメトロニダゾールのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：「メトロニダゾール錠」の定量法のシステム適合性を準用する。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メトロニダゾールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

メフルシド、定量用 $C_{13}H_{10}ClN_2O_5S_2$ 〔医薬品各条、「メフルシド」ただし、乾燥したものを定量するとき、メフルシド ($C_{13}H_{10}ClN_2O_5S_2$) 99.0 % 以上を含むもの〕

2-メルカプトエタノール $HSCH_2CH_2OH$ 本品は無色透明の液である。

比重〈2.56〉 d_4^{20} : 1.112 ~ 1.117

含量 97.0 % 以上。定量法 本品 0.6 μ L につき、ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により次の条件で試験を行う。得られたガスクロマトグラムにつき、自動積分法により、それぞれの成分のピーク面積を測定する。

$$\text{含量} = \frac{\text{2-メルカプトエタノールのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}} \times 100$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm、長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコンポリマーをシラン処理した 177 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：120 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分約 50 mL の一定量で 2-メルカプトエタノールの保持時間が 3 ~ 4 分になるように調整する。

測定範囲：2-メルカプトエタノールの保持時間の 7 倍まで測定する。

メルカプト酢酸 $HSCH_2COOH$ 〔K 8630, 特級〕アンブルに入れ、冷暗所に保存する。長時間の保存に耐えない。

メルカプトプリン $C_5H_4N_2S \cdot H_2O$ 〔医薬品各条、「メルカプトプリン水和物」〕

綿実油 *Gossypium hirsutum* Linné (*Gossypium*) 又はその他同属植物の産生する種子から得た揮発性の脂肪油を精製したものである。微黄色の油状の液体で、においはない。クロロホルム、ジエチルエーテル、ヘキサン又は二硫化炭素と混和する。エタノール (95) に溶けにくい。

屈折率〈2.45〉 n_D^{20} : 1.472 ~ 1.474

比重〈2.56〉 d_4^{25} : 0.915 ~ 0.921

酸価〈1.13〉 0.5 以下。

けん化価〈1.13〉 190 ~ 198

ヨウ素価〈1.13〉 103 ~ 116

メントール $C_{10}H_{20}O$ 〔医薬品各条、「dl-メントール」又は「l-メントール」〕

l-メントール、定量用 $C_{10}H_{20}O$ 〔医薬品各条、「l-メントール」ただし、定量するとき、l-メントール ($C_{10}H_{20}O$) 99.0 % 以上を含むほか、次の試験に適合するもの

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$: -48.0 ~ -51.0° (2.5 g, エタノール (95), 25 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g を、ジクロロメタン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 5 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉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 l-メントール以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) の l-メントールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は、「ハッカ油」の定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 5 μ L から得た l-メントールのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液 (1) 5 μ L から得た l-メントールのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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 l-メントールの保持時間の約 2 倍の範囲〕

没食子酸 没食子酸一水和物 を見よ。

没食子酸一水和物 $C_6H_2(OH)_3COOH \cdot H_2O$ 白色~微黄白色の結晶又は粉末である。融点：約 260 °C (分解)。

モノエタノールアミン 2-アミノエタノール を見よ。

モリブデン酸アンモニウム 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 を見よ。

モリブデン酸アンモニウム試液 七モリブデン酸六アンモニウム試液 を見よ。

モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 を見よ。

モリブデン酸ナトリウム モリブデン (VI) 酸二ナトリウム二水和物 を見よ。

モリブデン (VI) 酸二ナトリウム二水和物 $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ 〔K 8906, 特級〕

3-(*N*-モルホリノ) プロパンスルホン酸 $C_7H_{15}NO_3S$ 白色の結晶性粉末で、水に溶けやすく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 275 ~ 280 °C

3-(*N*-モルホリノ) プロパンスルホン酸緩衝液, 0.02 mol/L, pH 7.0 3-(*N*-モルホリノ) プロパンスルホン酸 4.2 g を水 900 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を用いて pH 7.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

3-(*N*-モルホリノ) プロパンスルホン酸緩衝液, 0.02 mol/L, pH 8.0 3-(*N*-モルホリノ) プロパンスルホン酸 4.2 g を水 700 mL に溶かし、希水酸化ナトリウム試液を用いて pH 8.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

3-(*N*-モルホリノ) プロパンスルホン酸緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.0 3-(*N*-モルホリノ) プロパンスルホン酸 20.92 g を水 900 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を用いて pH 7.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体 大腸菌由来たん白質基準品 (たん白質として約 1 mg 相当量) 1 容量とフロイントの完全アジュバント 1 容量を混合してヤギの背部皮下へ 2 週間隔で 5 回免疫し、最終免疫後 10 日目に採血し、ヤギ抗血清を得る。大腸菌由来たん白質基準品をセファロース 4B に結合させた固定化大腸菌由来たん白質カラムを調製し、アフィニティーカラムクロマトグラフィーにより精製を行う。
性状 無色澄明の液。

確認試験 非還元条件下でラウリル硫酸ナトリウム加ポリアクリルアミド・ゲル電気泳動を行うとき、主泳動帯の分子量は、 $1.30 \times 10^5 \sim 1.70 \times 10^5$ の範囲内にある。

たん白質含量 「セルモロイキン (遺伝子組換え)」の定量法 (1) により、たん白質含量を求めるとき、1 mL 当たりのたん白質含量は 0.2 ~ 1.0 mg である。

ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体試液 1 mL 当たりヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体をたん白質含量として 50 μ g を含む液となるように pH 9.6 の 0.1 mol/L 炭酸塩緩衝液を加えて、調整する。

ユビキノン-9 本品は黄色~だいたい色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

融点 (2.60) 約 44 °C

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1cm}$ (275 nm): 163 ~ 190 (エタノール (99.5))。

ヨウ化亜鉛デンプン試液 水 100 mL を煮沸し、これにヨウ化カリウム 0.75 g を水 5 mL に溶かした液及び塩化亜鉛 2 g を水 10 mL に溶かした液を加え、液が沸騰している間にデンプン 5 g を水 30 mL に均質に懸濁した液をかき混ぜながら加え、2 分間煮沸した後、冷却する。

感度 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL、水 500 mL 及び塩酸 10 mL の混液に浸したガラス棒を本液に接するとき、明らかに青色を呈する。

貯法 密栓して冷所に保存する。

溶解アセチレン C_2H_2 [K 1902]

ヨウ化イソプロピル, 定量用 C_3H_7I 無色澄明の液で、光によりヨウ素を遊離して褐色となる。エタノール (95)、ジエチルエーテル又は石油ベンジンと混和し、水と混和しない。蒸留して 89.0 ~ 89.5 °C の留分を用いる。

比重 (2.56) d_4^{20} : 1.700 ~ 1.710

純度試験 本品 1 μ L につき、「ヒプロメロース」の定量法の条件で、ガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりヨウ化イソプロピルの量を求めるとき、99.8 % 以上である。ただし、検出感度は本品 1 μ L から得たヨウ化イソプロピルのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する。

含量 98.0 % 以上。定量法 褐色メスフラスコにエタノール (95) 10 mL を入れ、その質量を精密に量り、これに本品 1 mL を加え再び精密に量る。次にエタノール (95) を加えて正確に 100 mL とし、その 20 mL を褐色メスフラスコに正確に量り、0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加え、更に硝酸 2 mL を加えて栓をし、2 時間暗所で時々振り混ぜた後、暗所で一夜放置する。次に 2 時間時々振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とし、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 50 mL を正確に量り、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 (2.50) 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 = 17.00 mg C_3H_7I

ヨウ化エチル ヨードエタン を見よ。

ヨウ化カリウム KI [K 8913, よう化カリウム, 特級]

ヨウ化カリウム, 定量用 KI [医薬品各条, 「ヨウ化カリウム」]

ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム 16.5 g を水に溶かし、100 mL とする。遮光して保存する。用時製する (1 mol/L)。ヨウ化カリウム試液, 濃 ヨウ化カリウム 30 g に水 70 mL を加えて溶かす。用時製する。

貯法 遮光して保存する。

ヨウ化カリウム試液, 飽和 ヨウ化カリウム 20 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に飽和する。用時製する。

ヨウ化カリウムデンプン試液 ヨウ化カリウム 0.5 g を新たに製したデンプン試液 100 mL に溶かす。用時製する。

ヨウ化カリウム・硫酸亜鉛試液 ヨウ化カリウム 5 g, 硫酸亜鉛七水合物 10 g 及び塩化ナトリウム 50 g を溶かし、200 mL とする。

ヨウ化水素酸 HI [K 8917, よう化水素酸, 特級]

ヨウ化ビスマスカリウム試液 L-酒石酸 10 g を水 40 mL に溶かし、これに次硝酸ビスマス 0.85 g を加えて 1 時間振り混ぜ、ヨウ化カリウム溶液 (2 → 5) 20 mL を加え、よく振り混ぜ、24 時間放置した後、ろ過し、A 液とする。L-酒石酸 10 g を水 50 mL に溶かした液に A 液 5 mL を加え、遮光した共栓瓶に保存する。

ヨウ化メチル ヨードメタン を見よ。

ヨウ化メチル, 定量用 ヨードメタン, 定量用 を見よ。

葉酸 $C_{10}H_{15}N_7O_6$ 。 [医薬品各条]

溶出試験第 1 液 塩化ナトリウム 2.0 g を塩酸 7.0 mL 及び水に溶かして 1000 mL とする。この液は無色澄明で、その pH は約 1.2 である。

