資料 No.1-1

通則

生薬総則

製剤総則

一般試験法（1.～7.）

（案）

第十八改正

日本薬局方

通則

1 この日本薬局方を第十八改正日本薬局方と称し，その略名は「日局十八」，「日局18」，「JP XVIII」又は「JP 18」とする．

2 この日本薬局方の英名を「The Japanese Pharmacopoeia Eighteenth Edition」とする．

3 日本薬局方の医薬品とは，医薬品各条に規定するものをいう．その名称とは医薬品各条に掲げた日本名又は日本名別名である．

また，医薬品各条においては，英名を掲げ，必要に応じて化学名又はラテン名を掲げる．

4 生薬及びこれらを有効成分として含むエキス剤，散剤，チンキ剤，シロップ剤，酒精剤，流エキス剤，坐剤などの製剤(ただし，配合剤にあっては，これらを主たる有効成分として含む製剤)を「生薬等」としてまとめ，医薬品各条の末尾に配置する．

5 日本薬局方の医薬品の適否は，その医薬品各条の規定，通則，生薬総則，製剤総則及び一般試験法の規定によって判定する．ただし，医薬品各条の規定中，性状の項並びに製剤に関する貯法及び有効期間の項は参考に供したもので，適否の判定基準を示すものではない．なお，生薬を主たる有効成分として含む製剤に関する貯法の項の容器は適否の判定基準を示す．

6 医薬品又は当該医薬品の製造に用いる医薬品が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは，別に規定する場合を除き，当該動物は，原則として，健康なものでなければならない．

7 日本薬局方の医薬品は，その医薬品名の前後に「 」を付けて示す．ただし，医薬品各条の表題，製法中の処方，生薬総則及び製剤総則ではこれを付けない．

8 日本薬局方の医薬品名，又は物質名の次に( )で分子式又は組成式を付けたものは，化学的純物質を意味する．日本薬局方において用いる原子量は，2015年国際原子量表による．ただし，2015年国際原子量表において原子量が変動範囲で示される元素の原子量は，2007年国際原子量表による．

また，分子量は，小数第2位までとし，第3位を四捨五入する．

9 日本薬局方における主な単位については，次の記号を用いる．

メートル	m
センチメートル	cm
ミリメートル	mm
マイクロメートル	μm
ナノメートル	nm
キログラム	kg
グラム	g
ミリグラム	mg
マイクログラム	μg
ナノグラム	ng
ピコグラム	pg
セルシウス度	℃
モル	mol
ミリモル	mmol
平方センチメートル	cm^2
リットル	L
ミリリットル	mL
マイクロリットル	μL
メガヘルツ	MHz
毎センチメートル	cm^{-1}
ニュートン	N
キロパスカル	kPa
パスカル	Pa
パスカル秒	Pa･s
ミリパスカル秒	mPa･s
平方ミリメートル毎秒	mm^2/s
ルクス	lx
モル毎リットル	mol/L
ミリモル毎リットル	mmol/L
質量百分率	%
質量百万分率	ppm
質量十億分率	ppb
体積百分率	vol%
体積百万分率	vol ppm
質量対容量百分率	w/v%
マイクロジーメンス毎センチメートル	$μS･cm^{-1}$
エンドトキシン単位	EU
コロニー形成単位	CFU

ただし，一般試験法の核磁気共鳴スペクトル測定法で用いるppmは化学シフトを示す．

また，w/v%は製剤の処方又は成分などを示す場合に用いる．

10 医薬品の力価を示すとき用いる単位は医薬品の量とみなす．通例，一定の生物学的作用を現す一定の標準品量で示され，医薬品の種類によって異なる．単位は原則として生物学的方法によってそれぞれの標準品と比較して定める．日本薬局方医薬品において単位とは日本薬局方単位を示す．

11 医薬品各条の試験において「別に規定する」とあるのは，医薬品，医療機器等の品質，有効性及び安全性の確保等に関する法律に基づく承認の際に規定することを示す．

12 品質確保の観点から，必要に応じて，規格に加え，製造過程において留意すべき要件を医薬品各条の製造要件の項に示す．当該要件には，原料・資材，製造工程及び中間体の管理に関する要件のほか，工程内試験に関する要件や出荷時の試験の省略に関する要件が含まれる．この項に記される要件は，通常開発段階で製法を確立する間で得られた知見，製造工程における管理，出荷時の試験等によって確認される．なお，医薬品各条において製造要件の項がないものについても，個々の医薬品において，適切な原料・資材，製造工程及び中間体の管理に留意することは重要である．

13 製造工程のバリデーション及び適切な工程管理と品質管理の試験検査に関する記録により，その品質が日本薬局方に適合することが恒常的に保証される場合には，出荷時の検査において，必要に応じて各条の規格の一部について試験の実施を省略できる．さらに，適切であれば，工程内試験結果と工程パラメーターに係るデータを含め，工程内データに基づき

最終製品(原薬又は製剤)の品質評価を実施し，これをもって規格試験あるいはその実施に代えることができる．

14 日本薬局方に規定する試験法に代わる方法で，それが規定の方法以上の真度及び精度がある場合は，その方法を用いることができる．ただし，その結果について疑いのある場合は，規定の方法で最終の判定を行う．

15 生物学的な試験法の規定は，試験の本質に影響のない限り試験方法の細部については変更することができる．

16 試験又は貯蔵に用いる温度は，原則として，具体的な数値で記載する．ただし，以下の記述を用いることができる．

標準温度は20℃，常温は15 ～ 25℃，室温は1 ～ 30℃，微温は30 ～ 40℃とする．冷所は，別に規定するもののほか，1 ～ 15℃の場所とする．

冷水は10℃以下，微温湯は30 ～ 40℃，温湯は60 ～ 70℃，熱湯は約100℃の水とする．

加熱した溶媒又は熱溶媒とは，その溶媒の沸点付近の温度に熱したものをいい，加温した溶媒又は温溶媒とは，通例，60 ～ 70℃に熱したものをいう．水浴上又は水浴中で加熱するとは，別に規定するもののほか，沸騰している水浴又は約100℃の蒸気浴を用いて加熱することである．

通例，冷浸は15 ～ 25℃，温浸は35 ～ 45℃で行う．

17 滴数を量るには，20℃において水20滴を滴加するとき，その質量が0.90 ～ 1.10 gとなるような器具を用いる．

18 減圧は，別に規定するもののほか，2.0 kPa以下とする．

19 液性を酸性，アルカリ性又は中性として示した場合は，別に規定するもののほか，リトマス紙を用いて検する．液性を詳しく示すにはpH値を用いる．

20 医薬品の切度及び粉末度の名称は次による．

ふるい番号 (ふるいの呼び寸法)	左のふるいを 通ったものの名称
4号(4750 μm)	粗切
6.5号(2800 μm)	中切
8.6号(2000 μm)	細切
18号(850 μm)	粗末
50号(300 μm)	中末
100号(150 μm)	細末
200号(75 μm)	微末

21 医薬品等の試験に用いる水は，試験を妨害する物質を含まないなど，試験を行うのに適した水とする．

22 溶質名の次に溶液と記載し，特にその溶媒名を示さないものは水溶液を示す．

23 溶液の濃度を(1→3)，(1→10)，(1→100)などで示したものは，固形の薬品は1 g，液状の薬品は1 mLを溶媒に溶かして全量をそれぞれ3 mL，10 mL，100 mLなどとする割合を示す．また，混液を(10：1)又は(5：3：1)などで示したものは，液状薬品の10容量と1容量の混液又は5容量と3容量と1容量の混液などを示す．

24 質量を「精密に量る」とは，量るべき最小位を考慮し，0.1 mg，10 μg，1 μg又は0.1 μgまで量ることを意味し，また，質量を「正確に量る」とは，指示された数値の質量をその桁数まで量ることを意味する．

25 医薬品の試験において，*n*桁の数値を得るには，通例，(*n*＋1)桁まで数値を求めた後，(*n*＋1)桁目の数値を四捨五入する．

26 医薬品の試験は，別に規定するもののほか常温で行い，操作直後に観察するものとする．ただし，温度の影響のあるものの判定は，標準温度における状態を基準とする．

27 医薬品の試験の操作において，「直ちに」とあるのは，通例，前の操作の終了から30秒以内に次の操作を開始することを意味する．

28 性状の項において，白色と記載したものは白色又はほとんど白色，無色と記載したものは無色又はほとんど無色を示すものである．色調を試験するには，別に規定するもののほか，固形の医薬品はその1 gを白紙上又は白紙上に置いた時計皿にとり，観察する．液状の医薬品は内径15 mmの無色の試験管に入れ，白色の背景を用い，液層を30 mmとして観察する．液状の医薬品の澄明性を試験するには，黒色又は白色の背景を用い，前記の方法を準用する．液状の医薬品の蛍光を観察するには，黒色の背景を用い，白色の背景は用いない．

29 性状の項において，無臭又はにおいがないと記載したものは，においがないか，又はほとんどにおいがないことを示すものである．においを試験するには，別に規定するもののほか，固形の医薬品1 g又は液状の医薬品1 mLをビーカーにとり，行う．

30 性状の項において，溶解性を示す用語は次による．溶解性は，別に規定するもののほか，医薬品を固形の場合は粉末とした後，溶媒中に入れ，20±5℃で5分ごとに強く30秒間振り混ぜるとき，30分以内に溶ける度合をいう．

用語	溶質 1 g 又は 1 mL を溶かすに要する溶媒量	
極めて溶けやすい		1 mL 未満
溶けやすい	1 mL 以上	10 mL 未満
やや溶けやすい	10 mL 以上	30 mL 未満
やや溶けにくい	30 mL 以上	100 mL 未満
溶けにくい	100 mL 以上	1000 mL 未満
極めて溶けにくい	1000 mL 以上	10000 mL 未満
ほとんど溶けない		10000 mL 以上

31 医薬品の試験において，医薬品が溶媒に溶け又は混和するとは，澄明に溶けるか又は任意の割合で澄明に混和することを示し，繊維などを認めないか又は認めても極めて僅かである．

32 確認試験は，医薬品又は医薬品中に含有されている主成分などを，その特性に基づいて確認するための試験である．

33 純度試験は，医薬品中の混在物を試験するために行うもので，医薬品各条のほかの試験項目と共に，医薬品の純度を規定する試験でもあり，通例，その混在物の種類及びその量の限度を規定する．この試験の対象となる混在物は，その医薬品を製造する過程又は保存の間に混在を予想されるもの又は有害な混在物例えば重金属，ヒ素などである．また，異物を用い又は加えることが予想される場合については，その試験を行う．

34 日本薬局方の製剤は，原則として一般試験法の元素不純物に係る規定に従って適切に管理を行う．また，製剤，原薬及び添加剤などにおいて，当該管理を行った場合には，医薬品各条などで規定された重金属，ヒ素など元素不純物の管理は要しない．

35 日本薬局方の医薬品は，医薬品各条において規定する場合を除き，原則として一般試験法の残留溶媒に係る規定に従っ

て，適切に管理を行う．

36 医薬品への意図的な混入が報告されている有害物質については，必要に応じて，医薬品各条の意図的混入有害物質の項に混入の有無の管理要件を示す．当該物質は，原料・資材，製造工程，中間体又は最終製品の試験によって管理される．その試験の要否や頻度等は，品質リスクマネジメントの一環として構築される管理戦略に応じて，個々の医薬品において別に規定する．

37 乾燥又は強熱するとき，恒量とは，別に規定するもののほか，引続き更に1時間乾燥又は強熱するとき，前後の秤量差が前回に量った乾燥物又は強熱した残留物の質量の0.10%以下であることを示し，生薬においては0.25%以下とする．ただし，秤量差が，化学はかりを用いたとき0.5 mg以下，セミミクロ化学はかりを用いたとき50 μg以下，ミクロ化学はかりを用いたとき5 μg以下の場合は，恒量とみなす．

38 定量法は，医薬品の組成，成分の含量，含有単位などを物理的，化学的又は生物学的方法によって測定する試験法である．

39 定量に供する試料の採取量に「約」を付けたものは，記載された量の±10%の範囲をいう．また，試料について単に「乾燥し」とあるのは，その医薬品各条の乾燥減量の項と同じ条件で乾燥することを示す．

40 医薬品各条の定量法で得られる成分含量の値について，単にある%以上を示し，その上限を示さない場合は101.0%を上限とする．

41 無菌とは，定められた方法で対象微生物が検出されないことをいう．滅菌とは，被滅菌物の中の全ての微生物を殺滅又は除去することをいう．無菌操作とは，無菌を維持するために管理された方法で行う操作をいう．

42 容器とは，医薬品を入れるもので，栓，蓋なども容器の一部である．容器は内容医薬品に規定された性状及び品質に対して影響を与える物理的，化学的作用を及ぼさない．

43 密閉容器とは，通常の取扱い，運搬又は保存状態において，固形の異物が混入することを防ぎ，内容医薬品の損失を防ぐことができる容器をいう．

密閉容器の規定がある場合には，気密容器を用いることができる．

44 気密容器とは，通常の取扱い，運搬又は保存状態において，固形又は液状の異物が侵入せず，内容医薬品の損失，風解，潮解又は蒸発を防ぐことができる容器をいう．

気密容器の規定がある場合には，密封容器を用いることができる．

45 密封容器とは，通常の取扱い，運搬又は保存状態において，気体の侵入しない容器をいう．

46 遮光とは，通常の取扱い，運搬又は保存状態において，内容医薬品に規定された性状及び品質に対して影響を与える光の透過を防ぎ，内容医薬品を光の影響から保護することができることをいう．

47 日本薬局方の医薬品で，医薬品各条において表示量又は表示単位の規定があるものについては，その含量又は含有単位を，直接の容器又は直接の被包に記載しなければならない．

48 日本薬局方の医薬品で，医薬品各条において基原，数値，物性等，特に表示するよう定められているものについては，その表示を，直接の容器又は直接の被包に記載しなければならない．

49 日本薬局方，欧州薬局方(The European Pharmacopoeia)及び米国薬局方(The United States Pharmacopeia)(以下「三薬局方」という．)での調和合意に基づき規定した一般試験法及び医薬品各条については，それぞれの冒頭にその旨を記載する．

また，それぞれの一般試験法及び医薬品各条において三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」又は「◇ ◇」で囲むことにより示す．

生薬総則

1　医薬品各条の生薬は，動植物の薬用とする部分，細胞内容物，分泌物，抽出物又は鉱物などであり，生薬総則及び生薬試験法を適用する生薬は次のとおりである．

アカメガシワ，アセンヤク，アセンヤク末，アマチャ，アマチャ末，アラビアゴム，アラビアゴム末，アロエ，アロエ末，アンソッコウ，イレイセン，インチンコウ，インヨウカク，ウイキョウ，ウイキョウ末，ウコン，ウコン末，ウヤク，ウワウルシ，エイジツ，エイジツ末，エンゴサク，エンゴサク末，オウギ，オウゴン，オウゴン末，オウセイ，オウバク，オウバク末，オウヒ，オウレン，オウレン末，オンジ，オンジ末，ガイヨウ，カゴソウ，カシュウ，ガジュツ，カッコウ，カッコン，カッセキ，カノコソウ，カノコソウ末，カロコン，カンキョウ，カンゾウ，カンゾウ末，カンテン，カンテン末，キキョウ，キキョウ末，キクカ，キササゲ，キジツ，キョウカツ，キョウニン，クコシ，クジン，クジン末，ケイガイ，ケイヒ，ケイヒ末，ケツメイシ，ケンゴシ，ゲンチアナ，ゲンチアナ末，ゲンノショウコ，ゲンノショウコ末，コウイ，コウカ，コウジン，コウブシ，コウブシ末，コウベイ，コウボク，コウボク末，ゴオウ，ゴシツ，ゴシュユ，ゴボウシ，ゴマ，ゴミシ，コロンボ，コロンボ末，コンズランゴ，サイコ，サイシン，サフラン，サンキライ，サンキライ末，サンザシ，サンシシ，サンシシ末，サンシュユ，サンショウ，サンショウ末，サンソウニン，サンヤク，サンヤク末，ジオウ，シゴカ，ジコッピ，シコン，シツリシ，シャカンゾウ，シャクヤク，シャクヤク末，ジャショウシ，シャゼンシ，シャゼンソウ，ジュウヤク，シュクシャ，シュクシャ末，ショウキョウ，ショウキョウ末，ショウズク，ショウマ，シンイ，シンギ，セッコウ，セネガ，セネガ末，センキュウ，センキュウ末，ゼンコ，センコツ，センソ，センナ，センナ末，センブリ，センブリ末，ソウジュツ，ソウジュツ末，ソウハクヒ，ソボク，ソヨウ，ダイオウ，ダイオウ末，タイソウ，タクシャ，タクシャ末，タンジン，チクセツニンジン，チクセツニンジン末，チモ，チョウジ，チョウジ末，チョウトウコウ，チョレイ，チョレイ末，チンピ，テンマ，テンモンドウ，トウガシ，トウガラシ，トウガラシ末，トウキ，トウキ末，トウジン，トウニン，トウニン末，トウヒ，ドクカツ，トコン，トコン末，トチュウ，トラガント，トラガント末，ニガキ，ニガキ末，ニクジュヨウ，ニクズク，ニンジン，ニンジン末，ニンドウ，バイモ，バクガ，バクモンドウ，ハチミツ，ハッカ，ハマボウフウ，ハンゲ，ビャクゴウ，ビャクシ，ビャクジュツ，ビャクジュツ末，ビワヨウ，ビンロウジ，ブクリョウ，ブクリョウ末，ブシ，ブシ末，ベラドンナコン，ヘンズ，ボウイ，ボウコン，ボウフウ，ボクソク，ボタンピ，ボタンピ末，ホミカ，ボレイ，ボレイ末，マオウ，マクリ，マシニン，モクツウ，モッコウ，ヤクチ，ヤクモソウ，ユウタン，ヨクイニン，ヨクイニン末，リュウガンニク，リュウコツ，リュウコツ末，リュウタン，リュウタン末，リョウキョウ，レンギョウ，レンニク，ロジン，ロートコン，ローヤルゼリー．

2　生薬は，通例，全形生薬，切断生薬又は粉末生薬に分けて取り扱う．

全形生薬は，その薬用とする部分などを乾燥し，又は簡単な加工をしたもので，医薬品各条に規定する．

切断生薬は，全形生薬を小片若しくは小塊に切断若しくは破砕したもの，又は粗切，中切若しくは細切したものであり，別に規定するもののほか，これを製するに用いた全形生薬の規定を準用する．

粉末生薬は，全形又は切断生薬を粗末，中末，細末又は微末としたものであり，通例，細末としたものについて医薬品各条に規定する．

3　生薬は，別に規定するもののほか，乾燥品を用いる．乾燥は，通例，60℃以下で行う．

4　生薬の基原は適否の判定基準とする．生薬の基原として，「その他同属植物」，「その他同属動物」，「その他近縁植物」及び「その他近縁動物」などと記載するものは，通例，同様の成分，薬効を有する生薬として用いられる原植物又は原動物をいう．

5　生薬の性状の項は，その生薬の代表的な原植物又は原動物に基づく生薬について，鏡検時の数値を含め，その判断基準となる特徴的な要素を記載したものである．そのうち，色，におい及び溶解性については，においを適否の判定基準とすることを除き，通則の規定を準用する．また，味は適否の判定基準とする．

6　粉末生薬のうち，別に規定するものについては賦形剤を加え，含量又は力価を調節することができる．

7　粉末生薬は，これを製するに用いた全形又は切断生薬中に含まれていない組織の破片，細胞，細胞内容物又はその他の異物を含まない．

8　生薬は，かび，昆虫又は他の動物による汚損物又は混在物及びその他の異物をできるだけ除いたものであり，清潔かつ衛生的に取り扱う．

9　生薬は，別に規定するもののほか，湿気及び虫害などを避けて保存する．虫害を防ぐため，適当な薫蒸剤を加えて保存することができる．ただし，この薫蒸剤は常温で揮散しやすく，その生薬の投与量において無害でなければならない．また，その生薬の治療効果を障害し，又は試験に支障をきたすものであってはならない．

10　生薬に用いる容器は，別に規定するもののほか，密閉容器とする．

製剤総則

[1] 製剤通則

（1） 製剤通則は，製剤全般に共通する事項を記載する．

（2） 剤形は，[3]製剤各条において，主に投与経路及び適用部位別に分類し，更に製剤の形状，機能，特性から細分類する．

なお，主として生薬を原料とする製剤は，[4]生薬関連製剤各条に記載する．

（3） 製剤各条及び生薬関連製剤各条は，広く，一般に用いられている剤形を示したものであり，これら以外の剤形についても，必要に応じて，適切な剤形とすることができる．例えば，投与経路と製剤各条の剤形名などを組み合わせることにより，形状又は用途などに適した剤形名を使用することができる．

（4） 製剤各条及び生薬関連製剤各条においては，剤形に応じた製剤特性を規定する．製剤特性は，適切な試験により確認する．

（5） 製剤には，薬効の発現時間の調節や副作用の低減を図る目的で，有効成分の放出速度を調節する機能を付与することができる．放出速度を調節した製剤は，適切な放出特性を有する．

また，放出速度を調節した製剤に添付する文書及びその直接の容器又は直接の被包には，通例，付与した機能に対応した記載を行う．

（6） 添加剤は，製剤に含まれる有効成分以外の物質で，有効成分及び製剤の有用性を高める，製剤化を容易にする，品質の安定化を図る，又は使用性を向上させるなどの目的で用いられる．製剤には，必要に応じて，適切な添加剤を加えることができる．ただし，用いる添加剤はその製剤の投与量において薬理作用を示さず，無害でなければならない．また，添加剤は有効成分の治療効果を妨げるものであってはならない．

（7） 製剤の製造などに用いられる精製水は「精製水」及び「精製水(容器入り)」を示し，注射用水は「注射用水」及び「注射用水(容器入り)」を示す．

製剤に用いる植物油とは，医薬品各条に収載する植物性脂肪油中，通例，食用に供するものをいう．また，単にデンプンと記載するときは，別に規定するもののほか，医薬品各条に収載する各種デンプンのいずれを用いてもよい．

なお，vol%を規定したエタノールとは，エタノールをとり，精製水又は注射用水を加え，規定のvol%に調整したものである．

（8） 無菌製剤とは，無菌であることを検証した製剤である．

無菌製剤の基本的な製造法には，最終滅菌法と無菌操作法がある．

最終滅菌法は，製剤を容器に充填した後，滅菌する方法をいう．本製造法では，滅菌後の微生物の死滅を定量的に測定又は推測し，通例，適切な滅菌指標体を用いるなどして，10^{-6}以下の無菌性保証水準を担保する条件において行う．

無菌操作法は，微生物の混入リスクを適切に管理する方法で，原料段階又はろ過滅菌後から，一連の無菌工程により製剤を製造する方法をいう．本製造法は，通例，あらかじめ使用する全ての器具及び材料を滅菌した後，環境微生物及び微粒子が適切に管理された清浄区域内において，適切な操作法を用いて一定の無菌性保証が得られる条件で行う．

（9） 非無菌製剤であっても，微生物による汚染や増殖を避け，必要に応じて，微生物限度試験法〈*4.05*〉又は生薬及び生薬を主たる原料とする製剤の微生物限度試験法〈*5.02*〉を適用する．

(10) 製剤均一性試験法のうちの含量均一性試験及び溶出試験法は，生薬又は生薬関連製剤を原料とする製剤中の生薬成分には適用されない．

(11) 製剤は，別に規定するもののほか，室温で保存する．製剤の品質に光が影響を与える場合，遮光して保存する．

[2] 製剤包装通則

（1） 製剤包装通則は，容器，被包などを用いた製剤包装の原則及び包装適格性に係る基本的な事項を示すものである．

（2） 製剤包装の原則

製剤包装は，有効期間にわたって規定される製剤の品質規格を保証できるよう，その適格性を開発段階で十分に検討することが重要である．製剤特性に応じた包装適格性の検討の結果に基づき，最終製品の規格及び試験方法，工程内試験，並びに製剤包装に用いる資材の評価等，品質を適切に管理するための項目を設定する．項目の適切性は，製剤の安定性試験により最終的に確認される．

製剤包装の変更に際しては，上記の項目について検討を行う必要がある．

また，包装の予期せぬ変化が，製剤の品質に影響を及ぼしていないか確認するために，適切な試験を行う必要がある．

（3） 包装適格性(Packaging suitability)

包装適格性には，製剤の保護(protection)，製剤と包装の適合性(compatibility)，包装に用いる資材の安全性(safety)及び投与時の付加的な機能(performance)の要素が含まれる．

包装は，その製剤特性に応じて，防湿性，遮光性，気体及び微生物に対するバリア機能，並びに輸送時等の衝撃に対する保護性能を持つ(保護)．

包装は，製剤と物理的，化学的な相互作用を起こさない形状，材料から構成される(適合性)．

包装は，その構成成分及び不純物の製剤への溶出量，移行量が安全性の見地から十分に低い材料から構成される(安全性)．

包装の性能には，単純に製剤を保護するだけではなく，患者の服薬遵守の向上，使いやすさなどが含まれる．また，誤飲防止等の患者の安全性確保，医療従事者の安全性向上の機能などを付与することができる(機能)．

包装適格性は，一般試験法収載の試験法，製剤の剤形及び特性に応じた適切な手法等に基づき検討する．包装適格性の評価に使用された試験法等に基づき，品質を適切に管理するための項目を設定する．

注射剤の包装設計においては，注射用ガラス容器試験法〈*7.01*〉，プラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉，輸液用ゴム栓試験法〈*7.03*〉，容器完全性試験，光安定性試験，製剤各条の記述などから適切なものを選択し，包装適格性を検討する．用いた包装適格性の手法に基づき，品質を適切に管理するための項目を設定する．

