

温度計を規定する一般試験法及び医薬品各条の改正案(意見募集)

1

2

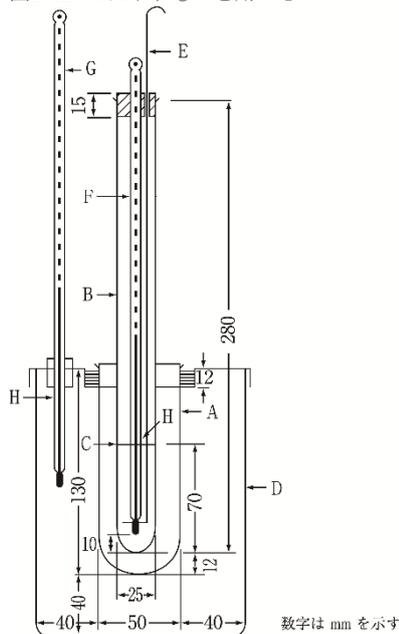
3 2.42 凝固点測定法

4 次のように改める。

5 凝固点は、次の方法で測定する。

6 1. 装置

7 図2.42-1に示すものを用いる。



8

- 9 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.)
 10 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
 11 ン油を塗る。ただし、試料に接する部分には塗らない。A中に差し込み、
 12 コルク栓で固定する。)
 13 C: 標線
 14 D: ガラス製又はプラスチック製浴
 15 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
 16 輪状にしたもの。)
 17 F: 浸線付温度計(温度計(9.63)の表9.63-1)
 18 G: 温度計
 19 H: 浸線

20 図2.42-1

21 2. 操作法

22 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
 23 は、予想した凝固点よりも20℃以上高くならないように注意
 24 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
 25 製浴Dに予想した凝固点よりも5℃低い温度の水をほぼ全満す
 26 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
 27 り10～15℃低くする。

28 試料をBに入れ、A中に差し込み、浸線付温度計F(温度計
 29 (9.63)の表9.63-1)の浸線Hを試料のメニスカスに合わせた後、
 30 試料の温度が予想した凝固点よりも5℃高い温度まで冷却され
 31 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、
 32 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
 33 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
 34 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

35 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、
 36 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
 37 度の範囲が0.2℃以内のとき、その平均値をとり、凝固点とす
 38 る。

39 3. 注意

40 過冷の状態が予想されるときは、Bの内壁をこするか、温度
 41 が予想される凝固点に近づいたとき、固体試料の薄片を投入し
 42 て凝固を促進させる。

43

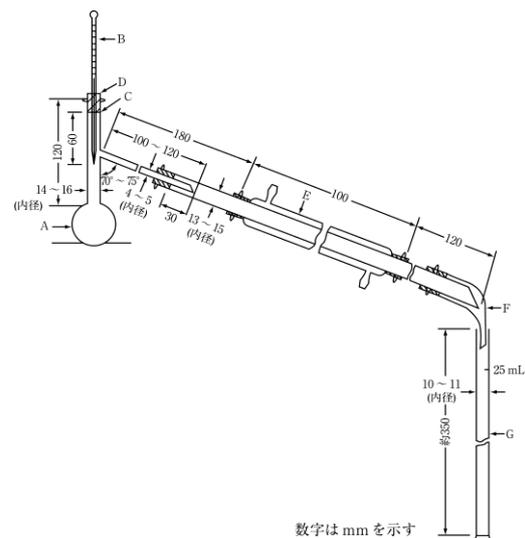
44

45 2.57 沸点測定法及び蒸留試験法

46 1.1. 装置及び1.2. 操作法の項を次のように改める。

47 1.1. 装置

48 図2.57-1に示すものを用いる。



49

- 50 A: 蒸留フラスコ
 51 B: 浸線付温度計(温度計(9.63)の表9.63-1)
 52 C: 浸線
 53 D: コルク栓
 54 E: 冷却器
 55 F: アダプター
 56 G: メスシリンダー(25 mL, 0.1 mL目盛りのあるもの)