溶出試験第 2 液 pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 1 容量に水 1 容量を加える。

溶性デンプン デンプン, 溶性 を見よ。

溶性デンプン試液 溶性デンプン 1 g を冷水 10 mL とよく

すり混ぜ、これを熱湯 90 mL 中に絶えずかき混ぜながら徐々に注ぎ込み、3 分間穏やかに煮沸し、冷却する。用時製する。

ヨウ素 I [K 8920, よう素, 特級]

ヨウ素, 定量用 I [医薬品各条, 「ヨウ素」]

ヨウ素酸カリウム KIO_3 [K 8922, よう素酸カリウム, 特級]

ヨウ素酸カリウム (標準試薬) KIO_3 [K 8005, よう素酸カリウム, 容量分析用標準物質]

ヨウ素試液 ヨウ素 14 g をヨウ化カリウム溶液 (2 → 5) 100 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 1000 mL とする (0.05 mol/L)。

貯法 遮光して保存する。

ヨウ素試液, 0.0002 mol/L 0.5 mol/L ヨウ素試液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 250 mL とした液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。用時製する。

ヨウ素試液, 0.5 mol/L ヨウ素 12.7 g 及びヨウ化カリウム 25 g に水 10 mL を加えてよくすり混ぜた後、水を加えて 100 mL とする。

ヨウ素試液, 希 ヨウ素試液 1 容量に水 4 容量を加える。

ヨウ素・デンプン試液 デンプン試液 100 mL に希ヨウ素試液 3 mL を加える。

容量分析用硫酸亜鉛 硫酸亜鉛, 容量分析用 を見よ。

5-ヨードウラシル, 液体クロマトグラフィー用 $\text{C}_4\text{H}_3\text{IN}_2\text{O}_2$

白色の結晶性の粉末である。融点: 約 275 °C (分解)。

純度試験 本品 3 mg を薄めたメタノール (1 → 25) に溶かし、10 mL とする。この液 10 μL につき、「イドクスウリジン点眼液」の純度試験の操作条件に従い、液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について、各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により 5-ヨードウラシルの量を求めるとき、98.5 % 以上である。

含量 98.5 % 以上。定量法 本品を 60 °C で 3 時間減圧乾燥し、その約 5 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 250 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、282 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

$$5\text{-ヨードウラシル}(\text{C}_4\text{H}_3\text{IN}_2\text{O}_2)\text{の量}(\text{mg}) = \frac{A}{265} \times 2500$$

ヨードエタン $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$ 無色～暗褐色の澄明な液体で、ジエチルエーテルのようにおいがあがる。

蒸留試験 (2.57) 71.0 ~ 72.5 °C, 94 vol% 以上

ヨードメタン CH_3I [K 8919, 特級]

ヨードメタン, 定量用 CH_3I 無色～暗褐色澄明の液で、光によりヨウ素を遊離して褐色となる。エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和し、水にやや溶けにくい。蒸留して 42.2 ~ 42.6 °C の留分を用いる。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 2.27 ~ 2.28

純度試験 本品 1 μL につき、「ヒプロメロース」の定量法の条件で、ガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりヨードメタンの量を求めるとき、99.8 % 以上

である。ただし、検出感度は本品 1 μL から得たヨードメタンのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する。

含量 98.0 % 以上。定量法 定量用ヨウ化イソプロピルの定量法と同様に操作し、試験を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 14.19 mg CH_3I

四シュウ酸カリウム, pH 測定用 二シュウ酸三水素カリウム二水和物, pH 測定用 を見よ。

四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液, pH 8.0 四ホウ酸ナトリウム十水和物 0.572 g 及び塩化カルシウム二水和物 2.94 g を新たに煮沸し冷却した水 800 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

四ホウ酸ナトリウム十水和物 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ [K 8866, 四ほう酸ナトリウム十水和物, 特級]

四ホウ酸ナトリウム十水和物, pH 測定用 [K 8866, 四ほう酸ナトリウム十水和物, pH 標準液用]

ライセート試液 ライセート試薬をエンドトキシン試験用水又は適当な緩衝液を用いて、穏やかにかき混ぜて溶かす。

ライセート試薬 本品はカプトガニ (*Limulus polyphemus* 又は *Tachypleus tridentatus*) の血球抽出成分から調製された凍結乾燥品である。本試薬には β -グルカンに反応する G 因子を除去、又は G 因子系の反応を抑制したものもある。

ライネッケ塩 ライネッケ塩一水和物 を見よ。

ライネッケ塩一水和物 $\text{NH}_4[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{SCN})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$ [K 8926, 特級]

ライネッケ塩試液 ライネッケ塩一水和物 0.5 g に水 20 mL を加えて 1 時間しばしば振り混ぜた後、ろ過する。48 時間以内に使用する。

ラウリル硫酸ナトリウム [医薬品各条]

ラウリル硫酸ナトリウム試液 ラウリル硫酸ナトリウム 100 g を水 900 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

ラウリル硫酸ナトリウム試液, 0.2 % ラウリル硫酸ナトリウム 0.1 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸ナトリウム緩衝液に溶かし、50 mL とする。

ラウロマクロゴール [医薬品各条]

α -ラクトアルブミン 白色の粉末。牛乳由来。分子量約 14200。

β -ラクトグロブリン 牛乳より製する。白色～淡黄色の粉末である。

窒素含量 (1.08) 14 % 以上 (乾燥物)。

ラクトビオン酸 $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{12}$ 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 113 ~ 118 °C

純度試験 本品 0.10 g をメタノール/水混液 (3 : 2) 10 mL に溶かした液 10 μL につき、「エリスロマイシンラクトビオン酸塩」の確認試験 (2) を準用し、試験を行うとき、主スポット以外のスポットを認めない。

ラッカセイ油 [医薬品各条]

ラニーニッケル, 触媒用 本品は灰黒色の粉末で、ニッケル 40 ~ 50 % 及びアルミニウム 50 ~ 60 % を含む合金である。

ラニチンジアミン $(C_{10}H_{18}N_2OS)_2 \cdot C_4H_4O_4$ 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペースト法により測定するとき、波数 2780 cm^{-1} 、 1637 cm^{-1} 、 1015 cm^{-1} 及び 788 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

含量 95% 以上。定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬：クリスタルバイオレット試液)。ただし、滴定の終点は、液の紫色が青色を経て、緑色に変わるときとする。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

= 13.62 mg $(C_{10}H_{18}N_2OS)_2 \cdot C_4H_4O_4$

L-ラムノース水合物 $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ 白色の結晶性の粉末で、味は甘い。水に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくい。

旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +7.8 ~ +8.3° (1 g, 水 20 mL, アンモニア試液 2 滴, 100 mm)。

融点(2.60) 87 ~ 91 °C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg を水 1 mL に溶かし、メタノールを加えて正確に 10 mL とした液 20 μL につき、「アラビアゴム」の確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

LAL 試液 ライセート試液 を見よ。

LAL 試薬 ライセート試薬 を見よ。

ランタン-アリザリンコンプレキソン試液 アンモニア水(28) 1 mL に水 10 mL を加えた液 4 mL に酢酸アンモニウム溶液(1 → 5) 4 mL を加える。この液にアリザリンコンプレキソン 192 mg を溶かし、アリザリンコンプレキソン原液とする。酢酸ナトリウム三水合物 41 g を水 400 mL に溶かし、酢酸(100) 24 mL を加えた液に、アリザリンコンプレキソン原液全量を加え、アセトン 400 mL を加えてアリザリンコンプレキソン溶液とする。別に塩酸 2 mL に水 10 mL を加えた液 10 mL に酸化ランタン(III) 163 mg を加え、加熱して溶かし、酸化ランタン溶液とする。アリザリンコンプレキソン溶液に酸化ランタン溶液を加えてかき混ぜ、放冷後、酢酸(100) 又はアンモニア水(28) を用いて pH を約 4.7 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。用時調製する。

リオチロニンナトリウム $C_{15}H_{11}N_3NNaO_4$ [医薬品各条]

リオチロニンナトリウム、薄層クロマトグラフィー用 [医薬品各条、「リオチロニンナトリウム」ただし、「リオチロニンナトリウム錠」の確認試験(1)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.3 ~ 0.4 の主スポット以外のスポットを認めないもの]

力価測定用培地、テセロイキン用 浮遊培養用培地 1000 mL に、ウシ胎児血清 100 mL を加える。4 °C で保存する。

リクイリチン、薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{22}O_9 \cdot xH_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノールにやや溶けにくく、エタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点: 約 210 °C (分解)。

確認試験 本品の薄めたメタノール(1 → 2)溶液(1 → 100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収

スペクトルを測定するとき、波長 215 ~ 219 nm 及び 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 1 μL につき、「葛根湯エキス」の確認試験(5)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

(Z)-リグスチリド、薄層クロマトグラフィー用 $C_{12}H_{14}O_2$ 黄褐色の澄明な液であり、特異なおいがある。メタノール又はエタノール(99.5)に混和し、水にほとんど溶けない。

確認試験 本品のメタノール溶液(1 → 100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長 320 ~ 324 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 10 mL に溶かした液 1 μL につき、「補中益気湯エキス」の確認試験(5)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない。

リシノプリル $C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$ [医薬品各条、「リシノプリル水合物」]

リシノプリル、定量用 $C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$ [医薬品各条、「リシノプリル水合物」ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、リシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$: 405.49) 99.5% 以上を含むもの]