[3] 製剤各条

（1） 製剤各条は，剤形の定義，製法，試験法，容器，包装及び貯法を示すものである．
（2） 製剤各条における試験法に関する記述は基本的な要求事項であり，また，製法は一般的な製法を示したものである．
（3） 分包品とは，一回使用量ずつ包装したものである．

1. 経口投与する製剤
Preparations for Oral Administration

（1） 経口投与する即放性製剤は，製剤からの有効成分の放出性を特に調節していない製剤で，通例，有効成分の溶解性に応じた溶出挙動を示す．
（2） 経口投与する放出調節製剤は，固有の製剤設計及び製法により放出性を目的に合わせて調節した製剤で，腸溶性製剤，徐放性製剤などが含まれる．
（i） 腸溶性製剤
腸溶性製剤は，有効成分の胃内での分解を防ぐ，又は有効成分の胃に対する刺激作用を低減させるなどの目的で，有効成分を胃内で放出せず，主として小腸内で放出するよう設計された製剤である．本剤を製するには，通例，酸不溶性の腸溶性基剤を用いて皮膜を施す．腸溶性製剤は，有効成分の放出開始時間を遅らせた放出調節製剤である放出遅延製剤に含まれる．
（ii） 徐放性製剤
徐放性製剤は，投与回数の減少又は副作用の低減を図るなどの目的で，製剤からの有効成分の放出速度，放出時間，放出部位を調節した製剤である．本剤を製するには，通例，適切な徐放化剤を用いる．
（3） 経口投与する製剤のうち，カプセル剤，顆粒剤及び錠剤などでは，服用を容易にする，又は有効成分の分解を防ぐなどの目的で，糖類又は糖アルコール類，高分子化合物など適切なコーティング剤で剤皮を施すことができる．

1.1. 錠剤
Tablets

（1） 錠剤は，経口投与する一定の形状の固形の製剤である．
本剤には，口腔内崩壊錠，チュアブル錠，発泡錠，分散錠及び溶解錠が含まれる．
（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．また，適切な方法により，腸溶錠又は徐放錠とすることができる．
（i） 有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤などの添加剤を加えて混和して均質とし，水又は結合剤を含む溶液を用いて適切な方法で粒状とした後，滑沢剤などを加えて混和し，圧縮成形する．
（ii） 有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤などの添加剤を加えて混和して均質としたものを，直接圧縮成形して製するか，又はあらかじめ添加剤で製した顆粒に有効成分及び滑沢剤などを加えて混和して均質とした後，圧縮成形する．
（iii） 有効成分に賦形剤，結合剤などの添加剤を加えて混和して均質とし，溶媒で湿潤させた練合物を一定の形状に成形した後，又は練合物を一定の型に流し込んで成形した後，適切な方法で乾燥する．
（iv） 素錠は，通例，（i），（ii）又は(iii)により製する．
（v） フィルムコーティング錠は，通例，素錠に高分子化合物などの適切なコーティング剤で薄く剤皮を施して製する．
（vi） 糖衣錠は，通例，素錠に糖類又は糖アルコールを含むコーティング剤で剤皮を施して製する．
（vii） 多層錠は，適切な方法により，組成の異なる粉粒体を層状に積み重ねて圧縮成形して製する．
（viii） 有核錠は，内核錠を組成の異なる外層で覆って製する．
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈*6.10*〉又は崩壊試験法〈*6.09*〉に適合する．ただし，発泡錠のうち有効成分を溶解させる製剤及び溶解錠には適用しない．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.1.1. 口腔内崩壊錠
Orally Disintegrating Tablets/Orodispersible Tablets

（1） 口腔内崩壊錠は，口腔内で速やかに溶解又は崩壊させて服用できる錠剤である．
（2） 本剤は，適切な崩壊性を有する．

1.1.2. チュアブル錠
Chewable Tablets

（1） チュアブル錠は，咀嚼して服用する錠剤である．
（2） 本剤は，服用時の窒息を防止できる形状とする．

1.1.3. 発泡錠
Effervescent Tablets

（1） 発泡錠は，水中で急速に発泡しながら溶解又は分散する錠剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，適切な酸性物質，及び炭酸塩又は炭酸水素塩を用いる．

1.1.4. 分散錠
Dispersible Tablets

（1） 分散錠は，水に分散して服用する錠剤である．

1.1.5. 溶解錠
Soluble Tablets

（1） 溶解錠は，水に溶解して服用する錠剤である．

1.2. カプセル剤
Capsules

（1） カプセル剤は，経口投与する，カプセルに充塡又はカプセル基剤で被包成形した製剤である．
本剤には，硬カプセル剤及び軟カプセル剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．また，適切

な方法により腸溶性カプセル剤又は徐放性カプセル剤とすることができる．カプセル基剤に着色剤，保存剤などを加えることができる．

（ⅰ） 硬カプセル剤

硬カプセル剤は，有効成分に賦形剤などの添加剤を加えて混和して均質としたもの，又は適切な方法で粒状若しくは成形物としたものを，カプセルにそのまま又は軽く成形して充塡して製する．

（ⅱ） 軟カプセル剤

軟カプセル剤は，有効成分に添加剤を加えたものを，グリセリン又はD－ソルビトールなどを加えて塑性を増したゼラチンなどの適切なカプセル基剤で，一定の形状に被包成形して製する．

（３） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

（４） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈*6.10*〉又は崩壊試験法〈*6.09*〉に適合する．

（５） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.3. 顆粒剤
Granules

（１） 顆粒剤は，経口投与する粒状に造粒した製剤である．

本剤には，発泡顆粒剤が含まれる．

（２） 本剤を製するには，通例，次の方法による．必要に応じて，剤皮を施す．また，適切な方法により，徐放性顆粒剤又は腸溶性顆粒剤とすることができる．

（ⅰ） 粉末状の有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤又はそのほかの添加剤を加えて混和して均質にした後，適切な方法により粒状とする．

（ⅱ） あらかじめ粒状に製した有効成分に賦形剤などの添加剤を加えて混和し，均質とする．

（ⅲ） あらかじめ粒状に製した有効成分に賦形剤などの添加剤を加えて混和し，適切な方法により粒状とする．

（３） 製剤の粒度の試験法〈*6.03*〉を行うとき，18号(850 μm)ふるいを全量通過し，30号(500 μm)ふるいに残留するものは全量の10%以下のものを細粒剤と称することができる．

（４） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

（５） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈*6.10*〉又は崩壊試験法〈*6.09*〉に適合する．

ただし，発泡顆粒剤のうち溶解させる製剤には適用しない．また，製剤の粒度の試験法〈*6.03*〉に準じてふるうとき，30号(500 μm)ふるいに残留するものが10%以下のものには崩壊試験法を適用しない．

（６） 本剤のうち，微粒状に造粒したもの(製剤の粒度の試験法〈*6.03*〉を行うとき，18号(850 μm)ふるいを全量通過し，30号(500 μm)ふるいに残留するものは全量の5%以下のもの)を散剤と称することができる．

（７） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.3.1. 発泡顆粒剤
Effervescent Granules

（１） 発泡顆粒剤は，水中で急速に発泡しながら溶解又は分散する顆粒剤である．

（２） 本剤を製するには，通例，適切な酸性物質，及び炭酸塩又は炭酸水素塩を用いる．

1.4. 散剤
Powders

（１） 散剤は，経口投与する粉末状の製剤である．

（２） 本剤を製するには，通例，有効成分に賦形剤又はそのほかの添加剤を加えて混和して均質とする．

（３） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

（４） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈*6.10*〉に適合する．

（５） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.5. 経口液剤
Liquids and Solutions for Oral Administration

（１） 経口液剤は，経口投与する，液状又は流動性のある粘稠なゲル状の製剤である．

本剤には，エリキシル剤，懸濁剤，乳剤及びリモナーデ剤が含まれる．

（２） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤及び精製水を加え，混和して均質に溶解，又は乳化若しくは懸濁し，必要に応じて，ろ過する．

（３） 本剤のうち変質しやすいものは，用時調製する．

（４） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

（５） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

1.5.1. エリキシル剤
Elixirs

（１） エリキシル剤は，甘味及び芳香のあるエタノールを含む澄明な液状の経口液剤である．

（２） 本剤を製するには，通例，固形の有効成分又はその浸出液にエタノール，精製水，着香剤及び白糖，そのほかの糖類又は甘味剤を加えて溶かし，ろ過又はそのほかの方法によって澄明な液とする．

1.5.2. 懸濁剤
Suspensions

（１） 懸濁剤は，有効成分を微細均質に懸濁した経口液剤である．

（２） 本剤を製するには，通例，固形の有効成分に懸濁化剤又はそのほかの添加剤と精製水又は油を加え，適切な方法で懸濁

し，全体を均質とする．
（3） 本剤は，必要に応じて，用時混和して均質とする．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈6.10〉に適合する．

1.5.3. 乳剤
Emulsions

（1） 乳剤は，有効成分を微細均質に乳化した経口液剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，液状の有効成分に乳化剤と精製水を加え，適切な方法で乳化し，全体を均質とする．
（3） 本剤は，必要に応じて，用時混和して均質とする．

1.5.4. リモナーデ剤
Lemonades

（1） リモナーデ剤は，甘味及び酸味のある澄明な液状の経口液剤である．

1.6. シロップ剤
Syrups

（1） シロップ剤は，経口投与する，糖類又は甘味剤を含む粘稠性のある液状又は固形の製剤である．
本剤には，シロップ用剤が含まれる．
（2） 本剤を製するには，通例，白糖，そのほかの糖類若しくは甘味剤の溶液又は単シロップに有効成分を加えて溶解，混和，懸濁又は乳化し，必要に応じて，混液を煮沸した後，熱時ろ過する．
（3） 本剤のうち変質しやすいものは，用時調製する．
（4） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（5） 本剤のうち懸濁した製剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈6.10〉に適合する．
（6） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

1.6.1. シロップ用剤
Preparations for Syrups

（1） シロップ用剤は，水を加えるとき，シロップ剤となる顆粒状又は粉末状の製剤である．ドライシロップ剤と称することができる．
（2） 本剤を製するには，通例，糖類又は甘味剤を用いて「1.3.顆粒剤」又は「1.4.散剤」の製法に準じる．
（3） 本剤は，通例，用時溶解又は用時懸濁して用いる．
（4） 本剤のうち用時溶解して用いる製剤以外は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈6.10〉又は崩壊試験法〈6.09〉に適合する．ただし，製剤の粒度の試験法〈6.03〉に準じてふるうとき，30号(500 μm)ふるいに残留するものが10%以下のものには崩壊試験法を適用しない．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.7. 経口ゼリー剤
Jellies for Oral Administration

（1） 経口ゼリー剤は，経口投与する，流動性のない成形したゲル状の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤及び高分子ゲル基剤を加えて混和し，適切な方法でゲル化させ一定の形状に成形する．
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈6.10〉に適合する．又は適切な崩壊性を有する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

1.8. 経口フィルム剤
Films for Oral Administration

（1） 経口フィルム剤は，経口投与するフィルム状の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，水溶性高分子とその他の添加剤の混合物を基剤として，有効成分と基剤を含む溶液を展延し，乾燥，又は混合物を融解成形する．また，適切な方法により，組成の異なる添加剤を層状に積み重ねることができる．
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈6.10〉に適合する．又は適切な崩壊性を有する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製品の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.8.1. 口腔内崩壊フィルム剤
Orally Disintegrating Films

（1） 口腔内崩壊フィルム剤は，口腔内で速やかに溶解又は崩壊させて服用する経口フィルム剤である．
（2） 本剤は，適切な崩壊性を有する．

2. 口腔内に適用する製剤
Preparations for Oro-mucosal Application

2.1. 口腔用錠剤
Tablets for Oro-mucosal Application

（1） 口腔用錠剤は，口腔内に適用する一定の形状の固形の製剤である．
本剤には，トローチ剤，舌下錠，バッカル錠，付着錠及びガム剤が含まれる．
（2） 本剤を製するには，「1.1.錠剤」の製法に準じる．
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（4） 本剤は，適切な溶出性又は崩壊性を有する．

（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

2.1.1. トローチ剤
Troches/Lozenges

（1） トローチ剤は，口腔内で徐々に溶解又は崩壊させ，口腔，咽頭などの局所に適用する口腔用錠剤である．
（2） 本剤は，服用時の窒息を防止できる形状とする．

2.1.2. 舌下錠
Sublingual Tablets

（1） 舌下錠は，有効成分を舌下で速やかに溶解させ，口腔粘膜から吸収させる口腔用錠剤である．

2.1.3. バッカル錠
Buccal Tablets

（1） バッカル錠は，有効成分を臼歯と頬の間で徐々に溶解させ，口腔粘膜から吸収させる口腔用錠剤である．

2.1.4. 付着錠
Mucoadhesive Tablets

（1） 付着錠は，口腔粘膜に付着させて用いる口腔用錠剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，ハイドロゲルを形成する親水性高分子化合物を用いる．

2.1.5. ガム剤
Medicated Chewing Gums

（1） ガム剤は，咀嚼により，有効成分を放出する口腔用錠剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，植物性樹脂，熱可塑性樹脂及びエラストマーなどの適切な物質をガム基剤として用いる．

2.2. 口腔用液剤
Liquids and Solutions for Oro-mucosal Application

（1） 口腔用液剤は，口腔内に適用する液状又は流動性のある粘稠なゲル状の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤及び精製水又は適当な溶剤を加え，混和して均質に溶解，又は乳化若しくは懸濁し，必要に応じてろ過する．
（3） 本剤のうち変質しやすいものは，用時調製する．
（4） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

2.2.1. 含嗽剤
Preparations for Gargles

（1） 含嗽剤は，うがいのために口腔，咽頭などの局所に適用する液状の製剤である．本剤には，用時溶解する固形の製剤が含まれる．
（2） 用時溶解する固形の製剤の場合は，「1.1.錠剤」，「1.3.顆粒剤」などの製法に準じる．

2.3. 口腔用スプレー剤
Sprays for Oro-mucosal Application

（1） 口腔用スプレー剤は，口腔内に適用する，有効成分を霧状，粉末状，泡沫状又はペースト状などとして噴霧する製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．
（i） 溶剤などに有効成分及び添加剤を溶解又は懸濁させ，必要に応じて，ろ過した後，液化ガス又は圧縮ガスと共に容器に充填する．
（ii） 有効成分及び添加剤を用いて溶液又は懸濁液を調製し，容器に充填後，スプレー用ポンプを装着する．
（3） 本剤のうちの定量噴霧式製剤は，別に規定するもののほか，適切な噴霧量の均一性を有する．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器又は耐圧性の容器とする．

2.4. 口腔用半固形剤
Semi-solid Preparations for Oro-mucosal Application

（1） 口腔用半固形剤は口腔粘膜に適用する製剤であり，クリーム剤，ゲル剤又は軟膏剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を添加剤と共に精製水及びワセリンなどの油性成分で乳化するか，又は高分子ゲル若しくは油脂を基剤として有効成分及び添加剤と共に混和して均質とする．
（i） 口腔用クリーム剤は，「11.5.クリーム剤」の製法に準じる．
（ii） 口腔用ゲル剤は，「11.6.ゲル剤」の製法に準じる．
（iii） 口腔用軟膏剤は，「11.4.軟膏剤」の製法に準じる．
本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する．
（3） 本剤で多回投与容器に充填するものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（4） 本剤は，口腔粘膜に適用する上で適切な粘性を有する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

3. 注射により投与する製剤
Preparations for Injection

3.1. 注射剤
Injections

（1） 注射剤は，皮下，筋肉内又は血管などの体内組織・器官に直接投与する，通例，溶液，懸濁液若しくは乳濁液，又は用時溶解若しくは用時懸濁して用いる固形の無菌製剤である．
本剤には，輸液剤，埋め込み注射剤，持続性注射剤及びリポ

ソーム注射剤が含まれる．

（2） 本剤のうち溶液，懸濁液又は乳濁液の製剤を製するには，通例，次の方法による．

（ⅰ） 有効成分をそのまま，又は有効成分に添加剤を加えたものを注射用水，ほかの水性溶剤又は非水性溶剤などに溶解，懸濁若しくは乳化して均質としたものを注射剤用の容器に充塡して密封し，滅菌する．

（ⅱ） 有効成分をそのまま，又は有効成分に添加剤を加えたものを注射用水，ほかの水性溶剤又は非水性溶剤などに溶解，懸濁若しくは乳化して均質としたものを無菌ろ過するか，無菌的に調製して均質としたものを注射剤用の容器に充塡して密封する．

ただし，微生物による汚染に十分に注意し，調製から滅菌に至る操作は注射剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．有効成分の濃度を％で示す場合にはw/v％を意味する．

用時溶解又は用時懸濁して用いる本剤で，その名称に「注射用」の文字を冠するものには，溶解液又は懸濁用液(以下，「溶解液など」という．)を添付することができる．

（3） 有効成分が溶液中で分解又は失活することを防ぐために，凍結乾燥注射剤又は粉末注射剤として製することができる．

（ⅰ） 凍結乾燥注射剤

凍結乾燥注射剤は，通例，有効成分をそのまま，又は有効成分及び賦形剤などの添加剤を注射用水に溶解し，無菌ろ過し，注射剤用の容器に充塡した後に凍結乾燥するか，又は専用容器で凍結乾燥した後に直接の容器に充塡して製する．

（ⅱ） 粉末注射剤

粉末注射剤は，通例，無菌ろ過により処理した後，晶析により得た粉末又はその粉末に滅菌処理した添加剤を加えて注射剤用の容器に充塡して製する．

（4） 薬液調製時若しくは投薬時の過誤，細菌汚染若しくは異物混入の防止，又は緊急投与を目的に，充塡済みシリンジ剤又はカートリッジ剤として製することができる．

（ⅰ） 充塡済みシリンジ剤

充塡済みシリンジ剤は，通例，有効成分をそのまま，又は有効成分及び添加剤を用いて溶液，懸濁液又は乳濁液を調製して注射筒に充塡して製する．

（ⅱ） カートリッジ剤

カートリッジ剤は，通例，有効成分をそのまま，又は有効成分及び添加剤を用いて溶液，懸濁液又は乳濁液を調製してカートリッジに充塡して製する．

カートリッジ剤は，薬液が充塡されたカートリッジを専用の注入器に入れて用いる．

（5） 本剤を製するに用いる溶剤，又は本剤に添付する溶解液などは，本剤の使用に際して無害なものでなければならない．また，本剤の治療効果を妨げるものであってはならない．

溶剤を分けて次の2種類とし，それぞれの条件に適合する．

（ⅰ） 水性溶剤：水性注射剤の溶剤には，注射用水を用いる．ただし，通例，生理食塩液，リンゲル液又はそのほかの適切な水性溶液をこれに代用することができる．

これらの水性溶剤は，皮内，皮下及び筋肉内投与のみに用いるものを除き，別に規定するもののほか，エンドトキシン試験法〈*4.01*〉に適合する．

エンドトキシン試験法〈*4.01*〉の適用が困難な場合は，発熱性物質試験法〈*4.04*〉を適用できる．

（ⅱ） 非水性溶剤：油性注射剤の溶剤には，通例，植物油を用いる．この溶剤は，別に規定するもののほか，10℃で澄明で，酸価0.56以下，けん化価185 ～ 200，ヨウ素価79 ～ 137のもので，鉱油試験法〈*1.05*〉に適合する．

親水性注射剤の溶剤には，通例，エタノールなど水に混和する有機溶剤を用いる．

（6） 本剤には，別に規定するもののほか，着色だけを目的とする物質を加えてはならない．

（7） 本剤で水性溶剤を用いるものは，血液又は体液と等張にするため，塩化ナトリウム又はそのほかの添加剤を，また，pHを調節するため酸又はアルカリを加えることができる．

（8） 本剤で分割投与するものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．

（9） 本剤及び添付された溶解液などは，皮内，皮下及び筋肉内投与のみに用いるものを除き，別に規定するもののほか，エンドトキシン試験法〈*4.01*〉に適合する．ただし，エンドトキシン試験法〈*4.01*〉の適用が困難な場合は，発熱性物質試験法〈*4.04*〉を適用できる．

(10) 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するもののほか，無菌試験法〈*4.06*〉に適合する．

(11) 本剤の容器は，注射剤用ガラス容器試験法〈*7.01*〉の規定に適合する無色のものである．ただし，別に規定する場合は，注射剤用ガラス容器試験法〈*7.01*〉の規定に適合する着色容器又はプラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉の規定に適合するプラスチック製水性注射剤容器を用いることができる．

(12) 本剤のうち100 mL以上の注射剤用ガラス容器に用いるゴム栓は，別に規定するもののほか，輸液用ゴム栓試験法〈*7.03*〉に適合する．

(13) 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性異物検査法〈*6.06*〉に適合する．

(14) 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性微粒子試験法〈*6.07*〉又はタンパク質医薬品注射剤の不溶性微粒子試験法〈*6.17*〉に適合する．

(15) 本剤の薬液は，別に規定するもののほか，注射剤の採取容量試験法〈*6.05*〉に適合する．

(16) 本剤で用時溶解又は用時懸濁して用いるものは，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

(17) 本剤で個別容器に入った懸濁性注射剤のうち，静置により均一な分散系が損なわれるおそれがある製剤は，適切な製剤均一性を有する．

(18) 通例，懸濁性注射剤は血管内又は脊髄腔内投与に，また，乳濁性注射剤は脊髄腔内投与に用いない．

(19) 懸濁性注射剤中の粒子の最大粒子径は，通例，150 μm以下であり，乳濁性注射剤中の粒子の最大粒子径は，通例，7 μm以下である．

(20) 本剤は，これに添付する文書又はその容器若しくは被包に，別に規定するもののほか，次の事項を記載する．

（ⅰ） 本剤で溶剤の規定のない場合は，本剤を製する溶剤に注射用水若しくは0.9％以下の塩化ナトリウム液，又はpHを調節するための酸若しくはアルカリを用いたときを除き，本剤を製するに用いる溶剤の名称．

（ⅱ） 本剤に溶解液などを添付するときは，溶解液などの名称，内容量，成分及び分量又は割合．また，その外部容器又は外部被包に溶解液などを添付していること．

(iii) 本剤に安定剤，保存剤又は賦形剤を加えたときは，その名称及びその分量．ただし，容器内の空気を二酸化炭素又は窒素で置換したときは，その限りではない．

(21) 本剤で2 mL以下のアンプル又はこれと同等の大きさの直接の容器若しくは直接の被包に収められたものについては，その名称中の「注射液」，「注射用」又は「水性懸濁注射液」の文字の記載は「注」，「注用」又は「水懸注」の文字の記載をもって代えることができる．

2 mLを超え10 mL以下のアンプル又はこれと同等の大きさのガラスそのほかこれに類する材質からなる直接の容器で，その記載がその容器に直接印刷されているものに収められた本剤についても，同様に記載を省略することができる．

(22) 本剤に用いる容器は，密封容器又は微生物の混入を防ぐことのできる気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

3.1.1. 輸液剤
Parenteral Infusions

(1) 輸液剤は，静脈内投与する，通例，100 mL以上の注射剤である．

(2) 主として，水分補給，電解質補正，栄養補給などの目的で投与されるが，持続注入による治療を目的にほかの注射剤と混合して用いることもある．

3.1.2. 埋め込み注射剤
Implants/Pellets

(1) 埋め込み注射剤は，長期にわたる有効成分の放出を目的として，皮下，筋肉内などに埋め込み用の器具を用いて，又は手術により適用する固形又はゲル状の注射剤である．

(2) 本剤を製するには，通例，生分解性高分子化合物を用い，ペレット，マイクロスフェア又はゲル状の製剤とする．

(3) 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

(4) 本剤は，適切な放出特性を有する．

(5) 本剤には，注射剤の不溶性異物検査法，注射剤の不溶性微粒子試験法及び注射剤の採取容量試験法を適用しない．

3.1.3. 持続性注射剤
Prolonged Release Injections

(1) 持続性注射剤は，長期にわたる有効成分の放出を目的として，筋肉内などに適用する注射剤である．

(2) 本剤を製するには，通例，有効成分を植物油などに溶解若しくは懸濁するか，又は生分解性高分子化合物を用いたマイクロスフェアの懸濁液とする．

(3) 本剤は，適切な放出特性を有する．

3.1.4. リポソーム注射剤
Liposome Injections

(1) リポソーム注射剤は，有効成分の生体内安定性向上や標的部位への送達，放出制御などを目的として，静脈内などに適用する注射剤である．

(2) 本剤を製するには，通例，両親媒性脂質などを用い，脂質二分子膜からなる閉鎖微小胞が分散した水性注射剤又は凍結乾燥注射剤とする．

(3) 本剤は，適切な放出特性を有する．

(4) 本剤は，適切な粒子径を有する．

4. 透析に用いる製剤
Preparations for Dialysis

4.1. 透析用剤
Dialysis Agents

(1) 透析用剤は，腹膜透析又は血液透析に用いる液状若しくは用時溶解する固形の製剤である．

本剤には，腹膜透析用剤及び血液透析用剤がある．

(2) 本剤は，別に規定するもののほか，エンドトキシン試験法〈*4.01*〉に適合する．

(3) 本剤のうち用時溶解して用いるものは，適切な製剤均一性を有する．

4.1.1. 腹膜透析用剤
Peritoneal Dialysis Agents

(1) 腹膜透析用剤は，腹膜透析に用いる無菌の透析用剤である．

(2) 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤を加え，溶剤に溶解して一定容量としたもの，又は有効成分に添加剤を加えたものを容器に充填し，密封する．必要に応じて滅菌する．ただし，微生物による汚染に十分に注意し，調製から滅菌に至る操作は製剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．有効成分の濃度を%で示す場合にはw/v%を意味する．用時溶解する固形の製剤の場合は，「1.1.錠剤」，「1.3.顆粒剤」などの製法に準じる．