57 図2.57-1

58 1.2. 操作法

59 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
 60 あるメスシリンダーGを用いて量り、内容50～60 mLの蒸留
 61 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、
 62 Aに沸騰石を入れ、浸線付温度計B(温度計(9.63)の表9.63-1)
 63 は浸線Cがコルク栓Dの下端にくるように、また、温度計の球
 64 部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
 65 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
 66 シリンダーGの口に僅かに空気が流通するようにして差し込む。
 67 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

68 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
69 [150 mm×150 mm、厚さ約6 mmの耐熱性断熱材料製の板(又
70 は150 mm×150 mmの金網に厚さ約6 mmの耐熱性断熱材料
71 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]
72 の穴にのせて加熱する。

73 別に規定するもののほか、測定温度200℃未満のものは1分
74 間4～5 mL、200℃以上のものは1分間3～4 mLの留出速度
75 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
76 初めの試料の液温と等しくし、留分の容量を量る。

77 80℃以下で蒸留し始める液では、あらかじめ試料を10～
78 15℃に冷却してその容量を量り、蒸留中はメスシリンダーの
79 上部から25 mm以下を氷冷する。

80 気圧に対する温度の補正は0.36 kPaにつき0.1℃とし、気圧
81 101.3 kPa未満のときはこれに加え、101.3 kPaを超えるとき
82 はこれを減じる。

83
84

85 2.60 融点測定法

86 次のように改める。

87 融点とは、通例、結晶性物質が加熱により融解し、固相と液
88 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
89 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
90 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
91 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
92 いられるほか、純度の指標ともなる。

93 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、
94 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
95 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
96 の融点は第3法により測定する。

97 測定は、別に規定するもののほか、第1法により行う。

98 1. 第1法

99 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
100 適用する。

101 1.1. 装置

102 図2.60-1に示すものを用いる。ただし、図2.60-1に示すも
103 のと同等以上の真度及び精度を有する場合は、適格性評価を行
104 ったうえで攪拌、加温及び冷却操作等が自動化された装置を用
105 いることができる。

106 (i) 浴液：通例、常温における動粘度50～100 mm²/sの澄
107 明なシリコーン油を用いる。

108 (ii) 浸線付温度計(温度計(9.63)の表9.63-1)：測定温度範
109 囲により、1～6号の温度計がある。融点が50℃未満のときは
110 1号、40℃以上100℃未満のときは2号、90℃以上150℃未満の
111 ときは3号、140℃以上200℃未満のときは4号、190℃以上
112 250℃未満のときは5号、240℃以上320℃未満のときは6号を
113 用いる。

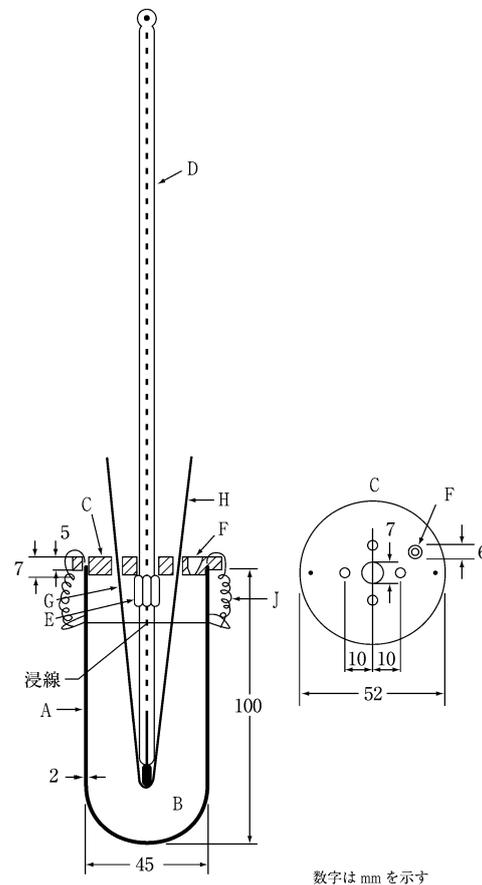
114 (iii) 毛細管：内径0.8～1.2 mm、長さ120 mm、壁の厚さ
115 0.2～0.3 mmで一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる。