リジルエンドペプチダーゼ 白色の粉末又は塊。

Achromobacter 属菌の産生する菌体外毒素。

分子量 27500

リドカイン、定量用 $C_{14}H_{22}N_2O$ [医薬品各条、「リドカイン」]

リトコール酸、薄層クロマトグラフィー用 $C_{24}H_{40}O_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。エタノール(95)、酢酸(100) 又はアセトンにやや溶けやすく、クロロホルムに溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点: 約 186 °C

純度試験 類縁物質 本品 25 mg をとり、クロロホルム/エタノール(95)混液(9:1)に溶かし、正確に 25 mL とする。この液 1.0 mL にクロロホルム・エタノール(95)混液(9:1)を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 μL につき、「ウルソデオキシコール酸」の純度試験(7)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない。

含量 98.0%。定量法 本品を 80 °C で 4 時間減圧乾燥(酸化リン(V))し、その約 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL に溶かす。次にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)し、終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定(2.50)する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 37.66 mg $C_{24}H_{40}O_3$

リボフラビン $C_{17}H_{23}N_4O_6$ [医薬品各条]

リモネン $C_{10}H_{16}$ 無色澄明の液で特異な芳香があり、味はやや苦い。

屈折率(2.45) n_D^{20} : 1.472 ~ 1.474

比重(2.56) d_4^{20} : 0.841 ~ 0.846

融点(2.60) 176 ~ 177 °C

純度試験 類縁物質 本品 0.1 g をヘキサン 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 μL につき、次の条件

でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりリモネンの量を求めるとき、97.0 % 以上である。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は、「ユーカリ油」の定量法の操作条件を準用する。

検出感度：試料溶液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 100 mL とする。この液 2 μ L から得たりモネンのピーク高さがフルスケールの 40 ~ 60 % と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リモネンの保持時間の約 3 倍の範囲

硫化アンモニウム試液 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ [K 8943, 硫化アンモニウム溶液 (無色), 1 級] 遮光した小瓶に全満して保存する。

硫化水素 H_2S 無色の有毒ガスで空気より重く、水に溶ける。

硫化鉄 (II) に希硫酸又は希塩酸を作用させて製する。希酸を作用させるとき、硫化水素を発生するものであれば、硫化鉄 (II) 以外の硫化物を代用してもよい。

硫化水素試液 硫化水素の飽和溶液である。冷水に硫化水素を通じて製する。

貯法 遮光した瓶にほとんど全満して冷暗所に保存する。

硫化鉄 硫化鉄 (II) を見よ。

硫化鉄 (II) FeS [K 8948, 硫化水素発生用]

硫化ナトリウム 硫化ナトリウム九水和物 を見よ。

硫化ナトリウム九水和物 $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ [K 8949, 特級]

硫化ナトリウム試液 硫化ナトリウム九水和物 5 g を水 10 mL 及びグリセリン 30 mL の混液に溶かす。又は水酸化ナトリウム 5 g を水 30 mL 及びグリセリン 90 mL の混液に溶かし、その半容量に冷時硫化水素を飽和し、それに残りの半容量を混和する。遮光した瓶にほとんど全満して保存する。調製後 3 箇月以内に用いる。

硫酸 H_2SO_4 [K 8951, 特級]

硫酸, 希 硫酸 5.7 mL を水 10 mL に注意しながら加え、冷後、水を加えて 100 mL とする (10 %)。

硫酸, 精製 硫酸をビーカーに入れ、白煙を生じるまで加熱し、更に 3 分間注意して穏やかに加熱し、冷後、使用する。

硫酸, 発煙 $\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot n\text{SO}_3$ [K 8741, 発煙硫酸, 特級]

硫酸, 硫酸呈色物用 あらかじめ、次の方法で含量を測定した硫酸に注意して水を加え、硫酸 (H_2SO_4) 94.5 ~ 95.5 % に調整する。保存中、水分を吸収して濃度が変わったときは新たに製する。

定量法 硫酸約 2 g を共栓フラスコ中に速やかに精密に量り、水 30 mL を加え、冷後、1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬：プロモチモールブルー試液 2 ~ 3 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 49.04 mg H_2SO_4

硫酸亜鉛 硫酸亜鉛七水和物 を見よ。

硫酸亜鉛, 容量分析用 硫酸亜鉛七水和物 を見よ。

硫酸亜鉛試液 硫酸亜鉛七水和物 10 g を水に溶かし、100 mL とする。

硫酸亜鉛七水和物 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ [K 8953, 特級]

硫酸アトロピン $(\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [医薬品各条, 「アトロピン硫酸塩水和物」]

硫酸アトロピン, 定量用 $(\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [医薬品各条, 「アトロピン硫酸塩水和物」ただし、乾燥したものを定量するとき、アトロピン硫酸塩 $[(\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 99.0 % 以上を含むもの]

硫酸アトロピン, 薄層クロマトグラフィー用 定量用硫酸アトロピン ただし、その 50 mg をとり、エタノール (95) に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) によって試験を行う。試料溶液 50 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム・ジエチルアミン混液 (9:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにヘキサクロロ白金 (IV) 酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めないもの。

硫酸 4-アミノ-N,N-ジエチルアニリン

$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 白色~わずかに着色した粉末で、水に溶ける。

融点 (2.60) 173 ~ 176 °C

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

硫酸 4-アミノ-N,N-ジエチルアニリン試液 硫酸 4-アミノ-N,N-ジエチルアニリン 0.2 g を水に溶かし、100 mL とする。光を避け、用時製する。

硫酸アルミニウムカリウム 硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 を見よ。

硫酸アンモニウム $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ [K 8960, 特級]

硫酸アンモニウム緩衝液 硫酸アンモニウム 264 g を水 1000 mL に溶かし、0.5 mol/L 硫酸試液 1000 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。この液の pH は約 1 である。

硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 $\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [K 8979, 特級]

硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物 8 g を水に溶かし、100 mL とする。

硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液, 希 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 2 mL に 1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 100 mL とする。

硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液, 酸性 硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物 20 g を水に溶かし、硫酸 9.4 mL を加え、更に水を加えて 100 mL とする。

硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物 $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ [K 8982, 硫酸アンモニウム鉄 (III) · 12 水, 特級]

硫酸・エタノール試液 硫酸 3 mL をエタノール (99.5) 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後、放冷する。

硫酸カナマイシン $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{N}_4\text{O}_{11} \cdot x\text{H}_2\text{SO}_4$ [医薬品各条, 「カナマイシン硫酸塩」]

硫酸カリウム K_2SO_4 [K 8962, 特級]

硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ [K 8255, 硫酸カリウムアルミニウム · 12 水, 特級]

硫酸カリウム試液 硫酸カリウム 1 g を水に溶かし、100 mL とする。

硫酸キニジン $(\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [医薬品各条, 「キニジン硫酸塩水和物」]

硫酸キニーネ $(\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_2\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [医薬品各条, 「キニーネ硫酸塩水和物」]

硫酸試液 硫酸 1 容を水 2 容に注意しながら加え、水浴上で

加温しながら液の微赤色が消えずに残るまで過マンガン酸カリウム試液を滴加する。

硫酸試液, 0.05 mol/L 硫酸 0.5 mol/L 硫酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする。

硫酸試液, 0.25 mol/L 硫酸 15 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後, 放冷する。

硫酸試液, 0.5 mol/L 硫酸 30 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後, 放冷する。

硫酸試液, 2 mol/L 硫酸 120 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後, 放冷する。

硫酸ジベカシン [医薬品各条, 「ジベカシン硫酸塩」]

硫酸・水酸化ナトリウム試液 A 液: 硫酸 120 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後, 放冷する。

B 液: 水酸化ナトリウム 88.0 g を新たに煮沸して冷却した水 1000 mL に溶かす。A 液及び B 液を等容量混ぜる。

硫酸水素カリウム KHSO_4 [K 8972, 特級]

硫酸水素テトラブチルアンモニウム $\text{C}_{16}\text{H}_{37}\text{NO}_4\text{S}$ 白色の結晶性の粉末である。

含量 98.0 % 以上, 定量法 本品約 0.7 g を精密に量り, 新たに煮沸し冷却した水 100 mL に溶かし, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬: プロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 33.95 mg $\text{C}_{16}\text{H}_{37}\text{NO}_4\text{S}$

硫酸セリウム (IV) 四水和物 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [K 8976, 特級]

硫酸第一鉄 硫酸鉄 (II) 七水和物 を見よ。

硫酸第一鉄アンモニウム 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 を見よ。

硫酸第一鉄試液 硫酸鉄 (II) 試液 を見よ。

硫酸第二セリウムアンモニウム 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 を見よ。

硫酸第二セリウムアンモニウム試液 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 試液 を見よ。

硫酸第二セリウムアンモニウム・リン酸試液 硫酸四アンモニウムセリウム (IV)・リン酸試液 を見よ。

硫酸第二鉄 硫酸鉄 (III) n 水和物 を見よ。

硫酸第二鉄アンモニウム 硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物 を見よ。

硫酸第二鉄アンモニウム試液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 を見よ。

硫酸第二鉄アンモニウム試液, 希 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液, 希 を見よ。

硫酸第二鉄試液 硫酸鉄 (III) 試液 を見よ。

硫酸呈色物用硫酸 硫酸, 硫酸呈色物用 を見よ。

硫酸鉄 (II) 試液 硫酸鉄 (II) 七水和物 8 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かす。用時製する。