(3) 本剤は，pH調節剤，等張化剤などの添加剤を加えることができる．

(4) 本剤を製するに用いる溶剤は，別に規定するもののほか，注射用水とする．

(5) 本剤は，別に規定するもののほか，無菌試験法〈*4.06*〉に適合する．

(6) 本剤は，別に規定するもののほか，注射剤の採取容量試験法〈*6.05*〉の「4.輸液剤」に適合する．ただし，内容量の質量(g)を密度で除して容量(mL)に換算してもよい．

(7) 本剤は，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性異物検査法〈*6.06*〉に適合する．

(8) 本剤は，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性微粒子試験法〈*6.07*〉に適合する．

(9) 本剤に用いる容器は，注射剤用ガラス容器試験法〈*7.01*〉に適合する無色のものである．ただし，別に規定する場合は，注射剤用ガラス容器試験法〈*7.01*〉に適合する着色容器又はプラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉に適合するプラスチック製水性注射剤容器を用いることができる．

(10) 本剤の容器のゴム栓は，別に規定するもののほか，輸液用ゴム栓試験法〈*7.03*〉に適合する．

(11) 本剤に用いる容器は，通例，密封容器，又は必要に応じ

て，微生物の混入を防ぐことができる気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

4.1.2. 血液透析用剤
Hemodialysis Agents

（1） 血液透析用剤は，血液透析に用いる透析用剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤を加え，溶剤に溶解して一定容量としたもの，又は有効成分に添加剤を加えたものを容器に充填する．用時溶解する固形の製剤の場合は，「1.1.錠剤」，「1.3.顆粒剤」などの製法に準じる．
（3） 本剤は，pH調節剤，等張化剤などの添加剤を加えることができる．
（4） 本剤を製するに用いる溶剤は，別に規定するもののほか，注射用水又は透析に適した水とする．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，微生物の混入を防ぐことのできる気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

5. 気管支・肺に適用する製剤
Preparations for Inhalation

5.1. 吸入剤
Inhalations

（1） 吸入剤は，有効成分をエアゾールとして吸入し，気管支又は肺に適用する製剤である．
本剤には，吸入粉末剤，吸入液剤及び吸入エアゾール剤がある．
（2） 本剤の吸入投与のために適切な器具又は装置を使用するか，又は吸入用の器具を兼ねた容器に本剤を充填する．

5.1.1. 吸入粉末剤
Dry Powder Inhalers

（1） 吸入粉末剤は，吸入量が一定となるように調製された，固体粒子のエアゾールとして吸入する製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を微細な粒子とし，必要に応じて乳糖などの添加剤と混和して均質とする．
（3） 本剤のうち定量吸入式の製剤は，別に規定するもののほか，吸入剤の送達量均一性試験法〈*6.14*〉に適合する．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，吸入剤の空気力学的粒度測定法〈*6.15*〉に適合する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

5.1.2. 吸入液剤
Inhalation Liquids and Solutions

（1） 吸入液剤は，ネブライザなどにより適用する液状の吸入剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に溶剤及び適切な等張化剤，pH調節剤などを加え，混和して均質に溶解又は懸濁し，必要に応じて，ろ過する．
（3） 本剤で多回投与容器に充填するものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

5.1.3. 吸入エアゾール剤
Metered-Dose Inhalers

（1） 吸入エアゾール剤は，容器に充填した噴射剤と共に，一定量の有効成分を噴霧する定量噴霧式吸入剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に溶剤及び適切な分散剤，安定化剤などを加えて，溶液又は懸濁液とし，液状の噴射剤と共に耐圧性の容器に充填し，定量バルブを装着する．
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，吸入剤の送達量均一性試験法〈*6.14*〉に適合する．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，吸入剤の空気力学的粒度測定法〈*6.15*〉に適合する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，耐圧性の密封容器とする．

6. 目に投与する製剤
Preparations for Ophthalmic Application

6.1. 点眼剤
Ophthalmic Liquids and Solutions

（1） 点眼剤は，結膜嚢などの眼組織に適用する，液状，又は用時溶解若しくは用時懸濁して用いる固形の無菌製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤を加え，溶剤などに溶解若しくは懸濁して一定容量としたもの，又は有効成分に添加剤を加えたものを容器に充填する．ただし，微生物による汚染に十分に注意し，調製から滅菌までの操作は製剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．有効成分の濃度を％で示す場合にはw/v％を意味する．
用時溶解又は用時懸濁して用いる本剤で，その名称に「点眼用」の文字を冠するものには，溶解液又は懸濁用液(以下，「溶解液など」という．)を添付することができる．
（3） 本剤を製するに用いる溶剤，又は本剤に添付された溶解液などは，本剤の使用に際して無害なものでなければならない．また，本剤の治療効果を妨げるものであってはならない．
溶剤を分けて次の2種類とする．
（i） 水性溶剤：水性点眼剤の溶剤には，精製水又は適切な水性溶剤を用いる．添付する溶解液には，滅菌精製水又は滅菌した水性溶剤を用いる．
（ii） 非水性溶剤：非水性点眼剤の溶剤には，通例，植物油を用いる．また，そのほかの適切な有機溶剤も非水性溶剤として用いることができる．
（4） 本剤又は本剤に添付された溶解液などには，別に規定するもののほか，着色だけを目的とする物質を加えてはならない．
（5） 本剤には，涙液と等張にするため塩化ナトリウム又はそのほかの添加剤を，また，pHを調節するため酸又はアルカリを加えることができる．
（6） 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するものの

ほか，無菌試験法〈*4.06*〉に適合する．
（7） 本剤で多回投与容器に充填するものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（8） 本剤で水溶液であるもの又は本剤に添付された水性の溶解液などは，別に規定するもののほか，点眼剤の不溶性異物検査法〈*6.11*〉に適合する．
（9） 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するもののほか，点眼剤の不溶性微粒子試験法〈*6.08*〉に適合する．
(10) 懸濁性点眼剤中の粒子は，通例，最大粒子径75 μm以下である．
(11) 本剤に用いる容器は，通例，点眼剤の不溶性異物検査法〈*6.11*〉の試験に支障をきたさない透明性のある気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

6.2. 眼軟膏剤
Ophthalmic Ointments

（1） 眼軟膏剤は，結膜嚢などの眼組織に適用する半固形の無菌製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，ワセリンなどの基剤と有効成分の溶液又は微細な粉末を混和して均質とし，容器に充填する．ただし，微生物による汚染に十分に注意し，調製から滅菌までの操作は製剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．
（3） 本剤で多回投与容器に充填するものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，無菌試験法〈*4.06*〉に適合する．ただし，別に規定するもののほか，メンブランフィルター法により試験を行う．
（5） 本剤は，別に規定するもののほか，眼軟膏剤の金属性異物試験法〈*6.01*〉に適合する．
（6） 本剤中の粒子の最大粒子径は，通例，75 μm以下である．
（7） 本剤は，眼組織に適用する上で適切な粘性を有する．
（8） 本剤に用いる容器は，通例，微生物の混入を防ぐことのできる気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

7. 耳に投与する製剤
Preparations for Otic Application

7.1. 点耳剤
Ear Preparations

（1） 点耳剤は，外耳又は中耳に投与する，液状，半固形又は用時溶解若しくは用時懸濁して用いる固形の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤を加え，溶剤などに溶解若しくは懸濁して一定容量としたもの，又は有効成分に添加剤を加えたものを容器に充填する．ただし，微生物による汚染に十分に注意し，操作は製剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．有効成分の濃度を%で示す場合にはw/v%を意味する．
本剤を，無菌に製する場合は，「6.1.点眼剤」の製法に準じる．
用時溶解又は用時懸濁して用いる本剤で，その名称に「点耳用」の文字を冠するものには，溶解液又は懸濁用液(以下，「溶解液など」という．)を添付することができる．
（3） 本剤を製するに用いる溶剤，又は本剤に添付する溶解液などを分けて次の2種類とする．
（i） 水性溶剤：水性点耳剤の溶剤及び添付する溶解液などには，精製水又は適切な水性溶剤を用いる．
ただし，無菌に製する場合は，添付する溶解液などには，滅菌精製水又は滅菌した水性溶剤を用いる．
（ii） 非水性溶剤：非水性点耳剤の溶剤には，通例，植物油を用いる．また，そのほかの適切な有機溶剤も非水性溶剤として用いることができる．
（4） 本剤又は本剤に添付する溶解液などには，別に規定するもののほか，着色だけを目的とする物質を加えてはならない．
（5） 本剤で多回投与容器に充填するものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（6） 本剤及び添付された溶解液などで，無菌に製する場合は，別に規定するもののほか，無菌試験法〈*4.06*〉に適合する．
（7） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

8. 鼻に適用する製剤
Preparations for Nasal Application

8.1. 点鼻剤
Nasal Preparations

（1） 点鼻剤は，鼻腔又は鼻粘膜に投与する製剤である．
本剤には，点鼻粉末剤及び点鼻液剤がある．
（2） 本剤は，必要に応じて，スプレーポンプなどの適切な噴霧用の器具を用いて噴霧吸入する．
（3） 本剤のうち，定量噴霧式製剤は，別に規定するもののほか，適切な噴霧量の均一性を有する．

8.1.1. 点鼻粉末剤
Nasal Dry Powder Inhalers

（1） 点鼻粉末剤は，鼻腔に投与する微粉状の点鼻剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を適度に微細な粒子とし，必要に応じて添加剤と混和して均質とする．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

8.1.2. 点鼻液剤
Nasal Liquids and Solutions

（1） 点鼻液剤は，鼻腔に投与する液状，又は用時溶解若しくは用時懸濁して用いる固形の点鼻剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に溶剤及び添加剤などを加え，溶解又は懸濁し，必要に応じて，ろ過する．等張化剤，pH調節剤などを用いることができる．

（3） 用時溶解又は用時懸濁して用いる本剤で，その名称に「点鼻用」の文字を冠するものには，溶解液又は懸濁用液を添付することができる．
（4） 本剤で多回投与容器に充填するものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

9. 直腸に適用する製剤
Preparations for Rectal Application

9.1. 坐剤
Suppositories for Rectal Application

（1） 坐剤は，直腸内に適用する，体温によって溶融するか，又は水に徐々に溶解若しくは分散することにより有効成分を放出する一定の形状の半固形の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に分散剤，乳化剤などの添加剤を加えて混和して均質としたものを，加熱するなどして液状化させた基剤中に溶解又は均一に分散させ，容器に一定量充填し，固化・成形する．基剤として，通例，油脂性基剤又は親水性基剤を用いる．
（3） 本剤は，通例，円錐形又は紡錘形である．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．
（5） 本剤は，適切な放出性を有する．なお，油脂性基剤を用いたものは，有効成分の放出性の評価に代えて溶融性の評価によることができる．溶融性は，別に規定するもののほか，融点測定法〈*2.60*〉第2法により測定するとき，適切な融解温度を示す．
（6） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

9.2. 直腸用半固形剤
Semi-solid Preparations for Rectal Application

（1） 直腸用半固形剤は肛門周囲又は肛門内に適用する製剤であり，クリーム剤，ゲル剤又は軟膏剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を添加剤と共に精製水及びワセリンなどの油性成分で乳化するか，又は高分子ゲル若しくは油脂を基剤として有効成分及び添加剤と共に混和して均質とする．
（i） 直腸用クリーム剤は，「11.5.クリーム剤」の製法に準じる．
（ii） 直腸用ゲル剤は，「11.6.ゲル剤」の製法に準じる．
（iii） 直腸用軟膏剤は，「11.4.軟膏剤」の製法に準じる．
本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する．
（3） 本剤で多回投与容器に充填するものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（4） 本剤は，直腸に適用する上で適切な粘性を有する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

9.3. 注腸剤
Enemas for Rectal Application

（1） 注腸剤は，肛門を通して適用する液状又は粘稠なゲル状の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，精製水又は適切な水性溶剤を用い，有効成分を溶剤などに溶解又は懸濁して一定容量とし，容器に充填する．分散剤，安定化剤，pH調節剤などを用いることができる．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

10. 腟に適用する製剤
Preparations for Vaginal Application

10.1. 腟錠
Tablets for Vaginal Use

（1） 腟錠は，腟に適用する，水に徐々に溶解又は分散することにより有効成分を放出する一定の形状の固形の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，「1.1.錠剤」の製法に準じる．
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．
（4） 本剤は，適切な放出性を有する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

10.2. 腟用坐剤
Suppositories for Vaginal Use

（1） 腟用坐剤は，腟に適用する，体温によって溶融するか，又は水に徐々に溶解若しくは分散することにより有効成分を放出する一定の形状の半固形の製剤である．
（2） 本剤を製するには，「9.1.坐剤」の製法に準じる．
（3） 本剤は，通例，球形又は卵形である．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．
（5） 本剤は，適切な放出性を有する．なお，油脂性基剤を用いたものは，有効成分の放出性の評価に代えて溶融性の評価によることができる．溶融性は，別に規定するもののほか，融点測定法〈*2.60*〉第2法により測定するとき，適切な融解温度を示す．
（6） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

11. 皮膚などに適用する製剤
Preparations for Cutaneous Application

（1） 皮膚に適用する製剤には，皮膚を通して有効成分を全身循環血流に送達させることを目的とした経皮吸収型製剤も含まれる．経皮吸収型製剤からの有効成分の放出速度は，通例，適切に調節される．

11.1. 外用固形剤
Solid Dosage Forms for Cutaneous Application

（1） 外用固形剤は，皮膚(頭皮を含む)又は爪に，塗布又は散布する固形の製剤である．
　本剤には外用散剤が含まれる．
（2） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

11.1.1. 外用散剤
Powders for Cutaneous Application

（1） 外用散剤は，粉末状の外用固形剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に賦形剤などの添加剤を加えて混和して均質とした後，粉末状とする．

11.2. 外用液剤
Liquids and Solutions for Cutaneous Application

（1） 外用液剤は，皮膚(頭皮を含む)又は爪に塗布する液状の製剤である．
　本剤には，リニメント剤及びローション剤が含まれる．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に溶剤，添加剤などを加え，溶解，乳化又は懸濁し，必要に応じて，ろ過する．
　本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する．
（3） 本剤の分包品のうち経皮吸収型製剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.2.1. リニメント剤
Liniments

（1） リニメント剤は，皮膚にすり込んで用いる液状又は泥状の外用液剤である．

11.2.2. ローション剤
Lotions

（1） ローション剤は，有効成分を水性の液に溶解又は乳化若しくは微細に分散させた外用液剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分，添加剤及び精製水を用いて溶液，懸濁液又は乳濁液として全体を均質とする．
（3） 本剤は，保存中に成分を分離することがあっても，その本質が変化していないときは，用時混和して均質とする．

11.3. スプレー剤
Sprays for Cutaneous Application

（1） スプレー剤は，有効成分を霧状，粉末状，泡沫状，又はペースト状などとして皮膚に噴霧する製剤である．
　本剤には，外用エアゾール剤及びポンプスプレー剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分の溶液又は懸濁液を調製し，必要に応じて，ろ過した後，容器に充填する．
（3） 本剤のうち，定量噴霧式製剤は，別に規定するもののほか，適切な噴霧量の均一性を有する．

11.3.1. 外用エアゾール剤
Aerosols for Cutaneous Application

（1） 外用エアゾール剤は，容器に充填した液化ガス又は圧縮ガスと共に有効成分を噴霧するスプレー剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分の溶液又は懸濁液を調製し，液状の噴射剤と共に耐圧性の容器に充填し，連続噴射バルブを装着する．必要に応じて，分散剤，安定化剤などを用いる．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，耐圧性の容器とする．

11.3.2. ポンプスプレー剤
Pump Sprays for Cutaneous Application

（1） ポンプスプレー剤は，ポンプにより容器内の有効成分を噴霧するスプレー剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分及び添加剤を溶解又は懸濁し，充填後の容器にポンプを装着する．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.4. 軟膏剤
Ointments

（1） 軟膏剤は，皮膚に塗布する，有効成分を基剤に溶解又は分散させた半固形の製剤である．
　本剤には，油脂性軟膏剤及び水溶性軟膏剤がある．
（2） 油脂性軟膏剤を製するには，通例，油脂類，ろう類，パラフィンなどの炭化水素類などの油脂性基剤を加温して融解し，有効成分を加え，混和して溶解又は分散させ，全体が均質になるまで混ぜて練り合わせる．
　水溶性軟膏剤を製するには，通例，マクロゴールなどの水溶性基剤を加温して融解し，有効成分を加え，全体が均質になるまで混ぜて練り合わせる．
　本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する．
（3） 本剤は，皮膚に適用する上で適切な粘性を有する．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.5. クリーム剤
Creams

（1） クリーム剤は，皮膚に塗布する，水中油型又は油中水型に乳化した半固形の製剤である．油中水型に乳化した親油性の

製剤については油性クリーム剤と称することができる．
（2） 本剤を製するには，通例，ワセリン，高級アルコールなどをそのまま，又は乳化剤などの添加剤を加えて油相とし，別に，精製水をそのまま，又は乳化剤などの添加剤を加えて水相とし，そのいずれかの相に有効成分を加えて，それぞれ加温し，油相及び水相を合わせて全体が均質になるまでかき混ぜて乳化する．
本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する．
（3） 本剤は，皮膚に適用する上で適切な粘性を有する．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.6. ゲル剤
Gels

（1） ゲル剤は，皮膚に塗布するゲル状の製剤である．
本剤には，水性ゲル剤及び油性ゲル剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．
（i） 水性ゲル剤は，有効成分に高分子化合物，そのほかの添加剤及び精製水を加えて溶解又は懸濁させ，加温及び冷却，又はゲル化剤を加えることにより架橋させる．
（ii） 油性ゲル剤は，有効成分にグリコール類，高級アルコールなどの液状の油性基剤及びそのほかの添加剤を加えて混和する．
（3） 本剤は，皮膚に適用する上で適切な粘性を有する．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.7. 貼付剤
Patches

（1） 貼付剤は，皮膚に貼付する製剤である．
本剤には，テープ剤及びパップ剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，高分子化合物又はこれらの混合物を基剤とし，有効成分を基剤と混和し均質として，支持体又はライナー(剥離体)に展延して成形する．また，放出調節膜を用いた経皮吸収型製剤とすることができる．必要に応じて，粘着剤，吸収促進剤などを用いる．
（3） 本剤のうち，経皮吸収型製剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，粘着力試験法〈*6.12*〉に適合する．
（5） 本剤は，別に規定するもののほか，皮膚に適用する製剤の放出試験法〈*6.13*〉に適合する．

11.7.1. テープ剤
Tapes

（1） テープ剤は，ほとんど水を含まない基剤を用いる貼付剤である．
本剤には，プラスター剤及び硬膏剤を含む．
（2） 本剤を製するには，通例，樹脂，プラスチック，ゴムなどの非水溶性の天然又は合成高分子化合物を基剤とし，有効成分をそのまま，又は有効成分に添加剤を加え，全体を均質とし，布に展延又はプラスチック製フィルムなどに展延若しくは封入して成形する．また，有効成分と基剤又はそのほかの添加剤からなる混合物を放出調節膜，支持体及びライナー(剥離体)でできた放出体に封入し成形して製することができる．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

11.7.2. パップ剤
Cataplasms/Gel Patches

（1） パップ剤は，水を含む基剤を用いる貼付剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を精製水，グリセリンなどの液状の物質と混和し，全体を均質にするか，水溶性高分子，吸水性高分子などの天然又は合成高分子化合物を精製水と混ぜて練り合わせ，有効成分を加え，全体を均質にし，布などに展延して成形する．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

[4] 生薬関連製剤各条

生薬関連製剤
Preparations Related to Crude Drugs

（1） 生薬関連製剤は，主として生薬を原料とする製剤であり，エキス剤，丸剤，酒精剤，浸剤・煎剤，茶剤，チンキ剤，芳香水剤及び流エキス剤を含む．

生薬関連製剤各条は，剤形の定義，製法，試験法，容器，包装及び貯法を示すものである．

（2） 生薬関連製剤各条における試験法及び容器，包装に関する記述は基本的な要求事項であり，また，製法は一般的な製法を示したものである．

1. エキス剤
Extracts

（1） エキス剤は，生薬の浸出液を濃縮して製したもので，通例，次の2種類がある．

（i） 軟エキス剤

（ii） 乾燥エキス剤

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，次の方法による．

（i） 適切な大きさとした生薬に適切な浸出剤を加え，一定時間冷浸，温浸又は「6.チンキ剤」の(2)(ii)パーコレーション法に準じて浸出し，浸出液をろ過し，適切な方法で濃縮又は乾燥する．軟エキス剤は水あめ様の稠度とし，乾燥エキス剤は砕くことができる固塊，粒状又は粉末とする．

成分含量の規定があるものは，その一部をとり，定量し，必要に応じて適切な賦形剤を加えて，規定の含量に調節する．

（ii） 適切な大きさとした生薬を処方に従って一定量ずつ量り，全量に水10 ～ 20倍量を加え，一定時間加熱し，遠心分離などにより固液分離する．得られた浸出液を適切な方法で濃縮又は乾燥し，軟エキス剤は水あめ様の稠度とし，乾燥エキス剤は砕くことができる固塊，粒状又は粉末とする．

（3） 本剤は，これを製するに用いた生薬の臭味がある．

（4） 本剤は，別に規定するもののほか，次に示すエキス剤における重金属試験法の検液及び比較液の調製を行った後，重金属試験法〈*1.07*〉に適合する．

なお，検液及び比較液の調製法は次による．

本剤0.30 gを強熱して灰化し，希塩酸3 mLを加えて加温した後，ろ過し，残留物を水5 mLずつで2回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，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，必要に応じてろ過し，希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとし，検液とする．

比較液は希塩酸3 mLを量り，以下検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液3.0 mL及び水を加えて50 mLとする．

（5） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

2. 丸剤
Pills

（1） 丸剤は，経口投与する球状の製剤である．

（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤又はそのほか適切な添加剤を加えて混和して均質とした後，適切な方法で球状に成形する．また，適切な方法により，コーティングを施すことができる．

（3） 本剤は，別に規定するもののほか，崩壊試験法〈*6.09*〉に適合する．

（4） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器又は気密容器とする．

3. 酒精剤
Spirits

（1） 酒精剤は，通例，揮発性の有効成分をエタノール又はエタノールと水の混液に溶解して製した液状の製剤である．

（2） 本剤は，火気を避けて保存する．

（3） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

4. 浸剤・煎剤
Infusions and Decoctions

（1） 浸剤及び煎剤は，いずれも生薬を，通例，常水で浸出して製した液状の製剤である．

（2） 本剤を製するには，通例，生薬を次の大きさとし，その適量を，浸煎剤器に入れる．

葉，花，全草	粗切
材，茎，皮，根，根茎	中切
種子，果実	細切

（i） 浸剤：通例，生薬50 gに常水50 mLを加え，約15分間潤した後，熱した常水900 mLを注ぎ，数回かき混ぜながら5分間加熱し，冷後，布ごしする．

（ii） 煎剤：通例，一日量の生薬に常水400 ～ 600 mLを加え，30分以上かけて半量を目安として煎じ，温時，布ごしする．

本剤は，用時調製する．

（3） 本剤は，これを製するに用いた生薬の臭味がある．

（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．

5. 茶剤
Teabags

（1） 茶剤は，通例，生薬を粗末から粗切の大きさとし，一日量又は一回量を紙又は布の袋に充填した製剤である．

（2） 本剤は，通例，「4.浸剤・煎剤」の製法に準じ用いられる．

（3） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器又は気密容器とする．

6. チンキ剤
Tinctures

（1） チンキ剤は，通例，生薬をエタノール又はエタノールと精製水の混液で浸出して製した液状の製剤である．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，生薬を粗末又は細切とし，次の浸出法又はパーコレーション法に

よる．

（ⅰ） 浸出法：生薬を適切な容器に入れ，全量又は全量の約3／4に相当する量の浸出剤を加え，密閉して時々かき混ぜながら約5日間又は可溶性成分が十分に溶けるまで室温で放置した後，遠心分離などにより固液分離する．全量の約3／4に相当する量の浸出剤を加えた場合には，更に，残留物に適量の浸出剤を加えて洗い，必要に応じて圧搾し，浸出液及び洗液を合わせて全量とする．また，全量の浸出剤を加えた場合には，必要に応じて減量分の浸出剤を加え全量とすることができる．約2日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．

（ⅱ） パーコレーション法：生薬にあらかじめ浸出剤を少量ずつ加え，よく混和して潤し，密閉して室温で約2時間放置する．これを適切な浸出器になるべく密に詰め，浸出器の下口を開いた後，生薬が覆われるまで徐々に上方から浸出剤を加え，浸出液が滴下し始めたとき，下口を閉じて密閉し，室温で2 ～ 3日間放置した後，毎分1 ～ 3 mLの速度で浸出液を流出させる．さらに，浸出器に適量の浸出剤を加えて流出を続け全量とし，よく混和し，約2日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．この操作中放置時間及び流出速度は生薬の種類と量とによって適切に変更することができる．

ただし，前記いずれかの方法によって得た製剤で，成分含量及びエタノールの含量の規定があるものは，浸出液の一部をとり，含量を測定し，結果に従い浸出剤などを加えて規定の含量に調節する．

（3） 本剤は，火気を避けて保存する．

（4） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

7. 芳香水剤
Aromatic Waters

（1） 芳香水剤は，精油又は揮発性物質を飽和させた，澄明な液状の製剤である．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，精油2 mL又は揮発性物質2 gに微温の精製水1000 mLを加えて15分間よく振り混ぜた後，12時間以上放置する．次に潤したろ紙を用いてろ過し，精製水を加え，混和して1000 mLとするか，又は精油2 mL若しくは揮発性物質2 gをタルク，精製ケイソウ土若しくはパルプ状としたろ紙の適量とよく混和し，精製水1000 mLを加え，10分間よくかき混ぜた後，ろ過する．ろ液が澄明でないときはろ過を繰り返し，ろ紙を通した精製水を加え，1000 mLとする．