116 1.2. 操作法

117 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

118 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
119 は、乾燥減量の項の条件で乾燥したのものを用いる。

120 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
121 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
122 落とし、はずませて固く詰め、層厚が2.5～3.5 mmとなるよ
123 うにする。



124

- 125 A：加熱容器(硬質ガラス製)
126 B：浴液
127 C：ポリテトラフルオロエチレン製蓋
128 D：浸線付温度計(温度計(9.63)の表9.63-1)
129 E：温度計固定ばね
130 F：浴液量加減用小孔
131 G：コイルスプリング
132 H：毛細管
133 J：ポリテトラフルオロエチレン製蓋固定ばね

134 図2.60-1 融点測定装置

135 浴液Bを加熱し、予想した融点の約10℃下の温度まで徐々に
136 上げ、浸線付温度計Dの浸線を浴液のメニスカスに合わせ、試
137 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
138 た部分が温度計の球部の中央にくるようにする。次に1分間に
139 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
140 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。

141 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
142 の温度計の示度を読み取り、融点とする。

143 1.2.1 装置適合性

144 装置適合性の確認は、装置適合性確認用標準品を用いて定期
145 的に行う。装置適合性確認用標準品は、2～5号温度計を用い
146 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
147 る融点を持つ六種の高純度物質(アセトアニリド、アセトフェ

148 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、
149 ワニリン)が選択されており、それぞれの物質の融点 MP
150 (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
151 せて温度計及び装置適合性確認用標準品を選択し、操作法に従
152 って装置適合性確認用標準品の融点を測定するとき、ワニリン
153 及びアセトアニリドの融点が $MP \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 、アセトフェネチジ
154 ン及びスルファニルアミドの融点が $MP \pm 0.8^{\circ}\text{C}$ 、スルファピ
155 リジン及びカフェインの融点が $MP \pm 1.0^{\circ}\text{C}$ の範囲にあるとき、
156 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
157 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
158 適合と判定されたとき、上記の操作法に従って試料の充填、温
159 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
160 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
161 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
162 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。
163 **2. 第2法**
164 脂肪、脂肪酸、パラフィン又はろうなどに適用する。
165 **2.1. 装置**
166 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
167 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
168 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
169 ので、両端を開いたものを用いる。
170 **2.2. 操作法**
171 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
172 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
173 する。毛細管から試料が流出しないように保ち、 10°C 以下で
174 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、
175 試料の位置が球部の中央外側にくるようにゴム輪で温度計に取
176 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
177 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。
178 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°C 低
179 い温度に達したとき、1分間に 1°C 上昇するように加熱を続け
180 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、
181 融点とする。
182 **3. 第3法**
183 ワセリン類に適用する。
184 **3.1. 装置**
185 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
186 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
187 を用いる。
188 **3.2. 操作法**
189 試料をよくかき混ぜながら徐々に $90 \sim 92^{\circ}\text{C}$ まで加熱して融
190 解した後、加熱をやめ、試料の融点より $8 \sim 10^{\circ}\text{C}$ 高い温度と
191 なるまで放冷する。温度計を 5°C 付近に冷却し、ぬぐって乾燥
192 し、直ちに球部の半分を試料中に差し込み、直ちに抜き取り、
193 垂直に保ち、放冷し、附着した試料が混濁してきたとき、
194 16°C 以下の水中に5分間浸す。次に試験管に温度計を挿入し、
195 温度計の下端と試験管の底との間が15 mmになるようにコルク
196 栓を用いて温度計を固定する。この試験管を約 16°C の水を
197 入れたビーカー中に吊るし、浴液の温度が 30°C になるまでは1
198 分間に 2°C 上昇するように、その後は1分間に 1°C 上昇するよう
199 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
200 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
201 が 1°C 未満のときはその平均値をとり、 1°C 以上のときは更に
202 この操作を2回繰り返し、合わせて5回の繰り返し試験の平均
203 値をとり、融点とする。
204