硫酸鉄 (II) 七水和物 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ [K 8978, 特級]

硫酸鉄 (III) n 水和物 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ [K 8981, 特級]

硫酸鉄 (III) 試液 硫酸鉄 (III) n 水和物 50 g を過量の水に溶かし, 硫酸 200 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

硫酸銅 硫酸銅 (II) 五水和物 を見よ。

硫酸銅, 無水 硫酸銅 (II) を見よ。

硫酸銅 (II) CuSO_4 [K 8984, 1 級]

硫酸銅 (II) 五水和物 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [K 8983, 特級]

硫酸銅試液 硫酸銅 (II) 試液 を見よ。

硫酸銅 (II) 試液 硫酸銅 (II) 五水和物 12.5 g を水に溶かし, 100 mL とする (0.5 mol/L)。

硫酸銅試液, アルカリ性 硫酸銅 (II) 試液, アルカリ性 を見よ。

硫酸銅 (II) 試液, アルカリ性 炭酸水素カリウム 150 g, 炭酸カリウム 101.4 g 及び硫酸銅 (II) 五水和物 6.93 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

硫酸銅・ピリジン試液 硫酸銅 (II)・ピリジン試液 を見よ。

硫酸銅 (II)・ピリジン試液 硫酸銅 (II) 五水和物 4 g を水 90 mL に溶かし, ピリジン 30 mL を加える。用時製する。

硫酸ナトリウム 硫酸ナトリウム十水和物 を見よ。

硫酸ナトリウム, 無水 Na_2SO_4 [K 8987, 硫酸ナトリウム, 特級]

硫酸ナトリウム十水和物 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ [K 8986, 特級]

硫酸ニッケル (II) アンモニウム六水和物

$\text{NiSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [K 8990, 特級]

硫酸ニッケルアンモニウム 硫酸ニッケル (II) アンモニウム六水和物 を見よ。

硫酸バメタン $(\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{NO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ [医薬品各条, 「バメタン硫酸塩」]

硫酸ヒドラジニウム $\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4$ [K 8992, 特級]

硫酸ヒドラジニウム試液 硫酸ヒドラジニウム 1.0 g を水に溶かして 100 mL とする。

硫酸ヒドラジン 硫酸ヒドラジニウム を見よ。

硫酸ピンクリスチン $\text{C}_{46}\text{H}_{56}\text{N}_4\text{O}_{10} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ [医薬品各条, 「ピンクリスチン硫酸塩」]

硫酸ピンブラスチン $\text{C}_{46}\text{H}_{58}\text{N}_4\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ [医薬品各条, 「ピンブラスチン硫酸塩」]

硫酸ベカナマイシン [医薬品各条, 「ベカナマイシン硫酸塩」]

硫酸・ヘキササン・メタノール試液 メタノール/ヘキササン混液 (3:1) 230 mL に硫酸 2 mL を注意して加える。

硫酸ベタニジン, 定量用 $(\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{N}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ [医薬品各条, 「硫酸ベタニジン」ただし, 定量するとき, 換算した乾燥物に対し, 硫酸ベタニジン $[(\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{N}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 99.0 % 以上を含むもの]

硫酸マグネシウム 硫酸マグネシウム七水和物 を見よ。

硫酸マグネシウム試液 硫酸マグネシウム七水和物 12 g を水に溶かし, 100 mL とする (0.5 mol/L)。

硫酸マグネシウム七水和物 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ [K 8995, 特級]

硫酸・メタノール試液 メタノール 40 mL に硫酸 60 mL を注意しながら加える。

硫酸・メタノール試液, 0.05 mol/L 硫酸 3 mL をメタノール 1000 mL にかき混ぜながら徐々に加えた後, 放冷する。

硫酸 4-メチルアミノフェノール $(\text{HOCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NHCH}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ 白色~わずかにうすい黄色又はごくうすい灰色の結晶又は結晶性の粉末である。融点: 約 260 °C (分解)。

硫酸 *p*-メチルアミノフェノール 硫酸 4-メチルアミノフェノール を見よ。

硫酸 4-メチルアミノフェノール試液 硫酸 4-メチルアミノフェノール 0.35 g 及び亜硫酸水素ナトリウム 20 g を水に溶かし、100 mL とする。用時製する。

硫酸 *p*-メチルアミノフェノール試液 硫酸 4-メチルアミノフェノール試液 を見よ。

硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 試液 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 6.8 g を薄めた硫酸 (3 → 100) に溶かし、100 mL とする。

硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物
 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K 8977, 特級]

硫酸四アンモニウムセリウム (IV)・リン酸試液 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 0.1 g を薄めたリン酸 (4 → 5) に溶かし、100 mL とする。

硫酸リチウム 硫酸リチウム一水和物 を見よ。

硫酸リチウム一水和物 $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [K 8994, 特級]

硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液 硫酸 6.8 mL を水 500 mL に加え、これにリン酸二水素ナトリウム二水和物 50 g を溶かし、水を加えて 1000 mL とする。

流動パラフィン パラフィン, 流動 を見よ。

両性担体液, pH 3 ~ 10 用 ごくうすい黄色の液体。多種類の分子からなる混合物で、緩衝能は 0.35 mmol/pH·mL。ポリアクリルアミドゲルに混入し、電場をかけるとき、pH 3 ~ 10 の範囲で pH 勾配を形成するもの。

両性担体液, pH 6 ~ 9 用 ポリアクリルアミドゲルに混入し、電場をかけるとき、pH 6 ~ 9 の範囲で pH 勾配を形成する。緩衝能 0.35 mmol/pH·mL の液を、水で約 20 倍に薄めた、ほとんど無色の液。

両性担体液, pH 8 ~ 10.5 用 ごくうすい黄色の液体。多種類の分子からなる混合物で、緩衝能は 0.35 mmol/pH·mL。ポリアクリルアミドゲルに混入し、電場をかけるとき、pH 8 ~ 10.5 の範囲で pH 勾配を形成するもの。

リンコフィリン, 成分含量測定用 $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。エタノール (99.5) 又はアセトンにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点: 205 ~ 209 °C

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (245 nm): 473 ~ 502 (5 mg, メタノール/希酢酸混液 (7:3), 500 mL)。ただし、デシケータ (シリカゲル) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 1.0 mg をアセトン 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (7:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層版を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

(2) 本品 5 mg をメタノール/希酢酸混液 (7:3) 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/希酢酸混液 (7:3) 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 20 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、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、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のリンコフィリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリンコフィリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「チョウトウコウ」の成分含量測定法の試験条件を準用する。面積測定範囲: 溶媒のピークの後からリンコフィリンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「チョウトウコウ」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノール/希酢酸混液 (7:3) を加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μL から得たリンコフィリンのピーク面積が、標準溶液のリンコフィリンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

リン酸 H_3PO_4 [K 9005, りん酸, 特級]

リン酸一水素カリウム リン酸水素二カリウム を見よ。

リン酸一水素カリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.3 リン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.3 を見よ。

リン酸一水素カリウム試液, 1 mol/L, 緩衝液用 リン酸水素二カリウム試液, 1 mol/L, 緩衝液用 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム リン酸水素二ナトリウム十二水和物 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム, 無水 リン酸水素二ナトリウム, 無水 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム, 無水, pH 測定用 リン酸水素二ナトリウム, pH 測定用 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸塩緩衝液, pH 5.4 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.4 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 4.5 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 4.5 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.0 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.0 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム試液 リン酸水素二ナトリウム試液 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液, 0.05 mol/L を見よ。

リン酸一水素ナトリウム試液, 0.5 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液, 0.5 mol/L を見よ。

リン酸塩緩衝液, 0.01 mol/L, pH 6.8 リン酸二水素カリウム 1.36 g を水 900 mL に溶かし、0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 6.8 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 3.0 リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.1 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 → 10) を用いて pH を 3.0 に調整する。

リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 3.5 リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.1 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 → 10) を用いて pH を 3.5 にする。

リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 8.0 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に水 300 mL を加え、水酸化ナトリウム試液で pH を 8.0 に調整し、水を加えて 500 mL

とする。

リン酸塩緩衝液, 0.03 mol/L, pH 7.5 リン酸二水素カリウム 4.083 g を水 800 mL に溶かし, 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.5 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 3.5 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 1000 mL に, 薄めたリン酸(49 → 10000)を加えて pH を 3.5 に調整する。

リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 6.0 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5.70 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 7.0 リン酸水素二カリウム 4.83 g 及びリン酸二水素カリウム 3.02 g を水 1000 mL に溶かし, リン酸又は水酸化カリウム試液を加えて pH 7.0 に調整する。

リン酸塩緩衝液, 1/15 mol/L, pH 5.6 リン酸二水素カリウム 9.07 g を水約 750 mL に溶かし, 水酸化カリウム試液を加えて pH を 5.6 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 4.5 リン酸二水素カリウム 13.61 g を水 750 mL に溶かし, 水酸化カリウム試液を加えて pH を 4.5 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 5.3 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.44 g 及びリン酸二水素カリウム 13.32 g を水 750 mL に溶かし, 水酸化ナトリウム試液又はリン酸を加えて pH を 5.3 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 6.8 リン酸二水素カリウム 6.4 g 及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物 18.9 g を水 750 mL に溶かし, 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 6.8 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 17.9 g を水に溶かし, 500 mL とした液に, リン酸二水素カリウム 6.8 g を水に溶かし, 500 mL とした液を pH 7.0 になるまで加える (容量比約 2:1)。

リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0 無水リン酸水素二ナトリウム 13.2 g 及びリン酸二水素カリウム 0.91 g を水約 750 mL に溶かし, リン酸を加えて pH を 8.0 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0, 抗生物質用 リン酸水素二カリウム 16.73 g 及びリン酸二水素カリウム 0.523 g を水 750 mL に溶かし, リン酸を加えて pH を 8.0 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.2 mol/L, pH 10.5 リン酸水素二カリウム 34.8 g を水 750 mL に溶かし, 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 10.5 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 3.0 リン酸二水素カリウム 136 g を水に溶かし, 1000 mL とする。この液にリン酸を滴加し, pH を 3.0 に調整する。

リン酸塩緩衝液, pH 3.1 リン酸二水素カリウム 136.1 g を水 500 mL に溶かし, リン酸 6.3 mL を加えた後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 5.9 リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 800 mL に溶かし, 薄めた水酸化カリウム試液 (1 → 10) を加えて pH を 5.9 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 6.0 リン酸二水素カリウム 8.63 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 1.37 g を水 750 mL に溶かし, 水酸化ナトリウム試液又は薄めたリン酸 (1 → 15) を加えて pH を 6.0 に調整した後, 水を加えて 1000 mL にする。

リン酸塩緩衝液, pH 6.2 リン酸二水素カリウム 9.08 g を水 1000 mL に溶かす。この液 800 mL に, 無水リン酸水素二ナトリウム 9.46 g を水 1000 mL に溶かした液 200 mL を加える。必要ならば, 更にいずれかの液を加えて pH を 6.2 に調整する。

リン酸塩緩衝液, pH 6.5 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 15.20 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 6.5, 抗生物質用 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 10.5 g 及びリン酸二水素カリウム 5.8 g を水 750 mL に溶かし, 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 6.5 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 6.8 リン酸二水素カリウム 3.40 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 3.55 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 7.0 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 29.54 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 7.2 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 34.7 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 7.4 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 39.50 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 8.0 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 46.1 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 12 無水リン酸水素二ナトリウム 5.44 g をとり, 水酸化ナトリウム試液 36.5 mL を加えた後, 水約 40 mL を加えてよく振り混ぜて溶かし, 水を加えて 100 mL とする。

リン酸塩緩衝液, サイコ成分含量測定用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 100 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 59 mL を加える。

リン酸塩緩衝液, パンクレアチン用 無水リン酸水素二ナトリウム 3.3 g, リン酸二水素カリウム 1.4 g 及び塩化ナトリウム 0.33 g を水に溶かし, 100 mL とする。

リン酸塩緩衝液, ブシ用 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 19.3 g を水 3660 mL に溶かし, リン酸 12.7 g を加える。

リン酸塩緩衝液, マイクロプレート洗浄用 リン酸二水素ナトリウム十二水和物 0.62 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 9.48 g, 塩化ナトリウム 52.6 g, ポリソルベート 80 3.0 g 及びポリオキシエチレン (40) オクチルフェニルエーテル 1.8 g を水に溶かし, 600 mL とする。用時, この液 1 容に水 9 容を加える。

リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液, 0.01 mol/L, pH 7.4
リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.93 g, リン酸二水素カリウム 0.25 g 及び塩化ナトリウム 9 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 塩化ナトリウム 8.0 g, 塩化カリウム 0.2 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.9 g 及びリン酸二水素カリウム 0.2 g に水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

リン酸塩試液 リン酸水素二カリウム 2.0 g 及びリン酸二水素カリウム 8.0 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

リン酸コデイン, 定量用 $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot 1/2 H_2O$ [医薬品各条, 「コデインリン酸塩水和物」ただし, 換算した脱水物に対し, コデインリン酸塩 ($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

リン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液, pH 2.0 リン酸 6.77 mL, 酢酸 (100) 5.72 mL 及びホウ酸 6.18 g を水に溶かし, 1000 mL とする。この液に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH 2.0 に調整する。

リン酸三ナトリウム十二水和物 $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ [K 9012, リン酸三ナトリウム・12水, 特級]

リン酸ジヒドロコデイン, 定量用 $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$ [医薬品各条, 「ジヒドロコデインリン酸塩」ただし, 換算した乾燥物に対し, ジヒドロコデインリン酸塩 ($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

リン酸水素アンモニウムナトリウム リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 を見よ。

リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 $NaNH_2HPO_4 \cdot 4H_2O$ [K 9013, リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物, 特級]

リン酸水素二アンモニウム $(NH_4)_2HPO_4$ [K 9016, リン酸水素二アンモニウム, 特級]

リン酸水素二カリウム K_2HPO_4 [K 9017, リン酸水素二カリウム, 特級]

リン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.3 緩衝液用 1 mol/L リン酸水素二カリウム試液 100 mL に緩衝液用 1 mol/L クエン酸試液 38 mL 及び水を加えて 200 mL とする。

リン酸水素二カリウム試液, 1 mol/L, 緩衝液用 リン酸水素二カリウム 174.18 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

リン酸水素二ナトリウム, pH 測定用 Na_2HPO_4 [K 9020, リン酸水素二ナトリウム, pH 標準液用]

リン酸水素二ナトリウム, 無水 Na_2HPO_4 [K 9020, リン酸水素二ナトリウム, 特級]

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液, pH 3.0 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 3.0 を見よ。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液, pH 5.4 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.4 を見よ。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, 0.05 mol/L, pH 6.0 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000 mL に, クエン酸一水和物 5.25 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加え, pH 6.0 に調整する。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 3.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 35.8 g を水に溶かし, 500 mL とする。この液に, クエン酸一水和物 42.0 g を水に溶

かして 2000 mL とした液を, pH 3.0 になるまで加える。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 4.5 クエン酸一水和物 21.02 g を水に溶かし, 1000 mL とする。この液に, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 35.82 g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH 4.5 になるまで加える。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.4 クエン酸一水和物 1.05 g 及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.92 g を水 200 mL に溶かし, 必要ならばリン酸又は水酸化ナトリウム試液を加えて pH 5.4 に調整する。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 71.6 g を水に溶かし, 1000 mL とする。この液に, クエン酸一水和物 21.0 g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH 6.0 になるまで加える (容量比約 63:37)。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 7.2 無水リン酸水素二ナトリウム 7.1 g を水に溶かし, 1000 mL とする。この液に, クエン酸一水和物 5.3 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて pH 7.2 に調整する。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, ペニシリン由来 β -ガラクトシダーゼ用, pH 4.5 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 71.6 g を水に溶かし, 1000 mL とする。この液に, クエン酸一水和物 21.0 g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH 4.5 になるまで加える (容積比約 44:56)。

リン酸水素二ナトリウム試液 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 12 g を水に溶かし, 100 mL とする (0.3 mol/L)。

リン酸水素二ナトリウム試液, 0.05 mol/L 無水リン酸水素二ナトリウム 7.098 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

リン酸水素二ナトリウム試液, 0.5 mol/L 無水リン酸水素二ナトリウム 70.982 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

リン酸水素二ナトリウム十二水和物 $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ [K 9019, リン酸水素二ナトリウム・12水, 特級]

リン酸テトラブチルアンモニウム $(C_4H_9)_4NH_2PO_4$ 白色の粉末で, 水にやや溶けやすい。

含量 97.0 % 以上。定量法 本品 1.5 g を精密に量り, 水 80 mL に溶かし, 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

$$= 169.7 \text{ mg } (C_4H_9)_4NH_2PO_4$$

リン酸ナトリウム リン酸三ナトリウム十二水和物 を見よ。

リン酸ナトリウム緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 17.9 g を水に溶かし, 500 mL とした液に, リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g を水に溶かし, 500 mL とした液を pH 7.0 になるまで加える。

リン酸ナトリウム試液 無水リン酸水素二ナトリウム 5.68 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 6.24 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

リン酸二水素アンモニウム $NH_4H_2PO_4$ [K 9006, リン酸二水素アンモニウム, 特級]

リン酸二水素アンモニウム試液, 0.02 mol/L リン酸二水素アンモニウム 2.30 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

リン酸二水素カリウム KH_2PO_4 [K 9007, リン酸二水素カリウム, 特級]

リン酸二水素カリウム, pH 測定用 KH_2PO_4 [K 9007, リン酸二水素カリウム, pH 標準液用]

リン酸二水素カリウム試液, 0.02 mol/L リン酸二水素カリウム 2.72 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.05 mol/L, pH 3.0 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH を 3.0 に調整する.

リン酸二水素カリウム試液, 0.05 mol/L, pH 4.7 リン酸二水素カリウム 6.80 g を水 900 mL に溶かし, 希水酸化ナトリウム試液で pH を正確に 4.7 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム 13.61 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.1 mol/L, pH 2.0 リン酸二水素カリウム 13.6 g を水に溶かし, 1000 mL とする. この液にリン酸を加えて pH を 2.0 に調整する.

リン酸二水素カリウム試液, 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム 27.22 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.2 mol/L, 緩衝液用 pH 測定用リン酸二水素カリウム 27.218 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.25 mol/L, pH 3.5 リン酸二水素カリウム 34 g を水 900 mL に溶かし, リン酸を加えて pH を 3.5 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.33 mol/L リン酸二水素カリウム 4.491 g を水に溶かし, 100 mL とする.