（3） 本剤は，これを製するに用いた精油又は揮発性物質の臭味を有する．

（4） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

8. 流エキス剤
Fluidextracts

（1） 流エキス剤は，生薬の浸出液で，その1 mL中に生薬1 g中の可溶性成分を含むように製した液状の製剤である．ただし，成分含量に規定のあるものはその規定を優先する．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，生薬を粗末又は細切とし，次の浸出法又はパーコレーション法による．

（ⅰ） 浸出法：生薬の一定量をとり適切な容器に入れ，生薬が覆われるまで浸出剤を加え，密閉して時々かき混ぜながら約5日間又は可溶性成分が十分に溶けるまで室温で放置した後，遠心分離などにより固液分離する．通例，浸出液のうち生薬の質量の約3／4に相当する量を第1浸出液として別に保存し，更に，残留物に適量の浸出剤を加えて洗い，洗液を第１浸出液の残りと合わせ，必要に応じて濃縮し，第1浸出液に合わせたものをA液とし，必要に応じて浸出剤を加え，生薬の質量と等倍量とする．約2日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．

（ⅱ） パーコレーション法：生薬1000 gをとり，第1浸出剤を加え，よく混和して潤し，容器を密閉して室温で約2時間放置する．これを適切な浸出器になるべく密に詰め，浸出器の下口を開いた後，生薬が覆われるまで徐々に上方から第2浸出剤を加え，浸出液が滴下し始めたとき，下口を閉じて密閉し，室温で2 ～ 3日間放置した後，毎分0.5 ～ 1.0 mLの速度で浸出液を流出させる．最初に得た850 mLを第1浸出液として別に保存し，更に浸出器に第2浸出剤を追加して流出を続け，第2浸出液とする．

ただし，放置時間及び流出速度は，生薬の種類と量によって適切に変更することができる．流出速度は生薬の使用量により，通例，次のように調節する．

生薬の質量	1分間の流出量
1000 g以下	0.5 ～ 1.0 mL
3000 g以下	1.0 ～ 2.0 mL
10000 g以下	2.0 ～ 4.0 mL

次に第2浸出液をなるべく生薬の揮発成分を失わないように注意しながら濃縮して，第1浸出液に合わせたものをA液とし，第2浸出剤を加えて1000 mLとし，約2日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．

ただし，前記のいずれかの方法によって得た製剤で，成分含量又はエタノールの含量の規定があるものはA液の一部をとり，含量を測定し，結果に従い浸出剤などを加えて規定の含量に調節する．

（3） 本剤は，これを製するに用いた生薬の臭味がある．

（4） 本剤は，別に規定するもののほか，次に示す流エキス剤における重金属試験法の検液及び比較液の調製を行った後，重金属試験法〈*1.07*〉に適合する．

なお，検液及び比較液の調製法は次による．

本剤1.0 gを強熱して灰化し，希塩酸3 mLを加えて加温した後，ろ過し，残留物を水5 mLずつで2回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，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，必要に応じてろ過し，希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとし，検液とする．

比較液は希塩酸3 mLを量り，以下，検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液3.0 mL及び水を加えて50 mLとする．

（5） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

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．

それぞれの試験法等に付した番号は，内容により一般試験法を分類し付与した固有のものである．

1. 化学的試験法
2. 物理的試験法
3. 粉体物性測定法
4. 生物学的試験法／生化学的試験法／微生物学的試験法
5. 生薬試験法
6. 製剤試験法
7. 容器・包装材料試験法
8. その他*
9. 標準品，標準液，試薬・試液，計量器・用器等

＊ 現時点では本項に分類される試験法はない．

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

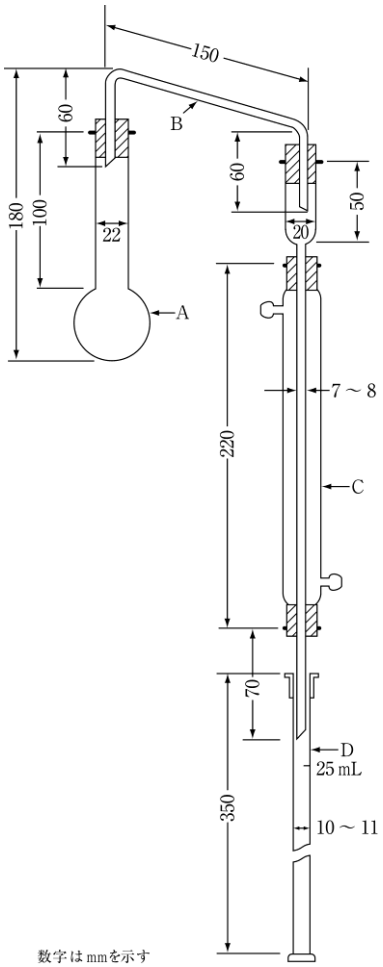
アルコール数とは，チンキ剤又はその他のエタノールを含む製剤について，次の方法で測定した15℃における試料10 mL当たりのエタノール層の量(mL)をいう．

1. 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．

1.1. 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．



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

1.2. 試液

（ｉ） 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．

1.3. 操作法

試料10 mLを15±2℃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ーン樹脂を加えて蒸留する．

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±2℃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．

2. 第２法 ガスクロマトグラフィー

15℃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(C_2H_5OH)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．

2.1. 試薬

（ｉ） アルコール数測定用エタノール：エタノール(C_2H_5OH)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${}^{15}_{15}d$とエタノール(C_2H_5OH)含量との関係は，0.797：99.46 vol%，0.796：99.66 vol%，0.795：99.86 vol%である．

2.2. 試料溶液及び標準溶液の調製

（ｉ） 試料溶液：エタノール(C_2H_5OH)約5 mLに対応する量の

試料を15±2℃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．

(ⅱ) 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．

2.3. 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．

$$\text{アルコール数} = \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{5\ (\text{mL})}{\text{試料の量(mL)}} \times \frac{\text{アルコール数測定用エタノール中の エタノール}(C_2H_5OH)\text{の含量(vol\%)}}{9.406}$$

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 ～ 180 μm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 μm，500 ～ 600 m^2/g)を充塡する．

カラム温度：105 ～ 115℃の一定温度

キャリヤーガス：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．

1.　装置

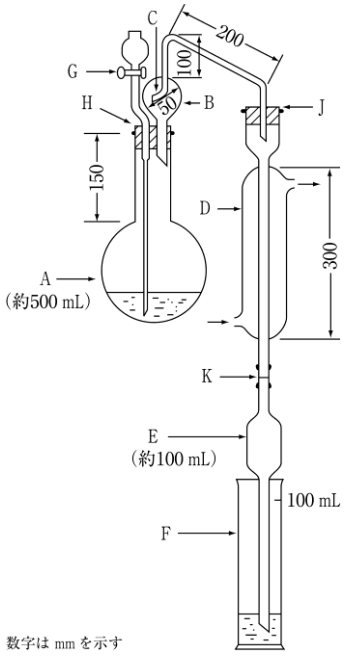
図1.02－1に示すアンモニウム試験用蒸留装置を用いる．ただし，減圧蒸留法を適用する場合，図1.02－2の装置を用いる．いずれの装置も総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．また，装置に用いるゴムは全て水酸化ナトリウム試液中で10 ～ 30分間煮沸し，次に水中で30 ～ 60分間煮沸し，最後に水でよく洗ってから用いる．

2.　操作法

2.1.　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．

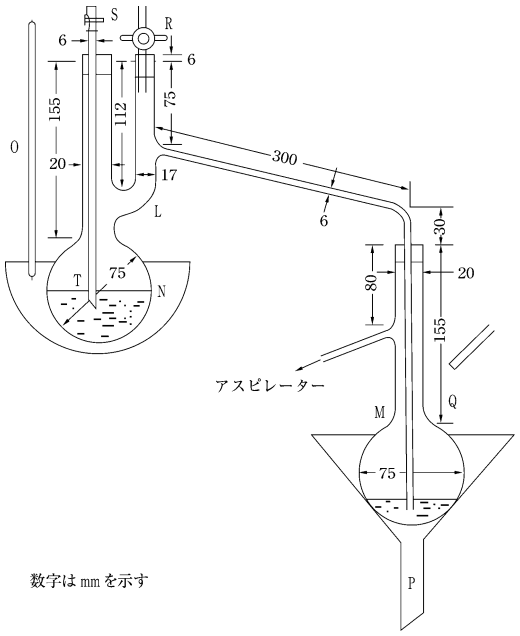
医薬品各条に規定する量の試料を蒸留フラスコAにとり，水140 mL及び酸化マグネシウム2 gを加え，蒸留装置(図1.02－1)を連結する．受器F (メスシリンダー)には吸収液としてホウ酸溶液(1→200) 20 mLを入れ，冷却器の下端を吸収液に浸し，1分間5 ～ 7 mLの留出速度となるように加熱温度を調節し，留液60 mLを得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込み，水を加えて100 mLとし，検液とする．



数字は mm を示す

A：蒸留フラスコ
B：しぶき止め
C：小孔
D：冷却器
E：逆流止め
F：受器(メスシリンダー)
G：コック
H：ゴム栓
J：ゴム栓
K：ゴム管

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

図1.02－2　アンモニウム試験用減圧蒸留装置

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℃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．

2.2.　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．

1. **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，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 鉱油試験法

鉱油試験法は，注射剤及び点眼剤に用いる非水性溶剤中の鉱油を試験する方法である．

1. **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，フッ素又は硫黄などを含む有機化合物を，酸素を満た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硫黄などを確認又は定量する方法である．

1. 装置

図1.06－1に示すものを用いる．

2. 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．

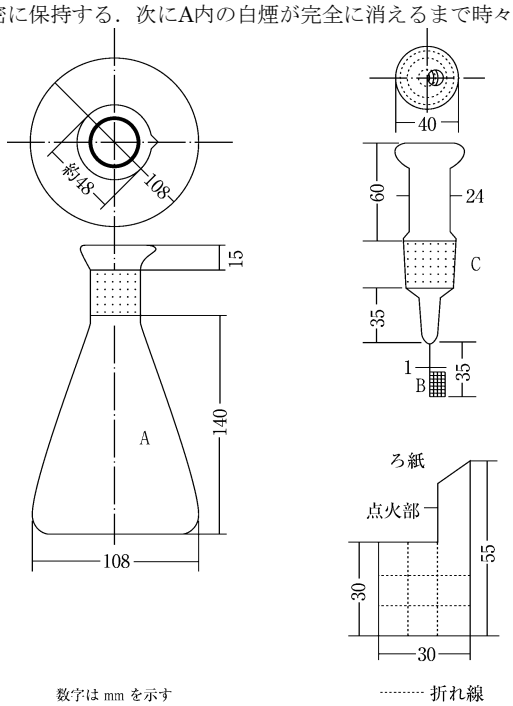
2.1. 試料のとり方

(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．

2.2. 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．別に試料を用いないで同様に操作し，空試験液を調製する．



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の下端につるす．)
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

3. 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．

3.1. 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．この液にブ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 mol/L硝酸銀液1 mL＝0.1773 mg Cl
0.005 mol/L硝酸銀液1 mL＝0.3995 mg Br

3.2. ヨウ素

Aの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，検液にヒドラジン一水和物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．この液にブ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 mol/L硝酸銀液1 mL＝0.6345 mg I

3.3. 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 μg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)

$$= \text{標準液5 mL中のフッ素の量(mg)} \times \frac{A_T - A_C}{A_S} \times \frac{50}{V}$$

フッ素標準液：フッ化ナトリウム(標準試薬)を白金るつぼにとり，500 ～ 550℃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．

3.4. 硫黄

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

84 メスピペットを用いて加え，0.005 mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉す
85 る．空試験液につき同様に試験を行う．

86 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．

1. 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．

1.1. 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．

1.2. 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るつぼに量り，緩く蓋をし，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℃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．

1.3. 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るつぼに量り，初めは注意して弱く加熱した後，500 ～ 600℃で強熱し，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．

1.4. 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るつぼに量り，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℃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℃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．

2. 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．

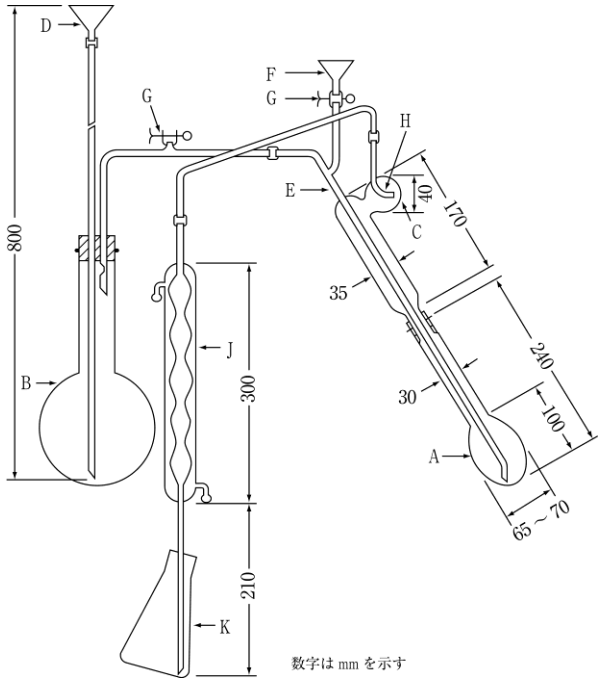
1.08 窒素定量法(セミミクロケルダール法)

窒素定量法は，窒素を含む有機化合物を硫酸で加熱分解し，窒素をアンモニア性窒素とした後，アルカリにより遊離させ，水蒸気蒸留法により捕集したアンモニアを滴定法により定量する方法である．

1. 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全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．

ただし，有機物の分解，生成したアンモニアの蒸留及びその定量における滴定終点検出法(電位差滴定法，比色滴定法等)など，自動化された装置を用いることもできる．



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ある．)
K：受器

図1.08－1

2. 装置適合性

自動化された装置を用いる場合には，次の方法により装置の適合性を定期的に確認する必要がある．

アミド硫酸(標準試薬)をデシケーター(減圧，シリカゲル)中で約48時間乾燥し，その約1.7 gを精密に量り，水に溶かし，正確に200 mLとする．この液2 mLを正確に量り，分解用フラスコに入れ，以下それぞれの装置の指示に従って操作し，アミド硫酸中の窒素含量(%)を求めるとき，14.2 ～ 14.6%の範囲にある．

3. 試薬・試液

(ⅰ) 分解促進剤：別に規定するもののほか，硫酸カリウム10 g及び硫酸銅(Ⅱ)五水和物1 gを混合し，粉末としたもの1 gを用いる．なお，分解促進剤については，規定されたものと同等の結果を与えることを試料を用いて検証した上で，その種類及び量を変更することができる．

4. 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，これに分解促進剤を加え，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．冷後，水20 mLを注意しながら加えて冷却する．

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及びブ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，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．

0.005 mol/L硫酸1 mL＝0.1401 mg N

ただし，自動化された装置を用いる場合，その操作法はそれぞれの装置の指示に従って行う．

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．

亜鉛塩

（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．

亜硝酸塩

（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．

亜ヒ酸塩

（1） 亜ヒ酸塩の塩酸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） 亜ヒ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） 亜ヒ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，二酸化硫黄のにおいを発し，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℃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，橙色の沈殿を生じる．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僅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．さら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℃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き，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．

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．

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～赤橙色を呈する．

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綿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，僅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綿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僅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薄い(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，二酸化硫黄のにおいを発し，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－フェナントロリン一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温するか，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

（1） 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，橙色を呈する.

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様にぬらさない．

(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

(1) 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，*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．さら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．

メシル酸塩

(1) メシル酸塩に2倍量の水酸化ナトリウムを加え，穏やかに加熱して融解し，20 ～ 30秒間加熱を続ける．冷後，少量の水を加えた後，希塩酸を加え，加温するとき，発生するガスは潤したヨウ素酸カリウムデンプン紙を青変する．

(2) メシル酸塩に3倍量の硝酸ナトリウム及び3倍量の無水炭酸ナトリウムを加えてよくかき混ぜ，徐々に加熱する．冷後，残留物を薄めた希塩酸(1→5)に溶かし，必要ならばろ過し，ろ液に塩化バリウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

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

(1) 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，二酸化硫黄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．

1. 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．

1.1. 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．

1.2. 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．

1.3. 第３法

医薬品各条に規定する量の試料をるつぼに量り，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ぼに量り，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，るつぼは石英製又は磁製のるつぼを沸騰させた希塩酸中に1時間浸した後，十分に水洗し，乾燥したものを用いる．

2. 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．

2.1. 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．

2.2. 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．

1. 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の中心に垂直に差し込み，Bの下部の小孔Eは下に僅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．

2. 検液の調製法

別に規定するもののほか，次の方法による．

2.1. 第１法

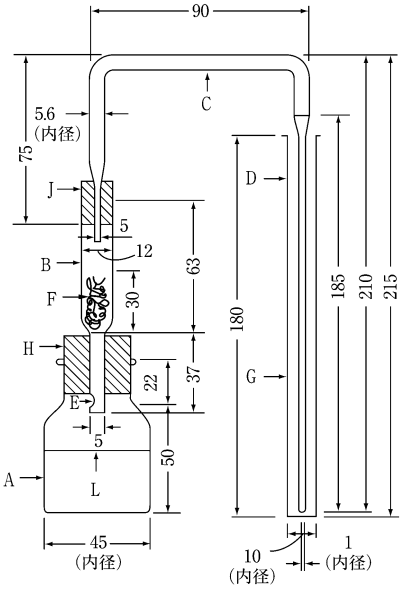
医薬品各条に規定する量の試料を量り，水5 mLを加え，必要ならば加温して溶かし，検液とする．

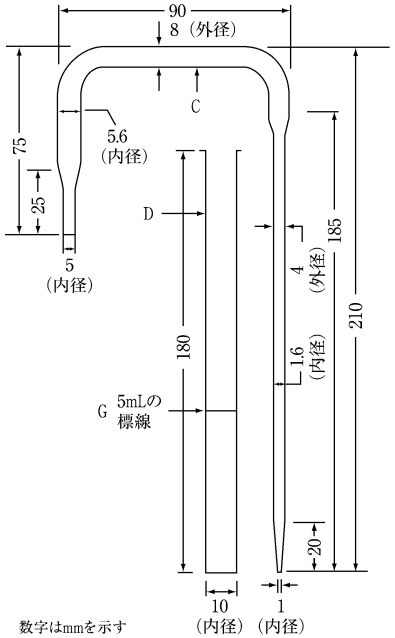
2.2. 第２法

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．

2.3. 第３法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，白金製，石英製又は磁製のるつぼにとる．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．





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，吸収管に入れる部分は先端を内径1 mmに引き伸ばす.)
D：吸収管(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

2.4. 第４法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，白金製，石英製又は磁製のるつぼにとる．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．

2.5. 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．

3. 試液

(ⅰ) 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．

(ⅱ) 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とし，共栓瓶に保存する．

(ⅲ) 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 μgを含む．この液は用時調製する．

ただし，ヒ素標準原液の調製が困難な場合には，認証ヒ素標

準液を使用してヒ素標準液を調製することができる．認証ヒ素標準液15 mLを正確に量り，希硫酸1 mLを加え，新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，希硫酸1 mLを加え，新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に100 mLとする．用時調製する．

(iv) 認証ヒ素標準液：JCSSひ素標準液(100 mg/L)．この液1 mLはヒ素(As) 0.1 mgを含む．

JCSS (Japan Calibration Service System)は，わが国における校正事業者登録制度である．

4. 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を入れた吸収管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．吸収管を外し，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 μgに対応する．

5. 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．

1. 試液

（ⅰ） 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．

（ⅱ） 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．

（ⅲ） 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．

2. 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．

1. 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．

2. 融点

融点測定法第2法〈*2.60*〉による．

3. 脂肪酸の凝固点

3.1. 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．

3.2. 凝固点の測定

凝固点測定法〈*2.42*〉による．

4. 比重

4.1. 常温で液体の試料

比重及び密度測定法〈*2.56*〉による．

4.2. 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．

$$d=\frac{M_1-M}{(M_2-M)-(M_3-M_1)}$$

M：比重瓶の質量(g)
M_1：比重瓶に試料を入れたときの質量(g)
M_2：比重瓶に水を満たしたときの質量(g)
M_3：比重瓶に試料と水を満たしたときの質量(g)

5. 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．

5.1. 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．

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

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

6. 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．

6.1. 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)

7. 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．

7.1. 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．

8. 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．

8.1. 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℃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．

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

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)

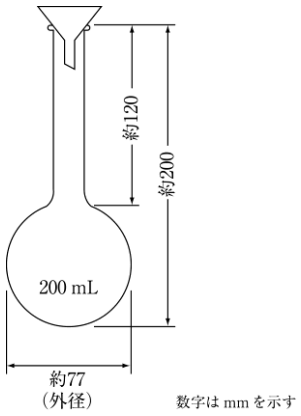


図1.13−1 水酸基価測定用フラスコ

9. 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．

9.1. 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℃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．

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

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)

10. 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．

10.1. 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，正確にウィイス試液25 mLを加え，よく混和する．密栓して遮光し，20 ～ 30℃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．

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

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(SO_4として)の限度をパーセント(%)で( )内に付記する．

1. **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．

1. **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，試料が固体の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とり，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などとよばれる．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．

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

1. 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塡剤を内面が平滑で不活性な金属などの管に均一に充塡したものである．なお，充塡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(導電率検出器)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．

2. 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試験条件の検出器，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，プレカラム法又はポストカラム法による．

3. 確認及び純度の試験

本法を確認試験に用いる場合，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を確認する．なお，被検成分の化学構造に関する知見が同時に得られる検出器が用いられる場合，保持時間の一致に加えて，化学構造に関する情報が一致することにより，より特異性の高い確認を行うことができる．

本法を純度試験に用いる場合，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係数によるピーク面積の補正を行う．

4. 定量

4.1. 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．

4.2. 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全てを厳密に一定の条件に保って行う．

5. ピーク測定法

通例，次の方法を用いる．

5.1. 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裾を結ぶ接線(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．

5.2. ピーク面積測定法

(ⅰ) 半値幅法：ピーク高さの中点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．

6. システム適合性

システム適合性は，クロマトグラフィーを用いた試験法には不可欠の項目であり，医薬品の試験に使用するシステムが，当該の試験を行うのに適切な性能で稼働していることを一連の品質試験ごとに確かめることを目的としている．システム適合性の試験方法と適合要件は，医薬品の品質規格に設定した試験法の中に規定されている必要がある．規定された適合要件を満たさない場合には，そのシステムを用いて行った品質試験の結果を採用してはならない．

システム適合性は，基本的に「システムの性能」及び「システムの再現性」で評価されるが，純度試験においてはこれらに加えて「検出の確認」が求められる場合がある．

6.1. 検出の確認

純度試験において，対象とする不純物等のピークがその規格限度値レベルの濃度で確実に検出されることを確認することによって，使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する．

定量的試験では，通常，「検出の確認」の項を設け，規格限度値レベルの溶液を注入したときのレスポンスの幅を規定して，限度値付近でレスポンスが直線性を持つことを示す．なお，限度試験のように，規格限度値と同じ濃度の標準溶液を用いて，それとの比較で試験を行う場合や，限度値レベルでの検出が「システムの再現性」などで確認できる場合には「検出の確認」の項は設けなくてもよい．

6.2. システムの性能

被検成分に対する特異性が担保されていることを確認することによって，使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する．

定量法では，原則として，被検成分と分離確認用物質(基本的には，隣接するピークが望ましい)との分離度，及び必要な場合には，溶出順で規定する．純度試験では，原則として，被検成分と分離確認用物質(基本的には，隣接するピークが望ましい)との分離度及び溶出順で規定する．また，必要な場合には，シンメトリー係数を併せて規定する．ただし，適当な分離確認用物質がない場合には，被検成分の理論段数やシンメトリー係数で規定しても差し支えない．

6.3. システムの再現性

標準溶液あるいはシステム適合性試験用溶液を繰返し注入したときの被検成分のレスポンスのばらつきの程度(精度)が試験の目的にかなうレベルにあることを確認することによって，使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する．

システムの再現性の許容限度値は，通常，繰返し注入における被検成分のレスポンスの相対標準偏差(RSD)として規定する．試料溶液の注入を始める前に標準溶液の注入を繰り返す形だけでなく，標準溶液の注入を試料溶液の注入の前後に分けて行う形や試料溶液の注入の間に組み込んだ形でシステムの再現性を確認してもよい．

繰返し注入の回数は6回を原則とするが，グラジエント法を用いる場合や試料中に溶出が遅い成分が混在する場合など，1回の分析に時間がかかる場合には，6回注入時とほぼ同等のシステムの再現性が担保されるように，達成すべきばらつきの許容限度値を厳しく規定することにより，繰返し注入の回数を減らしてもよい．

システムの再現性の許容限度値は，当該試験法の適用を検討した際のデータと試験に必要とされる精度を考慮して，適切なレベルに設定する．

7. 試験条件の変更に関する留意事項

医薬品各条の試験条件のうち，カラムの内径及び長さ，充塡剤の粒径(モノリス型カラムの場合は孔径)，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，切替え回数，切替え時間，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，システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる．