205 9.63 温度計

206 次のように改める。

207 温度計 通例，日本産業規格に適合した浸線付温度計(棒状)若
208 しくは全没式温度計(棒状)，又は日本産業規格に適合した測温209 抵抗体若しくはサーミスタ測温体を備えた温度測定装置を用い
210 る。ただし，凝固点測定法，融点測定法(第1法)，沸点測定法
211 及び蒸留試験法には表9.63-1に示した浸線付温度計(棒状)を
212 用いる。

213 表9.63-1 浸線付温度計

	1号	2号	3号	4号	5号	6号
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
球部の長さ(mm)	12 ~ 18	12 ~ 18	12 ~ 18	12 ~ 18	12 ~ 18	12 ~ 18
球部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
球部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℃	195℃ : 0.2℃ 220℃ : 0.3℃ 245℃ : 0.3℃	245℃ : 0.3℃ 280℃ : 0.4℃ 315℃ : 0.5℃

214

215

216

217 ステアリン酸

218 凝固点の項を次のように改める。

219 凝固点 装置は内径約25 mm，長さ約150 mmの試験管を，内
220 径約40 mm，長さ約160 mmの試験管の内側に取り付けられた構
221 造を持つものからなる。内側試験管は栓をし，その栓には最
222 小目盛りが0.2℃，全長約175 mmの温度計を球部♦の上端♦が
223 試験管の底から約15 mmの位置にくるように固定する。内
224 側試験管の栓は，更に下端に外径約18 mmの輪が直角に取
225 り付けられたガラス製又は他の適切な材料からなるかき混ぜ
226 棒を通す穴を開けたものとする。1 Lのビーカーの中央に上
227 記のようにジャケットを取り付けた構造を持つ内側試験管を
228 取り付け，そのビーカーには，適切な冷却液を上部から20
229 mm以内まで満たす。試料をあらかじめ加温して溶かし，内
230 側試験管に温度計の球部が十分にかくれるまで入れ，急速に
231 冷却し，概略の凝固点を求める。内側試験管を概略の凝固点
232 よりも約5℃高い温度の浴に入れ，最後の少量の結晶のほか
233 は全て溶けるまで放置する。ビーカーに予想した凝固点より
234 も5℃低い温度の水又は飽和食塩水を満たし，内側試験管を
235 外側試験管に取り付ける。幾らかの種結晶が存在することを
236 確認し，結晶が析出し始めるまで十分にかき混ぜる。結晶が
237 析出する際の最高温度を読み取り，凝固点とする。

238 また，凝固点測定法(2.42)に規定する装置も使用できる。
239 試料をあらかじめ加温して溶かし，試料容器Bの標線Cまで
240 入れ，浸線付温度計F(温度計(9.63)の表9.63-1)の浸線H

241 を試料のメニスカスに合わせた後，急速に冷却し，概略の凝
242 固点を求める。試料容器Bを概略の凝固点よりも約5℃高い
243 温度の浴に入れ，最後の少量の結晶のほかには全て溶けるまで
244 放置する。Dに予想した凝固点よりも5℃低い温度の水又は
245 飽和食塩水を満たし，BをAに取り付ける。いくらかの種結
246 晶が存在することを確認し，結晶が析出し始めるまで十分に
247 にかき混ぜる。結晶が析出する際の最高温度を読み取り，凝固
248 点とする。

249 凝固点は，ステアリン酸50は53 ~ 59℃，ステアリン酸
250 70は57 ~ 64℃及びステアリン酸95は64 ~ 69℃である。

251