リン酸二水素ナトリウム リン酸二水素ナトリウム二水和物を見よ.

リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L, pH 2.6 リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水 900 mL に溶かし, リン酸で pH を正確に 2.6 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする.

リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L, pH 3.0 リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.45 g を水 500 mL に溶かし, リン酸 2.45 g を水で 500 mL とした液を加え, pH を 3.0 に調整する.

リン酸二水素ナトリウム試液, 0.1 mol/L リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水 450 mL に溶かし, 水酸化ナトリウム試液で pH を正確に 5.8 に調整し, 水を加えて 500 mL とする.

リン酸二水素ナトリウム試液, 0.1 mol/L, pH 3.0 リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.60 g を水 900 mL に溶かし, リン酸を加えて pH を 3.0 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする.

リン酸二水素ナトリウム試液, 2 mol/L リン酸二水素ナトリウム二水和物 312.02 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素ナトリウム試液, pH 2.5 リン酸二水素ナトリウム二水和物 2.7 g を水 1000 mL に溶かし, リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する.

リン酸二水素ナトリウム二水和物 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K 9009,

リン酸二水素ナトリウム二水和物, 特級]

リン酸二水素ナトリウム, 無水 NaH_2PO_4 白色の粉末又は結晶性の粉末で, 水に溶けやすく, エタノール (99.5) に極めて溶けにくい. 吸湿性がある.

本品の水溶液は, 酸性である.

リン酸リボフラビンナトリウム $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{NaO}_9\text{P}$ [医薬品各条, 「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」]

リン酸・硫酸ナトリウム緩衝液, pH 2.3 無水硫酸ナトリウム 28.4 g を水 1000 mL に溶かし, 更にリン酸 2.7 mL を加える. 必要ならば 2-アミノエタノールを加えて pH を 2.3 に調整する.

リントングステン酸 リントングステン酸 n 水和物 を見よ. リントングステン酸 n 水和物 $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 24\text{WO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 白色〜帯黄緑色の結晶又は結晶性の粉末である.

確認試験 本品の水溶液 (1 → 10) 5 mL に, 酸性塩化スズ (II) 試液 1 mL を加え, 加熱するとき, 青色の沈殿を生じる.

リントングステン酸試液 リントングステン酸 n 水和物 1 g を水に溶かし, 100 mL とする.

リンモリブデン酸 リンモリブデン酸 n 水和物 を見よ.

リンモリブデン酸 n 水和物 $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 24\text{MoO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 10) 10 mL に, アンモニア試液 0.5 mL を加えるとき, 黄色の沈殿を生じ, アンモニア試液 2 mL を加えるとき, 沈殿は溶ける. 更に硝酸 (1 → 2) 5 mL を加えるとき, 黄色の沈殿を生じる.

(2) 本品の水溶液 (1 → 10) 5 mL に, アンモニア試液 1 mL 及びマグネシア試液 1 mL を加えるとき, 白色の沈殿を生じる.

ルテオリン, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_6$ 淡黄色〜黄褐色の結晶性の粉末である. メタノール又はエタノール (99.5) に溶けにくく, 水にほとんど溶けない. 融点: 約 310°C (分解).

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μL につき, 「キクカ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない.

レイン, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_6$ 黄色の粉末である. アセトンに極めて溶けにくく, メタノール, エタノール (99.5) 又は水にほとんど溶けない. 融点: 約 320°C (分解).

確認試験 本品のメタノール溶液 (3 → 500000) につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 228 ~ 232 nm, 255 ~ 259 nm 及び 429 ~ 433 nm に吸収の極大を示す.

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をアセトン 10 mL に溶かした液 2 μL につき, 「大黃甘草湯エキス」の確認試験 (1) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない.

レザズリン $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{NaO}_4$ 帯褐紫色の結晶性粉末で, 水に溶けて紫色を呈する.

強熱残分 (2.44) 28.5 % 以下 (1 g).

レジブフォゲニン, 成分含量測定用 $C_{24}H_{32}O_4 \cdot nH_2O$ 白色の結晶性の粉末で, においはない。

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1cm}$ (300 nm): 131 ~ 145 (0.01 g, メタノール, 250 mL). ただし, デシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥したもの。

純度試験 類縁物質 本品 0.04 g を精密に量り, 以下成分含量測定用ブファリンの純度試験を準用する。

含量 98.0 % 以上. 含量測定法 本品をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し, その約 10 mg を精密に量り, メタノールを加えて溶かし, 正確に 10 mL とし, 試料溶液とする. この液 20 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う. 各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりレジブフォゲニンの量を求める。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 300 nm)

カラム: 内径 4 ~ 6 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフィー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)

流量: レジブフォゲニンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定: 成分含量測定用ブファリン, 成分含量測定用シノブファギン及び成分含量測定用レジブフォゲニン 0.01 g ずつをメタノールに溶かして 200 mL とする. この液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ブファリン, シノブファギン, レジブフォゲニンの順に溶出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度: 試料溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液 (1) とする. この溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (2) とする. 標準溶液 (2) 20 μ L から得たレジブフォゲニンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する. また, 標準溶液 (1) 20 μ L から得たレジブフォゲニンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後と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レジブフォゲニンの保持時間の約 2 倍の範囲

レジブフォゲニン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{24}H_{32}O_4 \cdot nH_2O$ 白色の結晶性の粉末で, においはない. メタノール又はアセトンに溶けやすい。

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg にアセトン 5 mL を正確に加えて溶かした液 5 μ L につき, 「センソ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

レゾルシノール $C_6H_4(OH)_2$ [K 9032, 特級]

レゾルシノール試液 レゾルシノール 0.1 g を塩酸 10 mL に溶かす, 用時製する。

レゾルシノール・硫酸試液 レゾルシノール 0.1 g を薄めた硫酸 (1 → 10) 10 mL に溶かす。

レゾルシン レゾルシノール を見よ。

レゾルシン試液 レゾルシノール試液 を見よ。

レゾルシン硫酸試液 レゾルシノール・硫酸試液 を見よ。

レボチロキシナトリウム $C_{15}H_{11}NNaO_4 \cdot nH_2O$ [医薬品各条, 「レボチロキシナトリウム水和物」]

レボチロキシナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用 [医薬品各条, 「レボチロキシナトリウム水和物」ただし, 「レボチロキシナトリウム水和物」の純度試験 (3) を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.26 の主スポット以外のスポットを認めないもの]

L-ロイシン $C_6H_{13}NO_2$ [医薬品各条]

ロガニン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{26}O_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である. 水にやや溶けやすく, メタノールにやや溶けにくく, エタノール (99.5) に極めて溶けにくい. 融点: 221 ~ 227 °C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 2 mL に溶かした液 10 μ L につき, 「サンシュユ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

ローズベンガル 生薬の微生物限度試験法 (5.02) を見よ。

ローズベンガル試液 生薬の微生物限度試験法 (5.02) を見よ。

ロック・リングル試液

塩化ナトリウム	9.0 g
塩化カリウム	0.42 g
塩化カルシウム二水和物	0.24 g
塩化マグネシウム六水和物	0.2 g
炭酸水素ナトリウム	0.5 g
ブドウ糖	0.5 g
硬質フラスコで新たに蒸留した水	適量

全量 1000 mL

用時製する. ただし, ブドウ糖, 炭酸水素ナトリウム以外の成分は濃厚な原液として冷所に保存し, 用時薄めて用いてもよい。

ワセリン [医薬品各条, 「黄色ワセリン」又は「白色ワセリン」]

ワルファリンカリウム, 定量用 $C_{19}H_{15}KO_4$ [医薬品各条, 「ワルファリンカリウム」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ワルファリンカリウム ($C_{19}H_{15}KO_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

9.42 クロマトグラフィー用担体/充てん剤

アミノプロピルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲル アミノプロピルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル オクチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 強酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカゲル 強酸性イオン交換シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲル グリコールエーテル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 6 %） ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 6 %），液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 8 %） ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 8 %），液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲル シアノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子 ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用ジビニルベンゼン-メタクリラート共重合体 ジビニルベンゼン-メタクリラート共重合体，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂 弱酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用シリカゲル シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲル 親水性シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン共重合体 スチレン-ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲル 多孔質シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲル トリメチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲル フェニル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲル フェニルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカゲル フルオロシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲル ヘキサシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ ペンタエチレンヘキサミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ，液体クロマトグラフィー用 を見よ。

オクタデシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用 薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り） 薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルに蛍光剤を加えたもの。

オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

オクチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボン グラファイトカーボン，ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土 ケイソウ土，ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用シリカゲル シリカゲル，ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm） ゼオライト（孔径 0.5 nm），ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロニトリル-ジビニルベンゼン共重合体（孔径 0.06 ~ 0.08 μm ，100 ~ 200 m^2/g ） 多孔性アクリロニトリル-ジビニルベンゼン共重合体（孔径 0.06 ~ 0.08 μm ，100 ~ 200 m^2/g ），ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0075 μm ，500 ~ 600 m^2/g ） 多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0075 μm ，500 ~ 600 m^2/g ），ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0085 μm ，300 ~ 400 m^2/g ） 多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0085 μm ，300 ~ 400 m^2/g ），ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズ 多孔性ポリマービーズ，ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用テフロン テフロン，ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマー 四フッ化エチレンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 強酸性イオン交換樹脂, カラムクロマトグラフィー用 を見よ。

カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム 合成ケイ酸マグネシウム, カラムクロマトグラフィー用 を見よ。

カラムクロマトグラフィー用ジエチルアミノエチルセルロース ジエチルアミノエチルセルロース, カラムクロマトグラフィー用 を見よ。

カラムクロマトグラフィー用中性アルミナ 中性アルミナ, カラムクロマトグラフィー用 を見よ。

カラムクロマトグラフィー用ポリアミド ポリアミド, カラムクロマトグラフィー用 を見よ。

強酸性イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

強酸性イオン交換樹脂, カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの。

強酸性イオン交換シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

グラファイトカーボン, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

グリコールエーテル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用シリカゲルにグリコール基を結合したもの。

クロマトグラフィー用ケイソウ土 ケイソウ土, クロマトグラフィー用を見よ。

クロマトグラフィー用中性アルミナ 中性アルミナ, クロマトグラフィー用 を見よ。

ケイソウ土, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ケイソウ土, クロマトグラフィー用 クロマトグラフィー用に製造したもの。

ゲル型強酸性イオン交換樹脂 (架橋度 6%), 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ゲル型強酸性イオン交換樹脂 (架橋度 8%), 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

合成ケイ酸マグネシウム, カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの (粒度 150 ~ 250 μm)。

シアノプロピルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子, 液体クロマトグラフィー用 親水性合成高分子にジエチルアミノエチル基を結合して液体クロマトグラフィー用に製造したもの。交換容量は約 0.1 mg 当量/ cm^3 。

ジエチルアミノエチルセルロース, カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの。

ジビニルベンゼン-メタクリレート共重合体, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ジメチルシリル化シリカゲル (蛍光剤入り), 薄層クロマトグラフィー用 薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲルに蛍光剤を加えたもの。

弱酸性イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

シリカゲル, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (蛍光剤入り) 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルに蛍光剤を加えたもの。

シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (混合蛍光剤入り) 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルに混合蛍光剤を加えたもの。

シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (粒径 5 ~ 7 μm , 蛍光剤入り) 高性能薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

親水性シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造した多孔性ジオール化シリカゲルで, 粒子径 5 ~ 10 μm のもの。

スチレン-ジビニルベンゼン共重合体, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ゼオライト (孔径 0.5 nm), ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

セルロース, 薄層クロマトグラフィー用 薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

セルロース, 薄層クロマトグラフィー用 (蛍光剤入り) 薄層クロマトグラフィー用セルロースに蛍光剤を加えたもの。

多孔質シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

多孔性アクリロニトリル-ジビニルベンゼン共重合体 (孔径 0.06 ~ 0.08 μm , 100 ~ 200 m^2/g), ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体 (平均孔径 0.0075 μm , 500 ~ 600 m^2/g), ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。平均孔径は 0.0075 μm , 表面積は 1 g につき 500 ~ 600 m^2 である。

多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体 (平均孔径 0.0085 μm , 300 ~ 400 m^2/g), ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。平均孔径は 0.0085 μm , 表面積は 1 g につき 300 ~ 400 m^2 である。

多孔性ポリマービーズ, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

中性アルミナ, カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの。

中性アルミナ, クロマトグラフィー用 クロマトグラフィー用に製造したもの (粒度 75 ~ 180 μm)。

テフロン, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

トリメチルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル (蛍光剤入り) オクタデシルシリル化シリカゲル, 薄層クロ

マトグラフィー用（蛍光剤入り）を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り），薄層クロマトグラフィー用を見よ。

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用を見よ。

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）を見よ。

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（混合蛍光剤入り）を見よ。

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径 5 ~ 7 μm ，蛍光剤入り）シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（粒径 5 ~ 7 μm ，蛍光剤入り）を見よ。

薄層クロマトグラフィー用セルロース セルロース，薄層クロマトグラフィー用を見よ。

薄層クロマトグラフィー用セルロース（蛍光剤入り）セルロース，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ポリアミド ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ポリアミド（蛍光剤入り）ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）を見よ。

ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

フェニル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

フェニルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

フルオロシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ヘキサシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ペンタエチレンヘキサアミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリアミド，カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用 薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）薄層クロマトグラフィー用ポリアミドに蛍光剤を加えたもの。

四フッ化エチレンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

9.43 ろ紙，ろ過フィルター，試験紙，ろつぼ等

ガラスウール [K 8251，特級]

ガラス繊維 ガラスウール を見よ。

ガラスろ過器 [R 3503，化学分析用ガラス器具，ブフナー漏斗形ガラスろ過器]

G3：ろ過板の細孔径が 20 ~ 30 μm のもの，

G4：ろ過板の細孔径が 5 ~ 10 μm のもの

クルクマ紙 *Curcuma longa* Linné の乾燥した根茎の粉末 20

g を冷水 100 mL ずつで 4 回浸出し，毎回静置して上澄液を傾斜して除く。残留物を 100 °C を超えない温度で乾燥する。これにエタノール (95) 100 mL を加えて数日間浸出した後，ろ過する。このエタノール (95) 浸出液にろ紙を浸し，清浄な空气中で自然に乾燥させて製する。

鋭敏度 塩酸 1 mL 及び水 4 mL の混液にホウ酸 1 mg を溶かす。この液に長さ約 1.5 cm の本品を浸し，1 分後取り出し，風乾するとき，その黄色は褐色に変わり，これをアンモニア試液で潤すとき，緑黒色に変わる。

コンゴレッド紙 ろ紙をコンゴレッド試液に浸した後，風乾して製する。

酢酸鉛紙 酢酸鉛 (II) 紙 を見よ。

酢酸鉛 (II) 紙 通例 6 × 8 cm のろ紙を酢酸鉛 (II) 試液に浸し，過量の液を除いた後，金属に触れないようにして 100 °C で乾燥する。

磁製ろつぼ [R 1301，化学分析用磁製ろつぼ]

青色リトマス紙 リトマス紙，青色 を見よ。

赤色リトマス紙 リトマス紙，赤色 を見よ。

定量分析用ろ紙 ろ紙，定量分析用 を見よ。

ホスゲン紙 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 5 g 及びジフェニルアミン 5 g をエタノール (99.5) 100 mL に溶かす。この液に幅 5 cm のろ紙を浸し，暗所で清浄な空気中につり下げて自然乾燥する。紙片の上下端 5 cm ずつを切り捨て，残部を長さ 7.5 cm ずつの紙片に切って製する。

貯法 遮光した気密容器に保存する。黄変したものは用いない。

ヨウ化亜鉛デンブレン紙 新たに製したヨウ化亜鉛デンブレン試液に定量分析用ろ紙を浸し，清浄な室で乾燥して製する。

貯法 共栓瓶に入れ，光及び湿気を避けて保存する。

ヨウ化カリウムデンブレン紙 新たに製したヨウ化カリウムデンブレン試液にろ紙を浸し，清浄な室で乾燥して製する。共栓瓶に入れ，光及び湿気を避けて保存する。

ヨウ素酸カリウムデンブレン紙 ヨウ素酸カリウム溶液 (1 → 20) と新たに製したデンブレン試液の等容量混液にろ紙を浸して清浄な室で乾燥して製する。

貯法 共栓瓶に入れ，光及び湿気を避けて保存する。

リトマス紙，青色 [K 9071，リトマス紙，青色リトマス紙]

リトマス紙，赤色 [K 9071，リトマス紙，赤色リトマス紙]

ろ紙 [P 3801，ろ紙 (化学分析用)，定性分析用ろ紙]

1 種：粗大ゼラチン状沈殿用，2 種：中位の大きさの沈殿用，3 種：微細沈殿用，4 種：微細沈殿用の硬質ろ紙

ろ紙，定量分析用 [P 3801，ろ紙 (化学分析用)，定量分析用ろ紙]

5 種 A：粗大ゼラチン状沈殿用，5 種 B：中位の大きさの沈殿用，5 種 C：微細沈殿用，6 種：微細沈殿用の薄いろ紙

9.44 標準粒子等

α -アルミナ，熱分析用 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 熱分析用に製造したもの。

α -アルミナ，比表面積測定用 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 比表面積測定用に製造したもの。

インジウム，熱分析用 熱分析用に製造したもの。ただし，純度 99.99 % 以上のものを用いる。

校正球, 粒子密度測定用 粒子密度測定用に製した, 体積既知の装置校正用の球. なお, 校正球の体積は小数第 3 位 (0.001 cm³) まで, 正確に求められている必要がある.

スズ, 熱分析用 [K 8580, すず, 特級. ただし, 純度 99.99 % 以上のもの]

ニッケル, 熱分析用 [K 9062, ニッケル, 特級. ただし, 純度 99.99 % 以上のもの]

熱分析用 α -アルミナ α -アルミナ, 熱分析用 を見よ.

熱分析用インジウム インジウム, 熱分析用 を見よ.

熱分析用スズ スズ, 熱分析用 を見よ.

熱分析用ニッケル ニッケル, 熱分析用 を見よ.

光遮蔽型自動微粒子測定器校正用標準粒子 標準粒子, 光遮蔽型自動微粒子測定器校正用 を見よ.

比表面積測定用 α -アルミナ α -アルミナ, 比表面積測定用 を見よ.

標準粒子, 光遮蔽型自動微粒子測定器校正用 プラスチック製の球状の粒子で, 大きさ及び数が既知のもの.