8. 用語

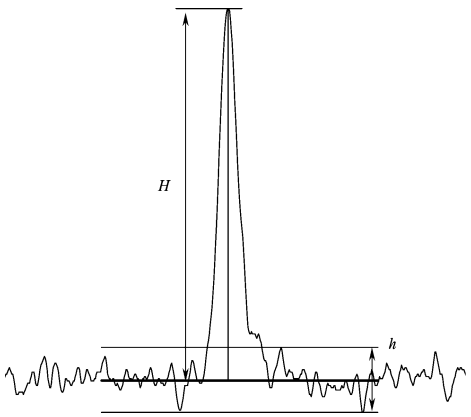
(ⅰ) SN比：次の式で定義する．

$$\mathrm{S/N}=\frac{2H}{h}$$

H：対象物質のピークの基線(バックグラウンドノイズの中央値)からのピーク高さ

h：対象物質のピークの前後における試料溶液又は溶媒ブランクのクロマトグラムのバックグラウンドノイズの幅

なお，基線及びバックグラウンドノイズは対象物質のピーク高さの中点におけるピーク幅の20倍に相当する範囲で測定する．また，溶媒ブランクを用いる場合，対象物質が溶出する位置付近で，上記とほぼ同様の範囲で測定する．



(ⅱ) 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．

(iii) 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(RSD)(%)で規定する．

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

x_i＝測定値

$\overline{X}$：測定値の平均値

n：測定回数

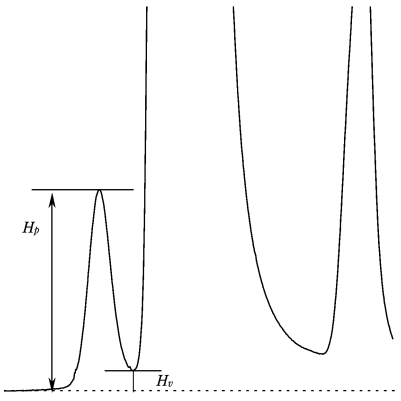
(iv) ピークの完全分離：ピークが完全に分離するとは，分離度1.5以上を意味する．ベースライン分離ともいう．

(v) ピークバレー比：クロマトグラム上の二つのピークの間でベースライン分離が達成できないときに，それらのピークの間の分離の程度を示す指標となるもので，ピークバレー比$p／v$として次の式で定義する．

$$p／v=\frac{H_p}{H_v}$$

H_p：マイナーピークのピークの基線からのピーク高さ

H_v：マイナーピークとメジャーピークの分離曲線の最下点(ピークの谷)のピークの基線からの高さ



(vi) 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する．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)

(vii) 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中点におけるピーク幅

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

(viii) 理論段数：カラム中における物質のバンドの広がりの度合いを示すもので，通例，理論段数Nとして次の式で定義する．

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

t_R：物質の保持時間

$W_{0.5h}$：ピーク高さの中点におけるピーク幅

ただし，t_R，$W_{0.5h}$は同じ単位を用いる．

9. 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の妨げとなる物質を含まないものを用いる．

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(キャリヤーガス)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．

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

1. 装置

通例，キャリヤ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．キャリヤーガス導入部及び流量制御装置は，キャリヤ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ヤーガス流路中に導入するための装置で，充塡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，充塡カラム及びキャピラリーカラムの2種類に分けられる．充塡カラムは，一定の大きさにそろえたガスクロマトグラフィー用充塡剤を不活性な金属，ガラス又は合成樹脂などの管に均一に充塡したものである．なお，充塡カラムのうち，内径が1 mm以下のものは，充塡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収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．

2. 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試験条件の検出器，カラム及びキャリヤーガスを用い，キャリヤ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．

3. 確認及び純度の試験

本法を確認試験に用いる場合，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を確認する．

本法を純度試験に用いる場合，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係数によるピーク面積の補正を行う．

4. 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．

4.1. 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．

4.2. 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．

4.3. 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又はピーク高さを求める．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，縦軸にピーク面積又はピーク高さをとり，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．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．

5. ピーク測定法

通例，次の方法を用いる．

5.1. 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裾を結ぶ接線(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．

5.2. ピーク面積測定法

(i) 半値幅法：ピーク高さの中点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．

6. システム適合性

液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉のシステム適合性の規定を準用する．

7. 試験条件の変更に関する留意事項

医薬品各条の試験条件のうち，カラムの内径及び長さ，充塡剤の粒径，固定相の濃度又は厚さ，カラム温度，昇温速度，キャリヤーガスの種類及び流量，スプリット比は，システム適合性の規定に適合す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．

8. 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．

9. 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の妨げとなる物質を含まないものを用いる．

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．

1. 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℃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．

2. 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．

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

2.04 タンパク質のアミノ酸分析法

タンパク質のアミノ酸分析法は，タンパク質，ペプチド，その他の医薬品のアミノ酸組成やアミノ酸含量を測定する方法である．本法は，タンパク質及びペプチドの定量，同定，構造解析，ペプチドマップ法におけるペプチド断片の評価，並びにタンパク質及びペプチド中の異常アミノ酸の検出などに利用できる．タンパク質及びペプチドは，アミノ酸分析を行う前に各構成アミノ酸に加水分解する必要があるが，加水分解の後に行うアミノ酸分析操作は遊離アミノ酸の分析方法と同じである．試料中の各構成アミノ酸は一般に誘導体化して分析する．

1. タンパク質及びペプチドの加水分解

タンパク質及びペプチド試料を加水分解する最も一般的な方法は，試料をそのままフェノール添加6 mol/L塩酸で110℃，24時間処理する方法(方法1)である．この加水分解法では化学変化するアミノ酸があり，定量的に回収されないため，分析結果の解析に留意が必要である．すなわち，トリプトファンは破壊され，セリンとトレオニンは一部破壊され，メチオニンは酸化され，システインは一般にシスチンとして回収される(ただし，シスチンの一部は破壊されたり，システインに還元されるため，通常その回収率は低い)．また，イソロイシンやバリンを含むペプチド結合は一部しか切断されず，アスパラギンとグルタミンは脱アミド化されてそれぞれアスパラギン酸とグルタミン酸となる．

これらの問題に対処するために，方法2 ～ 11の加水分解法を適宜用いることもある．方法4 ～ 11では，システイン，メチオニン，アスパラギン，グルタミンは他のアミノ酸に変換される．したがって，方法1以外の方法を採用するに当たっては，その方法の利点と問題点をよく比較検討しておく必要がある．

(i) 方法1：フェノール添加塩酸加水分解(液相，気相)
トリプトファンの酸化防止

(ii) 方法2：メルカプトエタンスルホン酸加水分解(気相)

(iii) 方法3：チオグリコール酸添加塩酸加水分解(気相)
システイン／シスチン及びメチオニンの酸化

(iv) 方法4：過ギ酸酸化後，方法1又は方法2による加水分解
システイン／シスチンの酸化

(v) 方法5：アジ化ナトリウム添加塩酸加水分解(液相)

(vi) 方法6：ジメチルスルホキシド添加塩酸加水分解(気相)
システイン／シスチンの還元及びアルキル化

(vii) 方法7：気相ピリジルエチル化後に塩酸加水分解

(viii) 方法8：液相ピリジルエチル化後に塩酸加水分解

(ix) 方法9：液相カルボキシメチル化後に塩酸加水分解
システイン／シスチンの混合ジスルフィド化

(x) 方法10：ジチオジグリコール酸又はジチオジプロピオン酸との反応後に塩酸加水分解
アスパラギン及びグルタミンの誘導体化

(xi) 方法11：ビス(1,1－トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼンとの反応後に塩酸加水分解
一部が破壊されるアミノ酸やペプチド結合の開裂が遅いアミノ酸については，経時的な濃度変化を測定することでより正確な分析値が得られる．経時的濃度変化測定に代わる方法として，標準アミノ酸を試料と同一条件で加水分解する方法があり，破壊されるアミノ酸の量を測定することができる．

マイクロ波による酸加水分解は，迅速ではあるが特別な機器と注意が必要である．プロテアーゼ数種を用いた完全タンパク質消化は，処理が複雑で，厳密な調節が必要であり，一般にはタンパク質よりもペプチドに適用される．

2. アミノ酸分析方法

アミノ酸の分析方法には，イオン交換クロマトグラフィーで遊離アミノ酸を分離した後に以下に示す方法1 ～ 2で誘導体化して検出するポストカラム法，及び遊離アミノ酸を方法2 ～ 7で誘導体化した後に逆相液体クロマトグラフィーで分離するプレカラム法などがある．

(i) 方法1：ニンヒドリン

(ii) 方法2：*o*－フタルアルデヒド(OPA)

(iii) 方法3：フェニルイソチオシアネート(PITC)

(iv) 方法4：6－アミノキノリル－*N*－ヒドロキシスクシンイミジルカルバメート(AQC)

(v) 方法5：(ジメチルアミノ)アゾベンゼンスルホニルクロリド(DABS-Cl)

(vi) 方法6：9－フルオレニルメチルクロロギ酸(FMOC-Cl)

(vii) 方法7：7－フルオロ－4－ニトロベンゾ－2－オキサ－1,3－ジアゾール(NBD-F)

これらの方法の中で，ポストカラムニンヒドリン誘導体化法は最も一般的な方法である．どの方法を選ぶかは試験に要求される感度等に依存する．これらの方法に用いる全自動化された装置及び試薬類は市販されている．ほかにも試液の調製法，反応の操作法，クロマトグラフィーのシステムなどが異なる多くの変法がある．また，個々のパラメーターは実際に使用する装置や操作に依存する．

2.05　サイズ排除クロマトグラフィー

サイズ排除クロマトグラフィーは，液体クロマトグラフィーの分離技術の一つで，溶液中の分子をそのサイズに応じて分離する手法である．多糖類，核酸，タンパク質及び化学合成ポリマーなどの高分子化合物の分子量の確認，分子量分布の確認及び純度の試験などに使用される．水溶性の高分子を対象とし，水系の溶媒を移動相として用いる手法は，ゲルろ過クロマトグラフィーとも呼ばれる．有機溶媒を移動相に用いる手法はゲル浸透クロマトグラフィーとも呼ばれる．ここでは，水系の溶媒を移動相として用いる手法について記述する．有機溶媒を移動相に用いる場合も，分離の原理は同様である．

1.　分離の原理

被検成分は，カラムの充塡剤に存在する細孔への入りやすさに基づいて分離される．細孔より大きなサイズの分子は，細孔に入らずに充塡剤粒子間の空隙を通り速やかに移動し，クロマトグラムのカラムに保持されない成分の保持容量(V_0)の位置に溶出する．細孔より小さなサイズの分子は，そのサイズに応じて細孔中に浸透し，小さなサイズの分子ほど，より内部に浸透するので溶出が遅くなる．さらにあるサイズよりも小さい分子は，一様に，完全浸透する成分の保持容量(V_t)の位置に溶出する．分子の溶出位置は，分子量だけでなく，分子の構造，溶媒及び充塡剤との相互作用などによっても影響を受ける．

2.　装置及び測定条件

通例，液体クロマトグラフィー〈2.01〉に従う．カラムには多孔質の充塡剤を使用する．充塡剤として，シリカ粒子の表面に親水性の修飾を被覆したものや親水性ポリマーを架橋したものなどが用いられる．充塡剤の細孔のサイズ及びその分布により，測定可能な分子サイズの範囲が異なるので，適切なものを選択する．測定可能な分子サイズの範囲を広げるため，対象分子量範囲の異なるカラムを連結して用いる場合もある．移動相には緩衝液などが用いられる．移動相を適切に選択し，サイズ排除の原理以外の，充塡剤と被検成分との相互作用を抑制することが重要である．充塡剤と被検成分との静電相互作用の抑制には，pHの調整，塩の添加などが，疎水性相互作用の抑制には，有機溶媒(メタノール，アセトニトリルなど)の添加などが有用である．移動相の流量，カラム温度，試料注入量及び試料溶液の濃度は分離に影響を与えるため，適切に設定する．検出器には，紫外又は可視分光光度計，示差屈折計，静的光散乱検出器，蒸発光散乱検出器などが用いられる．通常，分子量標準物質と溶出位置を比較することにより被検成分の分子量を求めるが，静的光散乱検出器を用いた場合には，直接溶出液中の分子の分子量が得られる．

3.　操作法

液体クロマトグラフィー〈2.01〉に従う．

4.　分子量の測定

サイズ排除クロマトグラフィーにより分子量，平均分子量又は分子量分布を求める場合には，別に規定するもののほか，試料溶液及び適切な分子量標準物質を用いて調製した分子量標準溶液を同一試験条件で測定し，以下のように求める．分子量標準物質はできるだけ被検成分と類似の物性を有するものを用いる．得られた分子量は，用いた分子量標準物質と分析条件に依存する．

4.1.　単分散被験成分の分子量

分子量標準物質に表示された分子量の対数値に対する保持容量(又は保持時間)の関係をプロットした分子量較正曲線を作成する．試料溶液のクロマトグラムから得られる保持容量(又は保持時間)に対応する分子量を分子量較正曲線から読み取る．通常，被検成分の分子量は，分子量較正曲線の範囲内にあることが必要である．

4.2.　多分散被検成分の平均分子量

分子量標準溶液から得られたクロマトグラムより分子量較正曲線を作成する．試料溶液から得られるクロマトグラムを分割し，各溶出画分の分子量を分子量較正曲線から読み取り，濃度又は量を求め，次式により，数平均分子量(M_n)，質量平均分子量(M_w)及び多分散度(d)を計算する．

多分散度は分子量分布の幅の指標となる．

$$M_n=\frac{\Sigma M_iN_i}{\Sigma N_i}=\frac{\Sigma C_i}{\Sigma\frac{C_i}{M_i}}=\frac{1}{\Sigma\frac{w_i}{M_i}}$$

$$M_w=\frac{\Sigma M_i^2N_i}{\Sigma M_iN_i}=\frac{\Sigma C_iM_i}{\Sigma C_i}=\Sigma w_iM_i,$$

$$d=\frac{M_w}{M_n}$$

M_i：i番目の画分の分子量

C_i：i番目の画分の濃度

Ni：i番目の画分の分子数

w_i：i番目の画分の質量分率($w_i=\frac{M_iN_i}{\Sigma M_iN_i}=\frac{C_i}{\Sigma C_i}$)

4.3.　分子量分布

分子量分布を表す分布曲線として，横軸に分子量の対数値，縦軸に質量分率の積分値をプロットした積分分子量分布曲線や，各分子量における積分分子量分布曲線の傾きを求め，横軸に分子量の対数値，縦軸に傾きをプロットした微分分子量分布曲線が用いられる．

分子量分布に関する規格は，例えば，質量平均分子量，多分散度，特定の分子量範囲の分子の質量分率など，目的に応じた形で示すことができる．

5.　システム適合性及び試験条件の変更に関する留意事項

システム適合性の規定及び試験条件の変更に関する留意事項については液体クロマトグラフィー〈2.01〉を準用する．

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^{1}H，^{13}C，^{15}N，^{19}F，^{31}P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(^{1}H及び^{13}C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$2I+1$ (^{1}H，^{13}C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ースピン結合定数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，スピンースピン結合定数，シグナル面積強度(^{1}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)，緩和時間の四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．

1. 装置

NMRスペクトルの測定は次のいずれかの装置による．

1.1. 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，取込み時間，遅延時間及び積算回数などを適切に設定する．

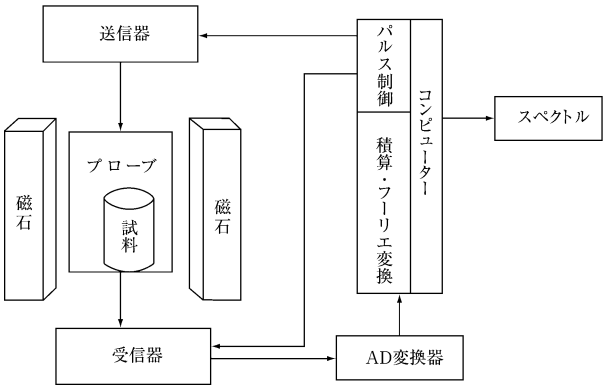


図2.21－1 FT-NMR装置

1.2. 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)．

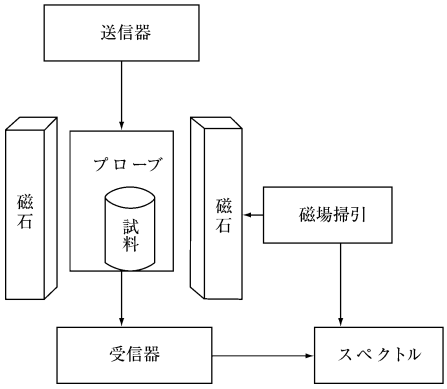


図2.21－2 CW-NMR装置

2. 操作法

NMR測定には，装置の感度及び分解能調整が必要である．NMRでは磁化の励起や観測にコイルを用いる．コイルは狙った核スピンのラーモア周波数に最適化するチューニングとマッ

チングと呼ばれる感度調整が必要である．試料空間における静磁場の空間的な強度むらを試料部位周りに巻かれた複数のシムコイルに電流を流して補正する磁場を追加するシム調整又は分解能調整の操作が必要である．エチルベンゼン又は1,2－ジクロロベンゼンのNMR測定用重水素化溶媒溶液などを用いて装置の感度及び分解能を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．

試料と少量の基準物質を溶媒に溶かした液を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共に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，試料のシグナルと重なるシグナルを示さないこと，試料をよく溶かすこと，及び試料と反応しないことなどを考慮する必要がある．

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．

基準物質としては，NMR測定用試薬を用いる．通例，^{1}H，^{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．

3. 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．

4. 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，^{1}H NMRの場合，次に示す方法により確認を行う．

4.1. 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，規定された全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．ただし，シグナルの多重度は，測定装置の磁場の大きさが異なるとき，機器の分解能の差，及びスピン－スピン結合の大きさとスピン－スピン結合した核どうしの共鳴周波数の差との相対的関係から，異なって観測される場合がある．したがって，シグナルの多重度は，測定装置の磁場の大きさを考慮して判断する．

4.2. 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るとき，試料と標準品の同一性が確認される．

5. ^{1}H 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^{1}H NMRでは，カップリングの相関を帰属できるスピンデカップリング及び空間的に近接する^{1}H間の相関が観測され，立体配置や立体配座の知見を得ることができるNOE (核オーバーハウザー効果)がある．また，一次元^{1}H NMRでは，定量性を確保した条件で測定したとき，スペクトル上に観察される化合物中の原子核の数の比がピーク面積比に対応する特性を持つ．国際単位系(SI)へのトレーサビリティが確保された内標準物質を用いて，純度や含量は物質量(mol)に基づいた信頼性の高い値を求めることができ，このような測定法は定量^{1}H NMRと呼ばれている．

一次元^{13}C NMRでは，スペクトルを単純化すると共に，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^{1}H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全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．代表的な測定法には次のようなものがある．

(ⅰ) COSY (相関分光法)，TOCSY (全相関分光法) (HOHAHA (Hartmann-Hahn効果分光法))：スピン結合している^{1}H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．

(ⅱ) 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．

(ⅲ) 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．

(ⅳ) 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^{1}Hと^{13}C間の相関を^{1}H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．

(ⅴ) HMBC (異核種間遠隔相関分光法)：遠隔スピン結合している^{1}Hと^{13}C間の相関を^{1}H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．

(ⅰ)～(ⅴ)のほかに，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)，DOSY (自己拡散係数配列スペクトル)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．

$$F = kI_0 \phi \varepsilon cl$$

k：比例定数
I_0：励起光の強さ
ϕ：蛍光量子収率又はリン光量子収率

$$\text{蛍光量子収率又はリン光量子収率} = \frac{\text{蛍光量子又はリン光量子の数}}{\text{吸収した光量子の数}}$$

ε：励起光の波長におけるモル吸光係数

1. 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．

2. 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，蛍光強度は僅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．励起波長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．

3. 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．

1. 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．

2. 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．

2.1. フレーム方式

別に規定する光源ランプを装填し，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．

2.2. 電気加熱方式

別に規定する光源ランプを装填し，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．

2.3. 冷蒸気方式

低圧水銀ランプを装填し，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．

3. 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．

3.1. 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．

3.2. 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，3.1.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．

3.3. 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．

4. 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．

$A=kcl$(k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定数をモル吸光係数 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．さら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．

1. 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，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(又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を複数枚用い，透過率の直線性の確認を行うことが望ましい．

2. 操作法

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．さら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．

3. 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，$E^{1\%}_{1\,cm}$ で表す．

$$E^{1\%}_{1\,cm}=\frac{A}{c\times l}$$

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，$E^{1\%}_{1\,cm}$(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をミ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，$E^{1\%}_{1\,cm}$ が500 ～ 530であることを示す．

4. 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．

4.1. 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，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．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．

4.2. 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．

4.3. 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．

4.4. 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．

5. 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に吸収される度合いを，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．

1. 装置及び調整法

分散型赤外分光光度計又はフーリエ変換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，幾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，分散型装置を用いる場合の許容範囲は，1601.2 cm^{-1}における吸収波数が1601.2±2.0 cm^{-1}，1028.3 cm^{-1}における吸収波数が1028.3±2.0 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 ～ 1000 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．

2. 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，次のいずれかの方法によって調製及び測定する．ただし，試料量や混和物の量は例示であり，測定条件にも依存するため，最終的に主な吸収帯の透過率が5 ～ 80%の範囲になるように調整する．また，医薬品が塩である場合には，加える臭化カリウムや塩化カリウムとの間で塩交換を起こすことがあり注意が必要である．錠剤法や拡散反射法では，塩酸塩の場合には原則として塩化カリウムを使用する．その他の塩の場合にはペースト法を試みるなどの対応が必要である．

窓板は塩化ナトリウム，臭化カリウムなどを使用する．

測定時の対照は，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，測定雰囲気のバックグラウンド吸収が用いられることもある．

試料の吸収スペクトルは，医薬品各条で特に規定されるもののほか，通例，波数4000 ～ 400 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．

2.1. 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．試料や臭化カリウム，塩化カリウムの量は，錠剤の大きさ等により調整する．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．

2.2. 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．

2.3. 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1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．

2.4. 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．

2.5. 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．

2.6. 気体試料測定法

試料を排気した5 cm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．

2.7. 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．

2.8. 拡散反射法

固体試料1 ～ 3 mgをめのう製乳鉢で数十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．

3. 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．

3.1.　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．

3.2.　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．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 ～ 400 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．

3.3.　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，規定された全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．

2.26 ラマンスペクトル測定法

ラマン分光法は，測定試料に光を照射した際に発生する，照射光とは異なる波長の非常に弱い散乱光を分光して得たスペクトルを解析することにより，測定試料の定性的又は定量的評価を行う振動分光法の一つである．試料中の分子の化学結合の振動に伴い，分極率が変化する場合にラマン散乱が観測される．

ラマン分光法は，一般的に単波長のレーザーを励起光として用いる．レーザーを測定試料に照射すると，試料中の分子は励起してレイリー散乱と呼ばれる照射光と同じ波長の光が散乱する．レイリー散乱光より短波長側に検出される散乱光をアンチストークスラマン散乱，長波長側に検出されるものをストークスラマン散乱と呼ぶ．一般的に，よりラマン散乱強度の強いストークス散乱が解析に利用される．ラマンスペクトルは通常，横軸はラマンシフト，縦軸はラマン散乱強度で示される．

ラマン分光法は，前処理なしに迅速で非破壊的に試料(固体，半固体，液体，ガスなど)を測定できる．医薬品分野におけるラマン分光法の応用としては，原薬及び製剤中の有効成分，添加剤について定性的又は定量的評価を行うことができる．結晶形及び結晶化度などの物理的状態の評価に用いることもできる．また，顕微測定を用いることにより製剤中における有効成分や添加剤の分布を評価することができる．さらに光ファイバープローブを用いることにより，装置本体から離れた場所にある試料について，サンプリングを行うことなくスペクトル測定が可能であることから，医薬品の製造工程管理をオンライン(又はインライン)で行うための手段としても活用することができる．

1. 装置

ラマン分光光度計は，光源部，試料部，分光部，検出部，信号処理部，データ処理部及び表示・記録・出力部で構成する．分光方式の違いにより分散型ラマン分光光度計及びフーリエ変換ラマン分光光度計に大別できる．

1.1. 光源

光源には試料への励起光として単色光を安定に放射するレーザーを用いる．レーザーにはHe－Neレーザーなどのガスレーザーや固体素子レーザーがあり，目的に応じた波長及び出力のレーザーを選択する．本試験を行うに当たっては，レーザーに関する安全基準に留意する．

1.2. 試料部

試料部は，励起光を照射し，ラマン散乱光を収集する光学系及び試料セルからなる．これらを組み合わせて一つの試料室の形態を取るものと，光ファイバープローブや，持ち運びができる携帯型ラマン分光光度計などのように試料室を持たないものがある．代表的な試料室としてマクロ試料室及び顕微試料室がある．それぞれ用いる光学系の構成要素が異なる．

1.3. 分光器・検出器

多くの分散型ラマン分光光度計は，構成がシンプルで高い感度が得られるため，励起光の除去に光学フィルターを用い，シングル分光器とマルチチャンネル検出器とを組み合わせて使用する．検出器には多素子検出器と単素子検出器があり，一般的な分散型ラマン分光光度計では，CCD検出器などの多素子検出器を用いる．

フーリエ変換ラマン分光光度計は干渉計を利用して，干渉波形をフーリエ変換してスペクトルを得る．フーリエ変換ラマン分光光度計は主に近赤外光励起ラマン測定に用いられる．

2. 測定法

ラマンスペクトル測定は，主に励起光として可視領域の光を用いて，可視領域で透明なガラス製試料セル内部の気体・溶液試料の測定に加え，複雑な形状の固体試料の測定にも適用できる．測定領域の大きさやラマン散乱効率の点から，試料に応じて最適な光学系を選択する．励起波長，装置の測定モードなどを選択し，設定する．

2.1. マクロ測定

マクロ試料室は散乱配置の自由度が高いため，固体，液体，気体，大きさ及び形状を問わず，試料を測定することができる．大型試料セルの設置が必要な，低温，高温及び高圧下でのラマン測定にも対応できる．通常，マクロ試料室は，前方散乱(透過)，90°散乱及び後方散乱配置があり，試料に応じて適切な散乱配置を選択できる．

2.2. 顕微測定

顕微試料室は光学顕微鏡を応用した試料室で，局所分析に用いる．顕微試料室の光学系では，顕微鏡用対物レンズが励起光収束用レンズ及びラマン散乱光集光レンズを兼ねる．

マッピング測定は，試料又はレーザー光を移動して局所測定を繰り返し，ラマン散乱強度の2次元又は3次元分布を示すラマンイメージを作成する．二つのバンド強度の比など様々なスペクトル情報を使ってラマンイメージを作成することができる．

2.3. プローブ測定

光ファイバープローブは光ファイバーを用いることで試料部がラマン装置本体から分離独立している構造の装置の総称で，“その場”(*in situ*)測定，オンライン(又はインライン)測定ができる．

2.4. 携帯型装置による測定

携帯型ラマン分光光度計は持ち運びが可能で実験室環境以外でもラマン分光法を用いた分析ができる．主な用途として医薬品原材料の受入検査における合否判定に用いられることが多い．簡易的な測定をする場合に用いる．

2.5. 測定時の留意点

固体試料，溶液試料及び懸濁試料については，以下の事項に留意する．

(i) 固体試料の測定：試料の充塡状態や粒子径の違い及び表面の粗さが散乱強度に影響する可能性がある．結晶性試料を測定する際には，結晶形状の影響も注意する．また，試料の光透過性がスペクトル強度に影響する可能性もある．試料が物理的，化学的に不均一な場合，レーザー照射スポットサイズを大きくする，複数試料若しくは同一試料の複数点を測定する，又は試料を粉砕するなどして，試料の均質化を図る．

(ii) 溶液試料の測定：溶媒と試料間に相互作用がない場合には，溶媒のスペクトルを差し引くことも可能である．溶液中に不溶物が存在する場合には，不溶物のラマン散乱が得られるためフィルターを用いてあらかじめ取り除いて測定する．また，溶液中でレーザー照射によって高い反応性を示す試料の測定は，同じ場所を照射しないようかき混ぜながら測定するなど注意をする．

(iii) 懸濁試料の測定：懸濁試料が沈降する場合もあることから，レーザー照射位置に注意する．沈降しやすい試料では照

射時間の最適化やかき混ぜるなどの工夫をする．懸濁試料のラマン散乱が弱い場合には，溶液試料の測定と同様に溶媒のスペクトルを差し引くことも可能である．

3. スペクトルに影響を与える要因

ラマン分光法を適用するとき，スペクトルに影響を与える要因として，以下の事項に留意する．

3.1. 試料温度

レーザー照射で試料温度が上昇することにより，融解・燃焼などの性状変化，結晶形転移などが生じる可能性がある．試料温度の上昇はレーザー照射スポットサイズが小さい場合に生じやすいため，顕微測定では注意する．試料の過熱を防ぐためにはレーザー出力を抑える，レーザーを集光させずに照射する，又は試料を冷却するなどの条件設定を行う．

3.2. 試料特性

ラマン散乱光は非常に弱いシグナルのため，試料そのものや微量の不純物の蛍光がラマン散乱光を妨害する可能性がある．蛍光は長波長の励起光源を用いることにより軽減されるが，一般的に長波長の励起光源を用いると，ラマン散乱強度が低下するため注意が必要である．測定前のレーザー照射，照射時間及び積算回数による蛍光退色(フォトブリーチング)により蛍光が緩和されることがある．

着色した試料を測定する際には，試料の吸収特性に応じて励起レーザー波長を選択する．また，測定用セル，袋や瓶などの容器に入れて測定する際には試料由来に加えて，容器由来のスペクトル特性にも注意する．

4. 装置性能の管理

あらかじめラマン分光光度計を調整した後，ラマンシフトの波数の正確さを評価する．標準試料としては，適切な物質を利用し，実際に使用する励起レーザーを用いてラマンスペクトルを測定する．例としてポリスチレンを挙げる．

2.1.，2.2.及び2.3.の場合は，得られたポリスチレンのスペクトルの下記のピーク波数(cm^{-1})のうち，最低三つを用いて補正する．なお，( )内の数値はこれらの値の許容範囲を示す．

620.9 (±1.5)
1001.4 (±1.5)
1031.8 (±1.5)
1602.3 (±1.5)
3054.3 (±3.0) (注：3054.3 cm^{-1}の場合，励起波長によっては測定できないことがある．)

2.4.も同様に，下記のピーク波数(cm^{-1})のうち最低三つを用いて補正する．

620.9 (±2.5)
1001.4 (±2.0)
1031.8 (±2.0)
1602.3 (±3.0)

また，妥当性が確認できれば，シクロヘキサンなど，他の物質を基準として用いることもできる．

5. 定性及び定量分析

5.1. 定性分析

ラマン分光法は分子の振動エネルギーを観測する手法で，分析対象物質の構造に応じた特有のスペクトルが得られることから，化学構造情報に基づく定性分析を行うことができる．

試料のラマンスペクトルと確認しようとする物質の標準品のスペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一のラマンシフトに同様の散乱強度を示すとき，互いの同一性を確認することができる．

なお，固体試料の散乱スペクトルが標準品の散乱スペクトルと異なった場合の取扱いが，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，再測定を行うことができる．

また，確認しようとする物質の特性散乱波数が，医薬品各条に規定されている場合，試料による散乱が，規定された全ての散乱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を確認することができる．

なお，主成分分析などのケモメトリックスの手法によりラマンスペクトルから得られるスコアなどや対象物質の特徴的なピーク波数を指標とすることにより，原薬又は製剤の工程管理に利用することもできる．ケモメトリックスは，通例，化学データを数量化し，情報化するための数学的手法及び統計学的手法を指す．

5.2. 定量分析

濃度既知の検量線作成用試料を用いて，ある特定波数における散乱強度と濃度の関係をプロットした検量線を作成し，分析対象成分の濃度を算出することができる．

試料の組成が複雑な場合は，既存の標準試料を用いて測定したスペクトルについて，ケモメトリックスの手法を利用し検量モデルを作成した後，対象試料のスペクトルに適用し，試料中の各成分濃度を算出することもできる．検量モデルを求めるためのケモメトリックスの手法には，重回帰分析法及びPLS (Partial least squares)回帰分析法などがある．

4.で利用した標準試料ポリスチレンなどを測定し，前回と比較して波数の基準値近傍のピーク強度の変動が±10%以内であることが好ましい．

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℃，4時間)と規定するものは，本品約1 gを精密に量り，105℃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．

1. 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±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，手早く粉砕して径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±2℃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 ～ 10℃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．

1. **装置**

図2.42－1に示すものを用いる．

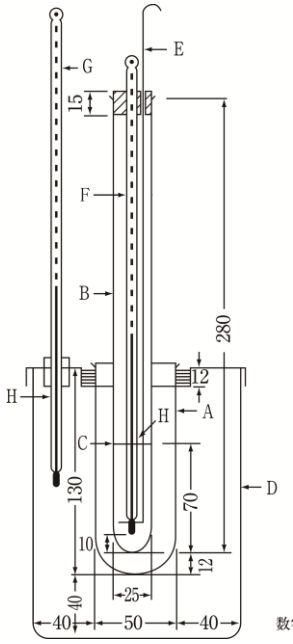
2. **操作法**

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℃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℃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 ～ 15℃低くする．

試料をBに入れ，A中に差し込み，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℃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℃以内のとき，その平均値をとり，凝固点とする．

3. **注意**

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．



A：ガラス製円筒(内外の両壁に曇り止めのためシリコーン油を塗る.)
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ーン油を塗る．ただし，試料に接する部分には塗らない．A中に差し込み，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

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℃，3時間)と規定するものは，本品約1 gを精密に量り，450 ～ 550℃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．

1. 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±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．
三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

◆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．◆

1. 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±50℃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．一旦放冷した後，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±50℃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℃，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．

1. **操作法**

屈折率の測定には，通例，アッベ屈折計を用い，医薬品各条に規定する温度の±0.2℃の範囲内で行う．アッベ屈折計では，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

残留溶媒では，原薬，添加剤及び製剤中に残留する有機溶媒の管理及び確認，定量法を規定する．

Ⅰ. 残留溶媒の管理

1. はじめに

医薬品(生薬及び生薬を配合した製剤を除く．以下同様．)中の残留溶媒は，原薬若しくは添加剤の製造工程又は製剤の製造工程で使用されるか生成する揮発性有機化学物質と定義される．実生産工程で用いられている技術では，それらの溶媒を完全には除去できない．原薬の合成工程では，溶媒を適切に選ぶことにより，収率を向上させたり，結晶形，純度，溶解性といった原薬の物性を決めたりすることができる場合がある．このように，溶媒は時として製造工程における重要なパラメーターとなり得るものである．本試験法は，添加剤として意図的に用いられる溶媒及び溶媒付加物は対象としない．しかしながら，そのような場合においても，製剤中の溶媒の含量を評価し，その妥当性を示す必要がある．

残留溶媒が治療に役立つことはないので，全ての残留溶媒は，製品規格，GMP又はその他の品質基準に適合し得るようなレベル以下に減らすべきである．製剤中には安全性データによって保証されるよりも高いレベルの残留溶媒を含んではならない．許容できないような毒性を引き起こすことが知られている幾つかのクラス1の溶媒(表2.46－1参照)は，リスクーベネフィットの観点からの評価によって，妥当であることが明確に示されない限り，原薬，添加剤又は製剤の製造においては使用を避けるべきである．クラス1ほどではないが，一定のレベル以上の毒性を示すクラス2の溶媒(表2.46－2参照)については，起こり得る有害な作用から患者を守るために，その残留量を規制すべきである．理想的には，できるだけ低毒性のクラス3の溶媒(表2.46－3参照)を用いるべきである．

原薬，添加剤及び製剤は，その製造又は精製の工程の後にも溶媒が残留するような場合には，その溶媒の試験を行う必要がある．原薬，添加剤若しくは製剤の製造又は精製の工程で使用されるか生成する溶媒についてのみ試験を行えばよい．製剤に残留する溶媒については，製剤の試験を行ってもよいし，製剤の製造に用いた各成分中の残留溶媒の含量から製剤中の含量を計算する積算的な方法を用いてもよい．計算値が限度値以下の場合には，製剤について残留溶媒の試験を行う必要はない．しかしながら，計算値が限度値を超える場合には，その溶媒の含量が，製剤化の過程で許容し得る量以下にまで減少したかどうかを確かめるために，製剤の試験を行う必要がある．また，製剤の製造工程で何らかの溶媒が用いられている場合にも，製剤の試験を行う必要がある．

限度値は，全ての剤形及び投与経路の医薬品に適用されるが，短期間の投与(30日以下)又は局所投与のような場合には，より高い残留量も許容され得る．そうした残留量が妥当かどうかはケースバイケースで判断されるべきである．

2. 一般原則

2.1. リスクアセスメントによる残留溶媒の分類

残留溶媒の規制値の用語として，PDE (Permitted Daily Exposure)を，医薬品中に残留する溶媒の1日当たりに摂取が許容される最大量と定義して用いる．本試験法で規制する残留溶媒は，ヒトの健康に及ぼし得るリスクに応じて，下記の三つのクラスに分類される．

(ⅰ) クラス1の溶媒(医薬品の製造において使用を避けるべき溶媒)：ヒトにおける発がん性が知られている溶媒や，ヒトにおける発がん性が強く疑われる溶媒及び環境に有害な影響を及ぼす溶媒である．クラス1の溶媒を表2.46－1に示す．

(ⅱ) クラス2の溶媒(医薬品中の残留量を規制すべき溶媒)：遺伝毒性は示さないが動物実験で発がん性を示した溶媒や，神経毒性や催奇形性等発がん性以外の不可逆的な毒性を示した溶媒及びその他の重大ではあるが可逆的な毒性が疑われる溶媒である．クラス2の溶媒を表2.46－2に示す．

(ⅲ) クラス3の溶媒(低毒性の溶媒)：ヒトに対して低毒性と考えられる溶媒で，健康上の理由からは曝露限度値の設定は必要ない．クラス3の溶媒は，表2.46－3に示すもので，50 mg/day以上のPDE値を持つ．

2.2. クラス2の溶媒の限度値設定のためのオプション

クラス2の溶媒について限度値を設定する場合には，次の二つのオプションのいずれかを利用する．

2.2.1. オプション1

1日に服用される製剤の量を10 gと仮定した場合，式(1)を用いて濃度限度値(ppm)が計算される．

$$\text{濃度限度値(ppm)} = \frac{1000 \times PDE}{\text{服用量}} \quad (1)$$

式中，PDEはmg/dayで，また，服用量はg/dayで表される．

これらの濃度限度値は，全ての原薬，添加剤又は製剤において許容されるものとする．したがって，1日服用量が不明であるか一定しないような場合には，このオプションが適用し得る．処方中の全ての原薬及び添加剤がオプション1に示された限度値に適合する場合には，これらの成分はどのような比率ででも使用できる．この場合，1日服用量が10 gを超えなければ，計算を行う必要はない．1日服用量が10 gを超える製剤には，オプション2を適用すべきである．

2.2.2. オプション2

製剤中の各成分が全てオプション1に示された限度値に適合する必要はないと考えられる．表2.46－2のPDE値と実際の1日最大服用量から，式(1)を用いて，製剤中に残留が許容される溶媒の濃度を算出してもよい．残留量を実際に可能な最小限まで減らしたことが示された場合には，そうした限度値が許容される．その限度値は，分析の精度，製造上の能力，製造工程において起こり得るばらつきの大きさからみて現実的なものでなければならず，かつ現在の医薬品の製造の標準的なレベルを反映したものでなければならない．

オプション2を適用するには，製剤の各成分中に存在する残留溶媒の量を加算すればよい．1日当たり摂取する溶媒の量の合計は，PDE値以下でなければならない．

3. 分析方法

残留溶媒の測定法としては，ガスクロマトグラフィーのようなクロマトグラフィーの手法が一般に用いられる．本試験法又

は他の適切な方法に従って測定する．クラス3の溶媒しか存在しない場合には，乾燥減量などの非特異的方法を用いてもよい．残留溶媒の分析法は，適切にバリデートされていなければならない．

4. 情報として必要な残留溶媒のレベル

医薬品の製造に当たっては，原薬又は添加剤の溶媒の含量に関する情報が必要となる．下記の項目は，原薬又は添加剤の溶媒の含量に関して必要となる情報の例として記載したものである．

(ⅰ) クラス3の溶媒のみが存在すると考えられる場合：乾燥減量が0.5%以下であること．

(ⅱ) クラス2の溶媒のみが存在すると考えられる場合：存在する溶媒の名称と，それらの全てがオプション1の限度値以下であること．

(ⅲ) クラス2の溶媒及びクラス3の溶媒が存在すると考えられる場合：クラス2の溶媒がオプション1の限度値以下であり，かつクラス3の溶媒が0.5%以下であること．

クラス1の溶媒が存在すると考えられる場合には，それらの溶媒を同定し，定量する必要がある．「存在すると考えられる」という表現の対象は，製造の最終工程で使用された溶媒及び最終工程よりも前の工程で使用されたが，バリデートされた工程によっても常に除くことができるとは限らない溶媒である．

クラス2又はクラス3の溶媒の残留量が，それぞれオプション1の限度値又は0.5%を超えている場合には，それらの溶媒を同定し，定量する必要がある．

5. 残留溶媒の限度値

5.1. 医薬品の製造において使用を避けるべき溶媒

クラス1の溶媒は，許容できない毒性を持つ，又は環境に対して有害な影響を及ぼすなどの理由から，原薬，添加剤及び製剤の製造には用いるべきではない．治療上著しい利点を持つ製剤を製造するために，その使用が避けられない場合でも，特に正当化できる理由がない限り，表2.46－1に示した濃度限度値以下とすべきである．1,1,1－トリクロロエタンについては，環境に有害な影響を及ぼす物質であるため，表2.46－1に含めた．表2.46－1に示された限度値1500 ppmは，安全性データの評価に基づくものである．

表2.46－1 クラス1の溶媒(医薬品の製造において使用を避けるべき溶媒)

溶媒	濃度限度値(ppm)	使用を避ける理由
ベンゼン	2	発がん性
四塩化炭素	4	毒性及び環境への有害性
1,2－ジクロロエタン	5	毒性
1,1－ジクロロエテン	8	毒性
1,1,1－トリクロロエタン	1500	環境への有害性

5.2. 医薬品中の残留量を規制すべき溶媒

表2.46－2に示した溶媒は，それらが有する毒性のために，医薬品中の残留を規制すべき溶媒である．

PDE値は0.1 mg/dayの単位まで，濃度限度値は10 ppmの単位まで示した．表に示された値は，測定するときに必要な分析の精度を反映するものではない．精度は，分析法のバリデーションの際に決定されるべきである．

5.3. 低毒性の溶媒

表2.46－3に示したクラス3の溶媒は，毒性が低く，ヒトの健康に及ぼすリスクも低いと考えられる．クラス3には，通常医薬品中に含まれるレベルでヒトの健康に対して有害な影響を及ぼすことが知られている溶媒は含まれていない．これらの溶媒の残留量が，50 mg/day (オプション1では5000 ppm，すなわち0.5%に相当する)以下であれば，その妥当性についての理由を示さなくても許容される．これより高い残留値についても，製造業者の製造能力やGMP遂行上の必要性から見て適当と考えられる場合には，許容されるであろう．

5.4. 適当な毒性データが見当たらない溶媒

下記の溶媒(表2.46－4)も原薬，添加剤又は製剤の製造と関

表2.46－2 クラス2の溶媒(医薬品中の残留量を規制すべき溶媒)

溶媒	PDE (mg/day)	濃度限度値(ppm)
アセトニトリル	4.1	410
クロロベンゼン	3.6	360
クロロホルム	0.6	60
クメン	0.7	70
シクロヘキサン	38.8	3880
1,2－ジクロロエテン	18.7	1870
ジクロロメタン	6.0	600
1,2－ジメトキシエタン	1.0	100
N,*N*－ジメチルアセトアミド	10.9	1090
N,*N*－ジメチルホルムアミド	8.8	880
1,4－ジオキサン	3.8	380
2－エトキシエタノール	1.6	160
エチレングリコール	6.2	620
ホルムアミド	2.2	220
ヘキサン	2.9	290
メタノール	30.0	3000
2－メトキシエタノール	0.5	50
メチルブチルケトン	0.5	50
メチルシクロヘキサン	11.8	1180
メチルイソブチルケトン	45	4500
N－メチルピロリドン	5.3	530
ニトロメタン	0.5	50
ピリジン	2.0	200
スルホラン	1.6	160
テトラヒドロフラン	7.2	720
テトラリン	1.0	100
トルエン	8.9	890
1,1,2－トリクロロエテン	0.8	80
キシレン*	21.7	2170

* 通常，60%の*m*－キシレン，14%の*p*－キシレン，9%の*o*－キシレン及び17%のエチルベンゼンの混合物

表2.46－3 クラス3の溶媒(GMP又はその他の品質基準により規制されるべき溶媒)

酢酸	ヘプタン
アセトン	酢酸イソブチル
アニソール	酢酸イソプロピル
1－ブタノール	酢酸メチル
2－ブタノール	3－メチル－1－ブタノール
酢酸 *n*－ブチル	メチルエチルケトン
t－ブチルメチルエーテル	2－メチル－1－プロパノール
ジメチルスルホキシド	ペンタン
エタノール	1－ペンタノール
酢酸エチル	1－プロパノール
ジエチルエーテル	2－プロパノール
ギ酸エチル	酢酸プロピル
ギ酸	トリエチルアミン

表2.46－4 適当な毒性データが見当たらない溶媒

1,1−ジエトキシプロパン	メチルイソプロピルケトン
1,1−ジメトキシメタン	メチルテトラヒドロフラン
2,2−ジメトキシプロパン	石油エーテル
イソオクタン	トリクロロ酢酸
イソプロピルエーテル	トリフルオロ酢酸

連のある溶媒であるが，PDE値算出の基礎とすることのできる適当な毒性データが見当たらないものである．医薬品中にこれらの溶媒が残留する場合には，その残留の妥当性についての理由を提示する必要がある．

Ⅱ． 残留溶媒の確認，定量法

残留溶媒を溶出するために，試料はできるだけ溶解させる．有効成分と添加剤のみではなく，製剤も取り扱うため，場合によっては製剤の構成成分の幾つかは完全には溶解しないことも許容される．このような場合には，存在する残留溶媒が溶出されるように，初めに製剤等を粉末状に粉砕する前処理が必要である．操作は，揮発性残留溶媒の損失を防ぐために，できるだけ速やかに行う．

以下に記載するガスクロマトグラフィーの試験条件やヘッドスペースの操作条件は，設定するパラメーターやその記載方法が装置により異なっている場合がある．これらを設定する場合には，システム適合性に適合することが確認できれば，使用する装置に応じて変更することが必要である．

なお，試験に用いる試薬は，規定するもののほか，当該試験の目的にかなうものを用いることができる．

1. クラス1とクラス2の残留溶媒

以下の操作は，どのような残留溶媒が試料中に存在し得るかという情報が得られない場合に，残留溶媒を同定し，定量するのに用いられる．特定の溶媒が存在するという情報がある場合には，操作法A及び操作法Bは実施する必要はなく，操作法Cにより，あるいは他の適切な方法に従って残留溶媒の定量を実施する．

残留溶媒の同定，限度試験及び定量試験の適用のためのフローチャートを図2.46−1に示す．

1.1. 水溶性試料

1.1.1. 操作法A

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．

クラス1用標準原液：ジメチルスルホキシド約9 mLに残留溶媒クラス1標準品1 mLを正確に加え，水を加えて正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，あらかじめ水約50 mLを入れたメスフラスコに入れ，水を加えて100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，あらかじめ水約50 mLを入れたメスフラスコに入れ，水を加えて100 mLとする．

クラス1用標準液：水5 mLを正確に入れたヘッドスペース用バイアルにクラス1用標準原液1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

クラス2用標準原液A：残留溶媒クラス2A標準品1 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．

クラス2用標準原液B：残留溶媒クラス2B標準品1 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．

クラス2用標準原液C：残留溶媒クラス2C標準品1 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．

クラス2用標準液A：クラス2用標準原液A 1 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，水5 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

クラス2用標準液B：クラス2用標準原液B 5 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，水1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

クラス2用標準液C：クラス2用標準原液C 1 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，水5 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

試料原液：試料0.25 gをとり，水に溶かし，正確に25 mLとする．

検液：試料原液5 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，水1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

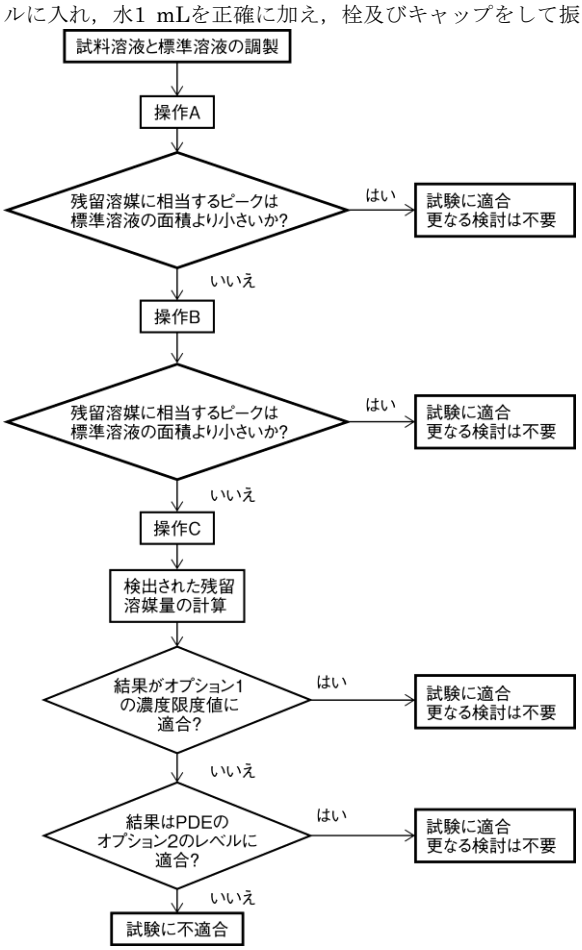


図2.46−1 残留溶媒の同定，限度試験及び定量試験の適用のためのフローチャート

クラス1用システム適合性試験用溶液：クラス1用標準原液1 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，試料原液5 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32 mm (又は0.53 mm)，長さ30 mのフューズドシリカ管(又はワイドボア管)の内面にガスクロマトグラフィー用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を厚さ1.8 μm (又は3.0 μm)に被覆する．

カラム温度：40℃を20分間保持した後，毎分10℃で240℃まで昇温し，240℃を20分間保持する．
注入口温度：140℃
検出器温度：250℃
キャリヤーガス：窒素又はヘリウム
流量：約35 cm/秒
スプリット比：1：5 (注：感度を最適化するためにスプリット比は適宜変更する．)

システム適合性

検出の確認：クラス1用標準液，クラス1用システム適合性試験用溶液につき，上記の条件で操作するとき，クラス1用標準液から得られる1,1,1－トリクロロエタンのピークのSN比は5以上，クラス1用システム適合性試験用溶液から得られるピークのSN比はそれぞれ3以上である．

システムの性能：クラス2用標準液A又はシステム適合性試験用溶液につき，上記の条件で操作するとき，アセトニトリルとジクロロメタンのピークの分離度は1.0以上である．ただし，システム適合性試験用残留溶媒標準品の水溶液(1→100) 1 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，水5 mLを正確に加え，栓及びキャップをして混ぜ，システム適合性試験用溶液とする．

システムの再現性：クラス1用標準液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，個々のピーク面積の相対標準偏差は15%以下である．