粒子密度測定用校正球 校正球, 粒子密度測定用 を見よ.

計量器・用器, 温度計等

9.61 波長及び透過率校正用光学フィルター

波長校正用光学フィルター及び透過率校正用光学フィルターは, それぞれ表 9.61-1 及び表 9.61-2 に示すものを用いる. なお, 透過率校正用光学フィルターは, 吸光度の校正にも用いる.

表 9.61-1 波長校正用光学フィルター

フィルターの種類	波長校正範囲 (nm)	品名
波長校正用ネオジム光学フィルター	400 ~ 750	JCRM 001
波長校正用ホルミウム光学フィルター	250 ~ 600	JCRM 002

表 9.61-2 透過率校正用光学フィルター

フィルターの種類	校正透過率 (%)	品名
透過率用可視域光学フィルター	1	JCRM 101
	10	JCRM 110
	20	JCRM 120
	30	JCRM 130
	40	JCRM 140
透過率用紫外域光学フィルター	50	JCRM 150
	10	JCRM 210 A
	30	JCRM 230 A
透過率用近紫外域光学フィルター	50	JCRM 250 A
	10	JCRM 310
	30	JCRM 330
	50	JCRM 350

9.62 計量器・用器

計量器は日本薬局方における試験において, 計量に用いる器具又は機械である.

用器は日本薬局方における試験において, その条件をなるべく一定にするために定めた器具である.

化学用体積計 全量フラスコ (メスフラスコ), 全量ピペット, プッシュボタン式液体用微量体積計, ビュレット及びメスシリンダーは日本工業規格に適合したものを用いる.

カシアフラスコ 硬質ガラス製, 首部に容量目盛り線のある共栓付きフラスコで, 図 9.62-1 に示すものを用いる.

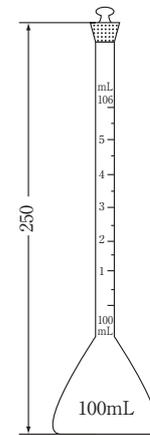
ネスラー管 無色, 厚さ 1.0 ~ 1.5 mm の硬質ガラス製, 共栓付き円筒で, 図 9.62-2 に示すものを用いる. ただし, それぞれの管の 50 mL 目盛り線の高さの差が 2 mm 以下のものを用いる.

はかり及び分銅

- (1) 化学はかり 0.1 mg まで読み取れるものを用いる.
- (2) セミマイクロ化学はかり 0.01 mg まで読み取れるものを用いる.
- (3) マイクロ化学はかり 0.001 mg まで読み取れるものを用いる.
- (4) 分銅 器差試験を行ったものを用いる.

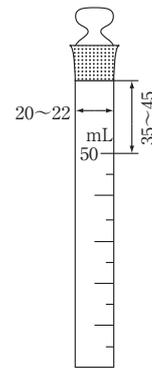
混合ガス調製器 硬質ガラス製で図 9.62-3 に示すものを用いる.

ふるい 表 9.62 に示す規格のものを用いる. それぞれの名称はふるい番号又は呼び寸法 (μm) とする.



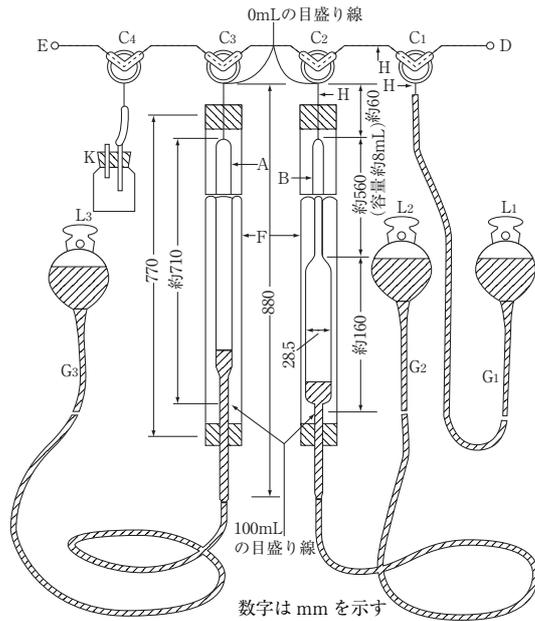
数字は mm を示す

図 9.62-1



数字は mm を示す

図 9.62-2



- A : ガスビュレット (容量 100 mL, 内径は約 13.7 mm で 0.2 mL 目盛り. ただし, 下部の細い部分は 0.1 mL 目盛り)
- B : ガスビュレット (容量 100 mL, 上部の内径は約 4.2 mm で 0.02 mL 目盛り. 下部の内径は約 28.5 mm で 1 mL 目盛り)
- C : (C₁, C₂, C₃ 及び C₄) : 三方コック
- D : 試料取口 (前方に 20 mm の長さに曲げる.)
- E : 混合ガス導入口 (前方に 20 mm の長さに曲げる.)
- F : 外筒 (長さ約 770 mm, 外径約 40 mm, 室温の水をほとんど全満する.)
- G : 内径約 4 mm の肉厚ゴム管 (G₁ の長さは約 80 cm, G₂ 及び G₃ は約 120 cm)
- H : 肉厚毛细管 (内径約 1 mm)
- K : 受瓶
- L : 水準球 (水銀を L₁ には約 50 mL, L₂ 及び L₃ には約 150 mL 入れる.)

図 9.62-3

表 9.62 ふるいの規格

ふるい番号	呼び寸法 (μm)	ふるいの規格				
		ふるいの目開き			針 金 (mm)	
		寸 法 (mm)	許 容 差 (mm)		径	許 容 差
	平 均	最 大				
3.5	5600	5.60	± 0.14	0.42	1.66	± 0.040
4	4750	4.75	± 0.118	0.41	1.60	± 0.040
4.7	4000	4.00	± 0.100	0.37	1.40	± 0.040
5.5	3350	3.35	± 0.100	0.32	1.27	± 0.030
6.5	2800	2.80	± 0.084	0.28	1.11	± 0.030
7.5	2360	2.36	± 0.070	0.24	1.03	± 0.030
8.6	2000	2.00	± 0.060	0.20	0.953	± 0.030
10	1700	1.70	± 0.051	0.17	0.840	± 0.025
12	1400	1.40	± 0.042	0.14	0.717	± 0.025
14	1180	1.18	± 0.035	0.14	0.634	± 0.025
16	1000	1.00	± 0.030	0.14	0.588	± 0.025
18	850	0.850	± 0.030	0.127	0.523	± 0.025
22	710	0.710	± 0.028	0.112	0.450	± 0.025
26	600	0.600	± 0.024	0.101	0.390	± 0.020
30	500	0.500	± 0.020	0.089	0.340	± 0.020
36	425	0.425	± 0.017	0.081	0.290	± 0.020
42	355	0.355	± 0.013	0.072	0.250	± 0.020
50	300	0.300	± 0.012	0.065	0.208	± 0.015
60	250	0.250	± 0.0099	0.058	0.173	± 0.015
70	212	0.212	± 0.0087	0.052	0.151	± 0.015
83	180	0.180	± 0.0076	0.047	0.126	± 0.015
100	150	0.150	± 0.0066	0.043	0.104	± 0.015
119	125	0.125	± 0.0058	0.038	0.088	± 0.015
140	106	0.106	± 0.0052	0.035	0.075	± 0.010
166	90	0.090	± 0.0046	0.032	0.063	± 0.010
200	75	0.075	± 0.0041	0.029	0.052	± 0.010
235	63	0.063	± 0.0037	0.026	0.045	± 0.005
282	53	0.053	± 0.0034	0.024	0.037	± 0.005
330	45	0.045	± 0.0034	0.022	0.032	± 0.005
391	38	0.038	± 0.0026	0.018	0.027	± 0.005

表 9.63 浸線付温度計

	1号	2号	3号	4号	5号	6号
液 体	水 銀	水 銀	水 銀	水 銀	水 銀	水 銀
液上に満たす気体	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン
温度範囲	-17~50℃	40~100℃	90~150℃	140~200℃	190~250℃	240~320℃
最小目盛り	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃
長目盛線	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと
目盛数字	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと
全長 (mm)	280~300	280~300	280~300	280~300	280~300	280~300
幹の直径 (mm)	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3
水銀球の長さ (mm)	12~18	12~18	12~18	12~18	12~18	12~18
水銀球の下端から最低目盛線までの距離 (mm)	75~90	75~90	75~90	75~90	75~90	75~90
温度計の上端から最高目盛線までの距離 (mm)	35~65	35~65	35~65	35~65	35~65	35~65
水銀球の下端から浸線までの距離 (mm)	58~62	58~62	58~62	58~62	58~62	58~62
頂部形状	環状	環状	環状	環状	環状	環状
検査温度	-15℃, 15℃, 45℃	45℃, 70℃, 95℃	95℃, 120℃, 145℃	145℃, 170℃, 195℃	195℃, 220℃, 245℃	245℃, 280℃, 315℃
許容誤差	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.3℃ (ただし、検査温度195℃のとき、0.2℃)	0.4℃ (ただし、検査温度315℃のとき、0.5℃)

9.63 温度計

温度計 通例、浸線付温度計（棒状）又は日本工業規格の全没式水銀温度計（棒状）の器差試験を行ったものを用いる。ただし、凝固点測定法、融点測定法（第1法）、沸点測定法及び蒸留試験法には浸線付温度計（棒状）を用いる。（表9.63）