ヘッドスペースは，表2.46－5に記載した操作条件の一つに従い，クラス1用標準液，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B，クラス2用標準液C及び検液のヘッドスペースの気体を同量(約1.0 mL)注入し，クロマトグラムを求め，主要なピークのピークレスポンスを求める．検液の1,1,1－トリクロロエタン以外のピークのピークレスポンスがクラス1用標準液，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B又はクラス2用標準液Cのそれぞれのピークのピークレスポンス以上であるとき，若しくは1,1,1－トリクロロエタンのピークのピークレスポンスがクラス1用標準液の1,1,1－トリクロロエタンのピークのピークレスポンスの150倍以上であるとき，ピークの同定のために操作法Bを行う．それ以外の場合は適合とする．

1.1.2. 操作法B

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．

クラス1用標準原液，クラス1用標準液，クラス1用システム適合性試験用溶液，クラス2用標準原液A，クラス2用標準原液B，クラス2用標準原液C，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B，クラス2用標準液C，試料原液及び検液は操作法Aを準用する．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32 mm (又は0.53 mm)，長さ30 mのフューズドシリカ管(又はワイドボア管)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を厚さ0.25 μmに被覆する．

カラム温度：50℃を20分間保持した後，毎分6℃で165℃まで昇温し，165℃を20分間保持する．
注入口温度：140℃
検出器温度：250℃
キャリヤーガス：窒素又はヘリウム
流量：約35 cm/秒
スプリット比：1：5 (注：感度を最適化するためにスプリット比は適宜変更する．)

システム適合性

検出の確認：クラス1用標準液，クラス1用システム適合性試験用溶液につき，上記の条件で操作するとき，クラス1用標準液から得られるベンゼンのピークのSN比は5以上，クラス1用システム適合性試験用溶液から得られるピークのSN比はそれぞれ3以上である．

システムの性能：クラス2用標準液A又はシステム適合性試験用溶液につき，上記の条件で操作するとき，アセトニトリルと*cis*－1,2－ジクロロエテンのピークの分離度は1.0以上である．ただし，システム適合性試験用残留溶媒標準品の水溶液(1→100) 1 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，水5 mLを正確に加え，栓及びキャップをして混ぜ，システム適合性試験用溶液とする．

システムの再現性：クラス1用標準液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，個々のピーク面積の相対標準偏差は15%以下である．

ヘッドスペースは，表2.46－5に記載した操作条件の一つに従い，クラス1用標準液，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B，クラス2用標準液C及び検液のヘッドスペースの気体を同量(約1.0 mL)注入し，クロマトグラムを求め，主要なピークのピークレスポンスを求める．検液のピークのピークレスポンスがクラス1用標準液，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B又はクラス2用標準液Cのそれぞれのピークのピークレスポンス以上であるとき，それらのピークの定量のために操作法Cを行う．それ以外の場合は適合とする．

1.1.3. 操作法C

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．

クラス1用標準原液，クラス1用標準液，クラス2用標準原液A，クラス2用標準液A，クラス2用標準原液C，クラス2用標準液C及びクラス1用システム適合性試験用溶液は操作法Aを準用する．

標準原液(注：操作法A及び操作法Bにより，同定，確認されたそれぞれのピークに対し，それぞれの標準原液を調製する．1,1,1－トリクロロエタン以外のクラス1の溶媒の場合，操作法Aのクラス1用標準原液の調製法に従い，最初の希釈を行う．)：操作法A及び操作法Bにより同定，確認されたそれぞれの残留溶媒のピークに対応する適切な溶媒の量を正確に量り，適切な容器に入れる．これに水を加えて定量的に希釈し，表2.46－1又は表2.46－2に規定された濃度限度値の1／20の濃度とする．必要であれば，段階的に希釈する．

標準液：標準原液1 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れる．これに水5 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

試料原液：試料約0.25 gを精密に量り，水に溶かし，正確に25 mLとする．

検液：試料原液5 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，水1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

添加試験用溶液(注：操作法A及び操作法Bにより，同定，確認

されたそれぞれのピークに対し，それぞれの添加試験用溶液を調製する．)：試料原液5 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，標準原液1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

試験条件及びシステム適合性は基本的に操作法Aに準じる．ただし，検出の確認は不要であり，システム再現性にはクラス1標準液に代えて標準液を用いる．操作法Aから得られたクロマトグラフィーの結果が操作法Bから得られたクロマトグラフィーの結果に劣る場合は，操作法Bに準じる．

標準液，検液，添加試験用溶液それぞれ約1.0 mLの同量につき，表2.46－5のいずれかのヘッドスペース条件で試験を行い，主な残留溶媒のピーク面積を測定し，以下の式により残留溶媒量を計算する．

$$残留溶媒量(ppm)=5\,(C/M)\,\{A_T/(A_S-A_T)\}$$

C：標準原液中の標準品の濃度(μg/mL)
M：試料原液の調製に用いた試料秤取量(g)
A_T：検液に含まれるそれぞれの残留溶媒のピーク面積
A_S：添加試験用溶液に含まれるそれぞれの残留溶媒のピーク面積

1.2. 非水溶性試料

1.2.1. 操作法A

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．なお，ジメチルスルホキシドは*N,N*－ジメチルホルムアミドの代替溶媒として置き換え可能である．

クラス1用標準原液：*N,N*－ジメチルホルムアミド約80 mLに残留溶媒クラス1標準品1 mLを正確に加え，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，あらかじめ*N,N*－ジメチルホルムアミド約80 mLを入れたメスフラスコに入れ，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて100 mLとする(この液を残留溶媒クラス1標準品から調製した中間希釈液とし，クラス1用システム適合性試験用溶液の調製に用いる)．この液1 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10 mLとする．

クラス1用標準液：水5 mLを正確に入れたヘッドスペース用バイアルにクラス1用標準原液1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

クラス2用標準原液A：*N,N*－ジメチルホルムアミド約80 mLに残留溶媒クラス2A標準品1 mLを正確に加え，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100 mLとする．

クラス2用標準原液B：残留溶媒クラス2B標準品0.5 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10 mLとする．

クラス2用標準原液C：*N,N*－ジメチルホルムアミド約80 mLに残留溶媒クラス2C標準品1 mLを正確に加え，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100 mLとする．

クラス2用標準液A：水5 mLを正確に入れたヘッドスペース用バイアルにクラス2用標準原液A 1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

クラス2用標準液B：水5 mLを正確に入れたヘッドスペース用バイアルにクラス2用標準原液B 1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

クラス2用標準液C：水5 mLを正確に入れたヘッドスペース用バイアルにクラス2用標準原液C 1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

試料原液：試料0.5 gをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に10 mLとする．

検液：水5 mLを正確に入れたヘッドスペース用バイアルに試料原液1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

クラス1用システム適合性試験用溶液：試料原液5 mL及び残留溶媒クラス1標準品から調製した中間希釈液0.5 mLを正確に量り，混合する．この液1 mLを正確に，水5 mLを正確に入れたヘッドスペース用バイアルに加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.53 mm，長さ30 mのワイドボア管の内面にガスクロマトグラフィー用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を厚さ3.0 μmに被覆する．

カラム温度：40℃を20分間保持した後，毎分10℃で240℃まで昇温し，240℃を20分間保持する．

注入口温度：140℃

検出器温度：250℃

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：約35 cm/秒

スプリット比：1：3 (注：感度を最適化するためにスプリット比は適宜変更する．)

システム適合性

検出の確認：クラス1用標準液，クラス1用システム適合性試験用溶液につき，上記の条件で操作するとき，クラス1用標準液から得られる1,1,1－トリクロロエタンのピークのSN比は5以上，クラス1用システム適合性試験用溶液から得られるピークのSN比はそれぞれ3以上である．

システムの性能：クラス2用標準液A又はシステム適合性試験用溶液につき，上記の条件で操作するとき，アセトニトリルとジクロロメタンのピークの分離度は1.0以上である．ただし，システム適合性試験用残留溶媒標準品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→100) 1 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，水5 mLを正確に加え，栓及びキャップをして混ぜ，システム適合性試験用溶液とする．

システムの再現性：クラス1用標準液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，個々のピーク面積の相対標準偏差は15%以下である．

ヘッドスペースは表2.46－5に記載したカラム3の操作条件に従い，クラス1用標準液，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B，クラス2用標準液C及び検液のヘッドスペースの気体を同量(約1.0 mL)注入し，クロマトグラムを求め，主要なピークのピークレスポンスを求める．検液の1,1,1－トリクロロエタン以外のピークのピークレスポンスがクラス1用標準液，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B若しくはクラス2用標準液Cのそれぞれのピークのピークレスポンス以上であるとき，又は1,1,1－トリクロロエタンのピークのピークレスポンスがクラス1用標準液の1,1,1－トリクロロエタンのピークのピークレスポンスの150倍以上であるとき，ピークの同定のために操作法

Bを行う．それ以外の場合は適合とする．

1.2.2. **操作法B**

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．

クラス1用標準原液，クラス1用標準液，クラス1用システム適合性試験用溶液，クラス2用標準原液A，クラス2用標準原液B，クラス2用標準原液C，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B，クラス2用標準液C，試料原液及び検液は操作法Aを準用する．

ガスクロマトグラフィーは，水溶性試料の操作法Bの操作法に従う．ただし，スプリット比は1：3とし(感度を最適化するためにスプリット比は適宜変更する)，システム適合性試験用溶液は操作法Aを準用する．

ヘッドスペースは，表2.46－5に記載した操作条件の一つに従い，クラス1用標準液，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B，クラス2用標準液C及び検液のヘッドスペースの気体を同量(約1.0 mL)注入し，クロマトグラムを求め，主要なピークのピークレスポンスを求める．検液のピークのピークレスポンスがクラス1用標準液，クラス2用標準液A，クラス2用標準液B又はクラス2用標準液Cのそれぞれのピークのピークレスポンス以上の場合，それらのピークの定量のために操作法Cを行う．それ以外の場合は適合とする．

1.2.3. **操作法C**

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．

クラス1用標準原液，クラス1用標準液，クラス1用システム適合性試験用溶液，クラス2用標準原液A，クラス2用標準液A，クラス2用標準原液C及びクラス2用標準液Cは操作法Aを準用する．

標準原液(注：操作法A及び操作法Bにより，同定，確認されたそれぞれのピークに対し，それぞれの標準原液を調製する．1,1,1－トリクロロエタン以外のクラス1の溶媒の場合，操作法Aのクラス1用標準原液の調製法に従い，最初の希釈を行う．)：操作法A及び操作法Bにより同定，確認されたそれぞれの残留溶媒のピークに対応する適切な溶媒の量を正確に量り，適切な容器に入れる．これに水を加えて定量的に希釈し，表2.46－1又は表2.46－2に規定された濃度限度値の1／20の濃度とする．必要であれば，段階的に希釈する．

標準液：水5 mLを正確に入れたヘッドスペース用バイアルに標準原液1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして混ぜる．

試料原液：試料約0.5 gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に10 mLとする．

検液：水5 mLを正確に入れたヘッドスペース用バイアルに試料原液1 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

添加試験用溶液(注：操作法A及び操作法Bにより，同定，確認されたそれぞれのピークに対し，それぞれの添加試験用溶液を調製する．)：試料原液1 mLを正確に量り，ヘッドスペース用バイアルに入れ，標準原液1 mLを正確に加え，更に水4 mLを正確に加え，栓及びキャップをして振り混ぜる．

試験条件及びシステム適合性は，基本的に操作法Aに準じる．ただし，検出の確認は不要であり，システム再現性にはクラス1標準液に代えて標準液を用いる．操作法Aから得られたクロマトグラフィーの結果が操作法Bから得られたクロマトグラフィーの結果に劣る場合は，操作法Bに準じる．

標準液，検液及び添加試験用溶液それぞれ約1.0 mLにつき，表2.46－5のいずれかのヘッドスペース条件で試験を行い，主な残留溶媒のピーク面積を測定し，以下の式により残留溶媒量を計算する．

$$残留溶媒量(ppm) = 10\,(C/M)\,\{A_T/(A_S - A_T)\}$$

C：標準原液中の標準品の濃度(μg/mL)

M：試料原液の調製に用いた試料秤取量(g)

A_T：検液に含まれるそれぞれの残留溶媒のピーク面積

A_S：添加試験用溶液に含まれるそれぞれの残留溶媒のピーク面積

1.3. **ヘッドスペース装置の試験条件及びその他の留意事項**

表2.46－5にヘッドスペース条件の例を示す．

本試験法では，ヘッドスペース法のガスクロマトグラフィーの方法を示すが，クラス2の溶媒のうち，2－エトキシエタノール，エチレングリコール，ホルムアミド，2－メトキシエタノール，*N*－メチルピロリドン及びスルホランはヘッドスペース法では感度が低く分析が困難であるため，その他のバリデートされた方法で測定する必要がある．また，本試験法で溶媒として使用する*N,N*－ジメチルアセトアミド，*N,N*－ジメチルホルムアミドは上記の6種の溶媒と共に，残留溶媒クラス2A標準品，残留溶媒クラス2B標準品，残留溶媒クラス2C標準品のいずれにも含まれていないため，必要に応じて適切なバリデートされた方法で分析する必要がある．

表2.46－5 ヘッドスペース装置の操作条件

	ヘッドスペース装置の操作条件		
	1	2	3
バイアル内平衡温度(℃)	80	105	80
バイアル内平衡時間(分)	60	45	45
注入ライン温度(℃)	85	110	105
シリンジ温度(℃)	80 ～ 90	105 ～ 115	80 ～ 90
キャリヤーガス：適切な圧力下で窒素又はヘリウム			
加圧時間(秒間)	60以上	60以上	60以上
試料注入量(mL)*	1	1	1

* 又は，試験方法の基準を満たす場合，機器メーカーの推奨値に従う．適切な感度が得られる場合，1 mL未満の注入量は許容される．

2. **クラス3の溶媒**

1.に従って試験を行う．又は，適切にバリデートされた別の方法で試験を行う．標準液等は対象となる溶媒に合わせて適切に調製する．

クラス3の溶媒のみが残留している場合は，乾燥減量試験法〈2.41〉を用いることができる．ただし，乾燥減量値が0.5%を超える場合や，その他の溶媒が共存する場合には，本試験法又は他の適切な方法に従って同定し，必要な場合には定量する．

3. **標準品**

(ⅰ) 残留溶媒クラス1標準品(ベンゼン，四塩化炭素，1,2－ジクロロエタン，1,1－ジクロロエテン，1,1,1－トリクロロエタンの混合溶液)

(ⅱ) 残留溶媒クラス2A標準品(アセトニトリル，クロロベンゼン，クメン，シクロヘキサン，1,2－ジクロロエテン(*cis*－1,2－ジクロロエテン，*trans*－1,2－ジクロロエテン)，ジクロロメタン，1,4－ジオキサン，メタノール，メチルシクロヘキサン，テトラヒドロフラン，トルエン，キシレン(エチルベン

ゼン，*m*－キシレン，*o*－キシレン，*p*－キシレン)の混合溶液)
(iii) 残留溶媒クラス2B標準品(クロロホルム，1,2－ジメトキシエタン，ヘキサン，メチルブチルケトン，ニトロメタン，ピリジン，テトラリン，1,1,2－トリクロロエテンの混合溶液)
(iv) 残留溶媒クラス2C標準品(メチルイソブチルケトン)
(v) システム適合性試験用残留溶媒標準品(アセトニトリル，*cis*－1,2－ジクロロエテン，ジクロロメタンの混合溶液)

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 (℃)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℃ 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(6.022×10^{23}/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．

1. 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．

2. 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挟む，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，水を用いて試料をn'/n倍希釈し($n \rightarrow n'$)，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'/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，n'/n倍希釈溶液を用いて測定する場合には，オスモル濃度が1000 mOsmに近く1000 mOsmを超えない濃度となるように，希釈倍数を選択し，1回希釈を行う．

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．

3. 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．

4. 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 ～ 650℃で40 ～ 50分間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷する．表2.47－1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

5. 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．

$$\text{浸透圧比} = c_T / c_S$$

c_S：286 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'/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，$n'／n・c'_T＝c_T$より，みかけの浸透圧比(オスモル比)を求める．ただし，希釈は1回とし，希釈測定を行った場合，どのような希釈が行われたか，($n→n'$)のように明示する．

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硫黄と次の式に示すように定量的に反応(カールフィッシャー反応)することを利用して水分を測定する．

$$I_2+SO_2+3C_5H_5N+CH_3OH+H_2O \rightarrow 2(C_5H_5N^+H)I^- +(C_5H_5N^+H)^-OSO_2OCH_3$$

測定法には，ヨウ素の供給方法の異なる二つの方法(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量を滴定法より求め，水分を測定する方法である．一方，電量滴定法は，水分測定用陽極液中のヨウ化物イオンの電解によりヨウ素を発生させる．このヨウ素が水と定量的に反応することに基づき，ヨウ素の産生に要した電気量より，間接的に水分を測定する方法である．

$$2I^- \rightarrow I_2+2e^-$$

1. 容量滴定法

1.1. 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，滴定装置全体につき，外部からの水分の侵入を防ぐよう工夫する．防湿剤として，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．

1.2. 試薬

1.2.1. 水分測定用溶媒

水分測定用溶媒として，主に水分測定用メタノールを用いるが，試料の溶解性及びカールフィッシャー反応への妨害などを考慮し，他に水分測定用エチレングリコール，水分測定用クロロホルム，水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル，水分測定用炭酸プロピレン及び水分測定用ホルムアミドなど，又はそれらの混合物を用いることができる．

1.2.2. 水分測定用塩基

水分測定用ピリジン，水分測定用イミダゾール及び水分測定用2−メチルアミノピリジンなどを用いる．

1.2.3. 水分測定用試液の調製及び標定

(1) 調製

適切に調製された水分測定用試液を用いる．例えば，ヨウ素63 gを水分測定用ピリジン100 mLに溶かし，氷冷する．次に乾燥二酸化硫黄を通じ，その増量が32 gに達したとき，水分測定用メタノールを加えて500 mLとし，水分測定用試液とする．ただし，他の適切な水分測定用溶媒や水分測定用塩基を用いても水分測定用試液を調製することができる．

水分測定用試液は，遮光して湿気を避け，冷所に密栓して保存し，24時間以上放置した後に用いる．

(2) 標定

水分測定用試液を用いて水を滴定するとき，水分測定用試液単位体積当たりの水の当量，力価f(mg /mL)は，僅かな吸湿でも経時的に変化するので，用時標定する．

1.3. 操作法に従い，水分測定用メタノールの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5 ～ 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．滴定量V(mL)であるとき，水分測定用試液の力価f(mg/mL)を次式により求める．

$$f(\text{mg/mL}) = M / V$$

M: 水の秤取量(mg)
V: 水の滴定に要した水分測定用試液の滴定量(mL)

1.2.4. 水・メタノール標準液の調製及び標定

あらかじめ，水・メタノール標準液を以下のように調製し，標定しておく．

(1) 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．本標準液は，遮光して湿気を避け，冷所に保存する．

(2) 標定

水分測定用メタノールの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し，滴定量V(mL)を求める．水・メタノール標準液の力価f'(mg/mL)を次式により求める．

$$f'(\text{mg/mL}) = (f \times 10) / V$$

f: 水分測定用試液の力価(mg/mL)
10 : 水分測定用試液の採取量(mL)
V: 水・メタノール標準液の滴定量(mL)

1.3. 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．

被滴定液中に一対の白金電極(又は双白金電極)を浸し，電極間に一定の微小電圧を加えながら，水分測定用試液を滴加し，変化する微小電流(μA)を測定する(定電圧分極電流滴定法)．滴定の終点は，この微小電流の変化量が一定時間(通例，30秒間以上)持続する状態になったときとする．

別に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)を測定する方法もある(定電流分極電位差滴定法)．

水分測定用試液による滴定は，別に規定するもののほか，次の直接滴定か又は逆滴定のいずれかの方法による．

1.3.1. 直接滴定

別に規定するもののほか，次の方法による．

水分測定用溶媒の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．次に水分5 ～ 30 mgを含むような量の試料，M (mg)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し，滴定量V (mL)を求める．なお，試料が溶媒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，M (mg)を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，湿気を避けてかき混ぜた後，激しくかき混ぜながら滴定を行う．

なお，滴定は低湿度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，必要に応じて空試験を行い，補正する．

水分含量(%)＝{(V×f)／M} × 100

M：試料の秤取量(mg)
V：滴定に要した水分測定用試液の滴定量(mL)
f：水分測定用試液の力価(mg/mL)

1.3.2.　逆滴定

別に規定するもののほか，次の方法による．

水分測定用溶媒の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．次に水分5 ～ 30 mgを含むような量の試料，M(mg)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，V'(mL)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し，滴定量V(mL)を求める．なお，試料が溶媒に溶けないときは手早く粉末とし，その質量，M(mg)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，V'(mL)を加え，湿気を避けてかき混ぜた後，激しくかき混ぜながら滴定する．試料中の水分含量(%)は，次式より求める．

水分含量(%)＝[{(V' × f)−(V× f')}／M] × 100

M：試料の秤取量(mg)
V：水・メタノール標準液の滴定量(mL)
V'：過量の水分測定用試液の一定量(mL)
f：水分測定用試液の力価(mg/mL)
f'：水・メタノール標準液の力価(mg/mL)

1.4. 測定の適合性

電極などの装置構成及び水分測定用の溶媒・試液の種類を変更するなど，試験条件を変更する際に，又は必要に応じて定期的に，適切な測定の適合性試験を行い，容量滴定法の装置／試薬システムの妥当性を検証する．

一例として，5 ～ 30 mgの水分を含む試料に対して，次のような手順により測定の適合性試験を行う．

まず，設定された装置／試薬システムを用いて，試料中の水分含量を測定する．その後，同じ滴定フラスコ中で，試料中の測定した水分量の50 ～ 100%に相当する量の水又は水分量既知の溶液を添加し，水分量を測定する．水分量既知の溶液は，認証されたトレーサブルな市販の標準液の購入により得ることができる．この操作を5回繰り返し，それぞれの添加操作ごとに，次式を用いてそれぞれの水分回収率r(%)を求める．

r(%)＝(M_2／M_1) × 100

M_1：添加された水分量(mg)
M_2：測定された水分量(mg)

上記につき，x軸に添加された累積水分量を，y軸に最初に測定される試料中の水分量Mと水又は水分量既知の溶液添加後に測定される累積水分量の和をプロットする．得られた回帰直線より，直線の勾配b，y軸との交点a及び回帰直線を外挿して得られるx軸との交点dを求め，次式より，百分率誤差e_1(%)及びe_2(%)を計算する．

e_1(%)＝{(a − M)／M} × 100
e_2(%)＝{(｜d｜− M)／M} × 100

a：回帰直線のy軸交点(mg H_2O)
d：回帰直線のx軸交点(mgH_2O)
M：試料中の実測水分量(mg H_2O)

下記の判定基準に適合するとき，評価対象とした装置／試薬システムは，試料に対して適切な水分測定システムであると判定する．

・水分回収率r(%)から平均水分回収率R(%)を求めるとき，97.5 ～ 102.5%の範囲である．
・｜e_1｜及び｜e_2｜は，それぞれ2.5%以下である．
・bは，0.975 ～ 1.025の範囲内にある．

2.　電量滴定法

2.1.　装置

電量滴定法で用いる装置は，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．ヨウ素発生用電解槽は，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，装置は外部からの水分の侵入を防ぐよう工夫する．防湿剤として，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．

2.2.　水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液の調製

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は，別に規定するもののほか，それぞれ以下のような組成の液を調製して用いる．

水分測定用陽極液：ヨウ素，二酸化硫黄，水分測定用イミダゾール｛又は1,3−ジー(4−ピリジル)プロパン，ジエタノールアミン又はそれに代わる塩基｝，水分測定用メタノールなどの有機溶媒との混合溶液

水分測定用陰極液：塩化リチウム，コリン塩化物，塩酸ジエタノールアミンなどの無機塩又は有機塩と水分測定用メタノールなどの有機溶媒との混合溶液

2.3.　操作法

滴定フラスコ中に水分測定用陽極液を入れた後，この液中に一対の白金電極(又は双白金電極)を浸す．別に水分測定用陰極液を満たしたヨウ素発生用電解槽を陽極液中に浸す．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，M(mg)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し，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(C){電流(A)×時間(s)}を求める．

ヨウ素の発生に要した電気量C(C)及び試料の秤取量M(mg)より，次式を用いて試料中の水分含量(%)を求める．

水分含量(%)＝{C／(10.71×M)} × 100

M：試料の秤取量(mg)
C：ヨウ素の発生に要した電気量(C)

10.71：水(H_2O) 1 mgに対応する電気量(C/mg)

なお，試料が陽極液に溶けないときは，吸湿しないように手早く粉末とし，水分0.2 ～ 5 mgを含む量の試料M (mg)を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，湿気を避けてかき混ぜた後，激しくかき混ぜながら滴定し，以下同様に操作する．

なお，滴定は低湿度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，必要に応じて空試験を行い，補正する．

2.4. 測定の適合性

電極などの装置構成及び水分測定用の溶媒・試液の種類を変更するなど，試験条件を変更する際に，又は必要に応じて定期的に，適切な測定の適合性試験を行い，電量滴定法の装置／試薬システムの妥当性を検証する．

一例として，試料中の水分量の測定の前後に，水又は水分量既知の溶液を用いて，水分回収試験を行う．水分量既知の溶液は，認証されたトレーサブルな市販の標準液の購入により得ることができる．試料中の予想水分量により近い約1000 μg又は約100 μgのいずれかの水分を含む水又は水分量既知の溶液を添加し，水分量の電量滴定を行い，その回収率を求める．

水分添加量が1000 μgの場合，回収率97.5 ～102.5%の範囲内に，水分添加量が100 μgの場合，回収率90.0 ～ 110.0%の範囲内にあれば，装置／試薬システムは，試料に対して適切な水分測定システムであると判定する．

3. 水分気化装置の利用及び測定の適合性

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，窒素をキャリヤ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．

水分気化装置における測定の適合性は，例えば，あらかじめ別の方法で水分量を測定した適切な物質や安定な水和物の場合は，その水分量を理論水分量として評価することができる．各装置の指示に基づき適切な条件(温度，時間，サンプル量など)下で当該物質の理論水分量付近の適切な量が検出される必要がある．

2.49 旋光度測定法

1. 原理

一般に光線の振動は，進行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にのみ起こり，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，この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する．

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(°)であり，旋光計によってこれを測定する．旋光度は，測定管の層長に比例し，溶液の濃度，温度及び波長に関係する．旋光性は，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，それぞれに，記号＋又は－をつけて示す．例えば，＋20°は右に20°，－20°は左に20°回転させることを意味する．

旋光度 α_x^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℃で測定したときの偏光面の回転角度を表わす．

2. 装置及び測定

旋光計は光源，偏光子，測定管及び検光子から構成される．

その測定は，通例，温度は20℃又は25℃，層長は100 mm，光源はナトリウムランプの輝線スペクトルであるナトリウムD線を用いて行う．単色光源としては，水銀ランプの輝線スペクトルを用いることもできる．

なお，適切な干渉フィルターを用いることによりナトリウムD線に近い光線が得られるのであれば，キセノンランプなど，他の光源を代替法として用いることができる．

2.1. 装置の正確さの確認

装置の目盛りは，旋光度測定用スクロースで調製した溶液の旋光度を測定し，スクロース固有の比旋光度値が得られることによりその正確さを確認する．日常的には，旋光度が確認されている石英板を使用することができる．

3. 旋光度による特性評価

旋光度を医薬品そのものの品質特性を表わすものとして規定する場合，一般に単位濃度(1 g/mL)，単位セル長(1 mm)当たりの旋光度として比旋光度 $[\alpha]_x^t$(°)を示性値として規定する．ただし，生薬等の品質評価において，光学活性な医薬品の単位濃度を特定できない場合，示性値又は光学活性な不純物量の規定には旋光度 α_x^t(°)を用いる．

比旋光度や旋光度は医薬品の性状，純度試験及び定量法にも用いることができる．

比旋光度 $[\alpha]_x^t$は，実測される偏光面の回転角 α_x^tより，次式を用いて求める．なお，医薬品各条では比旋光度の単位として(°)を用いるが，この単位は便宜的なものであり，正確には(°・mm^{-1}・$(g/mL)^{-1}$)である．

$$[\alpha]_x^t = \frac{\alpha}{lc} \times 100$$

t：測定時の温度(℃)

x：特定の単色光の波長(nm)．ただし，ナトリウムD線を用いる場合，単にDと記載する．

α：偏光面の回転した角度(°)

l：試料溶液の層長，すなわち，測定に用いた測定管の長さ(mm)

c：溶液の薬物濃度(g/mL)．液状医薬品を希釈せず，そのまま用いるときは，その密度(g/mL)に相当する．ただし，別に規定するもののほか，この密度の代わりに，比重を用いることができる．

医薬品各条に，例えば〔α〕$_D^{20}$：－33.0 ～ －36.0°(乾燥後，1 g，水，20 mL，100 mm)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，20℃，層長100 mmで測定するとき，その比旋光度〔α〕$_D^{20}$が－33.0 ～ －36.0°であることを示す．また，α_D^{20}：－33.0 ～ －36.0°(100 mm)と規定するものは，本品につき，20℃，層長100 mmで測定するとき，その旋光度α_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気的信号(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)の僅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．

電気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気的に追跡する手段として，電気量(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．

1. 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．

2. 電気的終点検出法

2.1. 電位差滴定法

2.1.1. 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．

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

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．

2.1.2. 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．

2.2. 電流滴定法

2.2.1. 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．

2.2.2. 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，この点の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．

3. 注意

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，滴定ビーカーは蓋付きのものを用い，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

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のうち，調和合意において，調和の対象とされた項中非調和となっている項の該当箇所は「◆ ◆」で，調和の対象とされた項以外に日本薬局方が独自に規定することとした項は「◇ ◇」で囲むことにより示す．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

本試験法では，純液体も含む溶液の導電率測定法の適用方法を記載する．

本試験法では，溶液のイオン特性を知り，管理する必要がある場合に，導電率が溶液の分注濃度，化学的純度，イオン濃度などの測定，モニター，コントロールのために適用される場合の方法について示す．

適用範囲は，これだけに限定しないが，定置洗浄，クロマトグラフィーにおける検出，イオン性溶液の調製，終点の検出，試料注入，発酵，緩衝液の調製などにおける溶液が含まれる．

また，アルコールやグリコール類のような純粋な有機液体には弱い導電率シグナルが存在しており，水や塩の混入によりシグナルを著しく増強可能なため，純粋な有機液体にも導電率測定を適用可能である．

導電率測定法は，溶液の化学イオン種により電気を通す能力を測定する．イオンの導電能力はそのイオンの移動度と直接関連している．導電率κは，式(1)に示すように溶液中のイオンの濃度に比例する．

$$\kappa = 1000 \sum_{i}^{all\ ions} C_i \lambda_i \quad (1)$$

κ＝導電率(S/cm)
C_i＝イオンiの濃度(mol/L)
λ_i＝イオンiのモル導電率(S･cm²/mol)

SI単位であるS/mは，導電率に適切なSI単位であるが，歴史的に産業界ではS/cmが許容できる単位として用いられている．

式(1)によると，導電率にはイオン選択性はなく，すべてのイオン種に応答する．さらに，それぞれのイオンに特有のモル導電率は異なる．したがって，溶液中のイオン種の組成比が一定であるか，既知でなければ，導電率から正確なイオン種の濃度は求められない．

しかし，単一の塩，酸，塩基の溶液，例えば洗浄に用いるアルカリ溶液などでは，正確な濃度を直接求めることができる．導電率は，イオン選択性はないものの，式(1)に示すように，希釈液の全イオン種(アニオン及びカチオン)の濃度の和に比例するので，試験室や製造現場における全イオン量の測定及び管理に重要な物理量である．高濃度における導電率測定は，濃度に対して完全な直線性を示さない．導電率測定法は，固体や気体には適用できないが，濃縮ガスには適用可能である．

導電率測定に影響するもう一つの因子は，液体の温度である．液体の温度が上昇するに従い，イオン伝導度は増加し，この物理化学的現象が導電性液体の測定時に温度補償が必要となる主な理由である．

導電率κは，式(2)に示すように二つの電極間の液体の電気伝導度G(S)に比例する．

$$\kappa = G \times (d/A) = G \times K \quad (2)$$

κ＝導電率(S/cm)
G＝電気伝導度(S)
d＝二つの電極間の距離(cm)
A＝電極の表面積(cm²)
K＝セル定数(cm⁻¹)，これは比d/Aに等しい．

液体の比抵抗ρ (Ω･cm)は，式(3)に示すようにその定義から，導電率の逆数である．

$$\rho = 1/\kappa = 1/(G \times K) = R/K \quad (3)$$

ρ＝比抵抗(Ω･cm)
κ＝導電率(S/cm)
G＝電気伝導度(S)
K＝セル定数(cm⁻¹)
R＝抵抗(Ω)，これは電気伝導度，Gの逆数である．

1. 装置

導電率測定では，導電率測定用セルの電極間の溶液の電気抵抗を測定する．基本的な装置として，抵抗測定回路と導電率測定用セルがある．また，導電率測定用セルと制御部(ユーザーインターフェイス)が分かれている場合は，これらは，通常ケーブルで接続されている．

抵抗は，電極に交流電圧(又は交流電流)，すなわち電気の荷電が周期的に逆転する電圧(又は電流)を与え，電流(又は電圧)を測定し，オームの法則により抵抗値を算出する．交流電源は，電極の分極(イオンの集積)を防ぐために利用する．装置によって，測定システムの測定周波数は，装置の測定条件により自動的に調整される．複線式の抵抗測定回路が測定システムに組み込まれている装置がある．抵抗測定回路は，トランスミッタ又は導電率測定用セルに組み込まれているものがある．

導電率測定用セルには，少なくとも二つの固定されたサイズ，形状の導電体があり，それらは，電気絶縁体によって分離されている．電極，絶縁体及びその他接液した器具は，液体に接触することがあるため，液体に対し不活性な物質で構成されている．また，導電率測定用セルは，環境条件(工程又は周辺の温度，圧力，洗浄適用)に耐性がなければならない．

多くの導電率測定用セルには，白金抵抗温度検出器(RTD)又は負温度係数(NTC)サーミスタのような温度測定器が組み込まれている．外部の温度測定器の利用も可能である．これらの温度測定器は，導電率の温度補償のために必要である．

2. セル定数の決定

導電率測定用セルのセル定数により，導電率又は抵抗値において，二つの電極の幾何学的構造の違いを標準化することができる．

セル定数は，導電率既知の溶液に導電率測定用セルを浸し測定する．

導電率既知の溶液は，国家が認証した規定の組成の混合溶液を調製するか，あるいは，認証されたトレーサブルな市販の標準溶液の購入により得ることができる．

これらの規定の組成の混合溶液や，認証された溶液には，求

められる精度に応じて5 ～ 200000 μS/cmの範囲のものがある．別法として，セル定数は，認証された校正を受けた参照導電率測定システムとの比較により測定できる(注：導電率測定は，濃度に対し完全な直線性を有しない．)．

測定された導電率測定用セルのセル定数は，別に規定される場合を除き，測定用セルの証明書に示された公称値の5%以内でなければならない．

導電率測定用セルは，通常，耐用期間中にセル定数を変更する必要はない．校正により，セル定数の変化が認められた場合には，機器の製造業者の推奨する方法で導電率測定用セルを洗浄する．その後，校正操作を再度行う必要がある．時として，検出部が十分洗浄できていない場合，特に高濃度から低濃度の溶液に移した場合，メモリー効果が見られる場合がある．

3. 温度の校正

導電率測定用セルのセル定数の検証に加えて，内蔵温度測定装置(又は外付けの温度測定装置)も適切に校正し，正確に温度補正ができるようにしておく必要がある．求める温度の精度は適用する測定の要求精度にもよるが，一般に±1℃で十分である．

4. 測定電子装置の校正

システムの測定回路は基本的には交流電流抵抗測定器である．アナログケーブルを介した信号伝達を行う測定システムは，適切に検証又は校正をしておく必要がある．それには導電率測定用セルを測定回路から取り外し，測定システムのケーブル及び既知の抵抗値も持ったトレーサブルな抵抗を取り付けて測定した抵抗値が規定の抵抗値と一致することで確認できる．判定基準は，一般的には抵抗値の真度が100 Ωより大きい場合で2%未満，それより低い抵抗値の場合は5%未満と大きくできるが，最終的には測定の要求精度により真度の判定基準を決める．

導電率測定用セルを測定回路から取り外すことができない装置(測定回路と電極が一体化されているものなど)では，調整又は回路を直接検証するのが困難な場合がある．その場合は測定装置の完全性検証の代替法として，使用する回路においてセル定数の決定手順に従いシステム校正を行うこともできる．

導電率測定用セルのセル定数，温度測定装置及び測定回路の検証／校正を同じ手法で定期的に行っている場合は，まず測定回路を検証し，次に温度測定装置，最後にセル定数を検証する．最新の電子装置や安定したセンサーを有する機器については，これらの項目は安定しており，頻繁に校正する必要はない．適格性が示された装置と比較することも校正の一つである．校正は，品質管理システムにおいて決められた適切な間隔で実施する．

5. 温度補償

液体の導電率は，温度に依存するため，導電率の測定には，別に規定される場合を除き，通常，温度補償が必要である．適切な温度補償アルゴリズムにより， 導電率の変化は，温度変化ではなく濃度変化に起因するとみなすことができる．導電率測定は，通常25℃を基準としている．一般的な形式の温度補償(線形)には，式(4)が用いられる．

$$\kappa_{25} = \frac{\kappa_T}{[1 + \alpha\ (T - 25)]} \quad (4)$$

κ_{25}＝25℃の導電率

κ_T＝T℃の導電率

α＝導電率の温度係数

T＝測定温度

多くの塩溶液には，一般的に2.1%／℃の温度係数が用いられる．ほとんどの塩水溶液の温度係数の範囲は，1.9 ～ 2.2 %／℃である．液体試料により，他の温度補償方式が適切な場合がある．◇非線形の温度補償は，装置のあらかじめプログラムされたデータを用いて行う．様々な溶液の非線形の温度補償データは， 天然水，微量のアンモニアを含む超純水などに広く利用可能である．◇

機器の洗浄用あるいはリンス用に精製された水のように導電率が低い(10 μS/cm未満)場合には，二重温度補償が必要である．一つは，水の固有の導電率のためで，他方は，水に含まれる他のイオン種のためのものである．これらの補償は，通常，マイクロプロセッサで制御された導電率測定機器では，常時連動し，組み込まれている．これは，全ての導電率測定技術で提供されてはいない．

6. 溶液の測定

オフライン測定の場合，洗浄した導電率測定用セルを測定する溶液ですすぐ．次に導電率測定用セルを測定する溶液に浸け，温度及び温度補正した導電率を記録する．電極の構造によっては，容器の壁が導電率の測定値に影響する場合があるため，容器内の導電率測定用セルの位置が導電率の測定値に影響しないか確認する．

オンライン又はインラインによる連続測定の場合，洗浄した導電率測定用セルをパイプ，タンク又は容器ベッセルに組み込み，必要に応じて洗浄する．組み込む際にあらかじめ電極の間に泡やゴミが入らないようになっていることを確認する．電極の構造によっては，パイプ又はタンクの表面が，導電率の測定値に影響する場合があるために，それらと導電率測定用セルの位置が導電率の測定値に影響しないか確認する．

温度及び温度補正した導電率を記録する．

試験を繰り返すか連続的に測定する場合，導電率測定用セルの接液部の部品が試料溶液及び測定温度に適合性が良いことを確認する．

2.52 熱分析法

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のうち，調和合意において，調和の対象とされた項中非調和となっている項の該当箇所は「◆ ◆」で，調和の対象とされた項以外に日本薬局方が独自に規定することとした項は「◇ ◇」で囲むことにより示す．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

熱分析は温度の関数として物質の物理的性質の変化を測定する一連の方法である．最も良く使われる方法は，試料物質のエネルギー変化を測定する，又は質量変化を測定するものである．

これらの方法は，相変化の測定，化学組成変化の測定，純度の測定等種々の応用性を有する．

◇なお，本法における測定法のうち，熱重量測定法は，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．◇

1. 熱重量測定法

熱重量測定法(TG : Thermogravimetry 又は TGA : Thermogravimetric Analysis)は制御された温度プログラムに従って，温度の関数として試料物質の質量を測定する方法である．

1.1. 装置

熱天秤の基本的な構成は，与えられた温度プログラムに従って試料を加熱又は冷却する装置，雰囲気の制御された試料ホルダー，電気天秤と電気的信号を記録するコンピューター又は記録計である．

1.2. 温度校正

試料の近傍にある，又は接触している温度センサーは，ニッケルのような常磁性物質のキュリー温度により校正する．TG/TGA と示差熱分析法(DTA : Differential Thermal Analysis)との同時測定が可能な装置においては，示差走査熱量測定法(DSC : Differential Scanning Calorimetry)やDTAと同様に，適切な標準物質(熱分析用インジウム，熱分析用スズ，亜鉛(標準試薬)等)を用いる．

1.3. 電子天秤の校正

◆装置校正用シュウ酸カルシウム一水和物標準品◆又は適切な標準物質の適量を試料ホルダーに入れ，質量を量る．機器によって指定された昇温速度(例えば，毎分5℃)を設定し，加熱を開始する．横軸を左から右に，温度又は時間が増加するように設定し，縦軸を下向きが質量減少となるようにした熱重量曲線を記録する．250℃付近で温度上昇を止める．質量減少に対応する測定開始時と終了時の質量－温度，又は質量－時間のプラトー部分の差を測定する．適切な標準物質の質量減少には理論値を用いる．

1.4. 方法

試験する物質に対しては，各条に示されている条件を用いる．得られた熱重量曲線で認められた差から試料物質の質量減少が求められる．質量減少は%で表す．装置が繁用される場合は温度校正を定期的に実施する．又は，測定の前に必ずこうした操作を行う．

実験条件は重要であり，以下のパラメーターは測定ごとに記載する．圧力又は流速，気体の組成，試料量，昇温速度，温度範囲，処理時間を含む試料の前処理法．

2. 示差走査熱量測定法

示差走査熱量測定法(DSC)は，物質又は物質の混合物の，昇温又は降温中に発生するエネルギー現象の測定，更に，エンタルピーや比熱の変化及びそれらが起こる温度の測定を行うのに用いられる方法である．

本法は温度の関数として，基準セルと比べたときの試料からの熱流の出入り(温度を基準として)の差異を測定するのに用いる．二つのタイプのDSC装置が存在しており，一方は試料と基準物質の温度差をゼロに保つ熱補償型であり，他方は一定の昇温条件下，試料と基準物質の熱流の違いとして微少な温度差を検出する熱流束型である．

2.1. 装置

熱補償型DSC装置は試料セルと基準セルからなる試料ホルダーを含む炉を有している．熱流束型DSC装置は試料容器と基準容器のための試料ホルダーに関して単一セルとなる炉を有している．

さらに，コンピューターに連動した温度プログラム装置，熱検出器と記録部分が備わっている．制御された雰囲気下で測定は行われる．

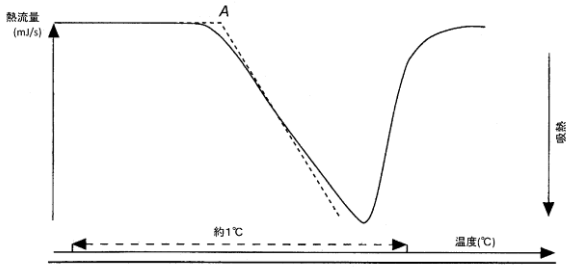


図2.52－1 熱曲線

2.2. 装置の校正

適切な標準物質を用いて温度，エンタルピー変化について装置の校正を行う．

2.2.1. 温度校正

純粋な金属や有機化合物の融点，結晶性の無機塩や酸化物の相転移温度などの固有な熱的性質を有する適切な標準物質を用いて行われる．通例，熱分析用インジウム，熱分析用スズ，亜鉛(標準試薬)の融点が校正に用いられる．

2.2.2. 熱量校正

試料の温度変化に伴う物理的変化による熱量変化(エンタルピー変化)の正確な評価のため，適切な標準物質を用いて装置を校正する必要がある．純粋な金属や有機化合物の融点，結晶性の無機塩の相転移温度などでの物理的変化は一定のエンタルピー変化を示すことから適切な標準物質の使用により，温度校正と同様に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，亜鉛(標準試薬)の融解熱が校正に用いられる．

2.3. 操作方法

試験試料の適当量を適切な容器に量り，試料ホルダーに置く．空容器を基準ホルダーに置く．開始温度，最終温度，各条に規

定されている操作条件に示された昇温速度を設定する．

横軸を温度又は時間(左から右に増加)，縦軸をエネルギー変化(どの方向が発熱か吸熱かを決める)とし，DSC曲線の測定を開始し，記録する．

事象の起こる温度(オンセット温度)は曲線の最大勾配の点(変曲点)における接線と基線の延長線との交点(A：図2.52－1)に相当する．熱事象の終点は曲線のピークで示される．

事象のエンタルピーは基線と曲線で囲まれた面積に比例する．その比例係数は同じ操作条件での熱分析用インジウムなどの既知物質の融解熱測定から決められる．

それぞれの測定結果には以下のデータを併記する．実験諸条件，最新の校正記録，試料の量と来歴(熱履歴を含む)，容器，雰囲気(種別，流速，圧力)，温度変化の方向と速度，装置と記録計の感度．

2.4. 応用

2.4.1. 相変化

温度の関数として認められる物質の相変化の温度，エンタルピー量，比熱変化の測定など，表2.52－1に示す相転移を観察できる．

表2.52－1

固体－固体転移	同素体－結晶多形，脱溶媒和，非晶質－結晶
固体－液体転移	融解，ガラス転移
固体－気体転移	昇華
液体－固体転移	凍結，再結晶，ガラス転移
液体－気体転移	蒸発

2.4.2. 化学組成の変化

与えられた実験条件における反応熱，反応温度の測定が可能であり，具体的には，分解反応や脱溶媒和反応の速度を測定できる．

2.4.3. 相図への応用

固体混合物の相図の作成に利用できる．相図の作成はプレフォーミュレーションや凍結乾燥工程の最適化の重要なステップである．

2.4.4. 純度の測定

試料数mgの使用により，繰返しの正確な真値の測定なしに，1回のDSC測定による任意の温度での融解割合と融解熱の測定から，物質の不純物含量を測定することが可能である．

理論上は，純粋結晶性物質の一定圧力での融解は，融点T_0の極めて狭い温度範囲での融解熱ΔH_fにより特徴付けられる．融解温度範囲の広がりは不純物についての敏感な指標である．同じ物質の10分の数パーセント程度不純物含量の異なる試料は，視覚的に判別できる異なる熱曲線となる(図2.52－2)．

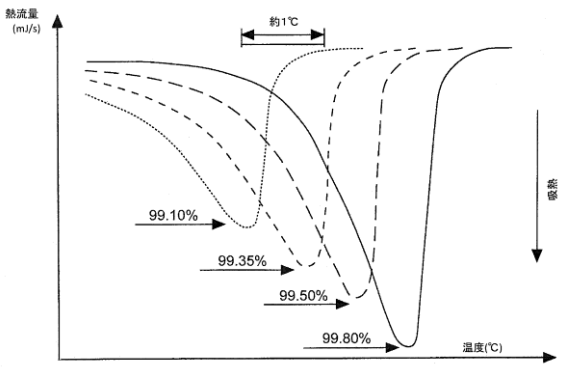


図2.52－2 純度の違いによる熱曲線

DSCによるモル純度の測定は，二成分系での濃度(活量ではなく)に対して適用したvan't Hoff式の積分形の数学的近似の使用に基づいている．

[$\ln(1-x_2) \approx -x_2$ 及び $T \times T_0 \approx T_0^2$]

不純物含量x_2が1より極めて小さく，温度Tが融点T_0と近似している場合には式は以下のようになる．ただし，ここでTとx_2は変数である．

$$T = T_0 - \frac{RT_0^2}{\Delta H_f} \times x_2 \quad (1)$$

T：絶対温度で示した試料の温度
T_0：絶対温度で示した化学的純物質の融点
R：$J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$で示した理想気体の気体定数
ΔH_f：$J \cdot mol^{-1}$で示した純物質のモル融解熱
x_2：不純物のモル分率．絶対温度Tにおいて，不純物のモル数を液相(融解相)中にある全モル数で割った値

DSCでの純度測定は，主成分物質と共融混合物を作り，典型的な場合として測定試料中に2%未満のモル分率で存在する不純物の測定に限られる．

本方法は以下の場合には適用できない．

－非晶性物質
－実験温度範囲で不安定な多形を示す化合物又は溶媒和物
－主成分物質と固溶体を形成する不純物
－主成分物質の液相や融解液に不溶な不純物

試料の加熱中，不純物は共融点で完全に融解する．この温度以上では，固相は純物質のみを含む．引き続き共融点から純物質の融点に温度上昇する時，液化した純物質の量は増加するので液体中の不純物モル分率は減少する．共融点以上の温度では，

$$x_2 = \frac{1}{F} \times x_2^* \quad (2)$$

F：測定試料の融解している割合
x_2^*：測定試料中の不純物のモル分率

全ての試料が融解すると，$F=1$，$x_2=x_2^*$となる．

(2)式を(1)式に代入すると，次式が得られる．

$$T = T_0 - \frac{RT_0^2}{\Delta H_f} \times \frac{1}{F} \times x_2^*$$

純物質の融解熱の値は融解ピークを積分することから求められる．純物質の融点T_0は絶対温度Tと$1/F$のプロットからの補外から得られる．必要に応じて直線に近似した後の勾配αは，$RT_0^2 x_2^* / \Delta H_f$に相当し$x_2^*$を求めることができる．モル分率$x_2^*$に100を掛ければ全共融不純物のモル分率パーセントが得られる．

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．

1. 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，毛細管を通っ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．

$$\nu = Kt$$

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．

$$\eta = \nu\ \rho = Kt\rho$$

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℃で1.0038 mm^2/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[η] (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．

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

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．

1.1. 装置

1 ～ 100000 mm^2/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 ～ 1000秒になるような粘度計を選ぶ．

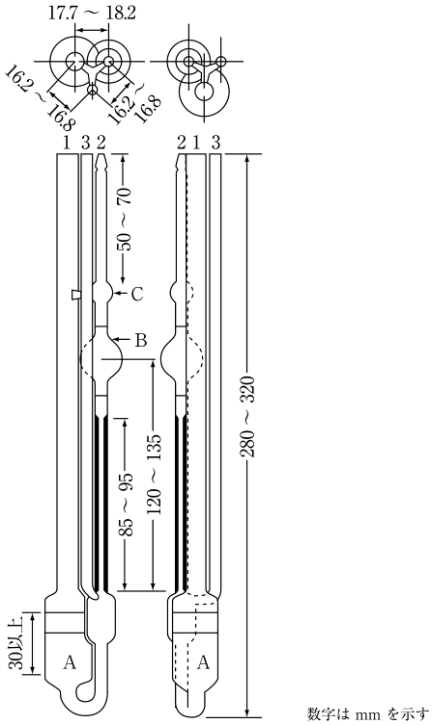


図2.53－1 ウベローデ型粘度計の概略図

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：±10%]	球Bの容量(mL) [許容差:±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

1.2. 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(±0.1℃)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．

2. 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．

2.1. 装置

粘度測定は次のいずれかの装置による．

2.1.1. 共軸二重円筒形回転粘度計(クェット型粘度計)

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隙間に液体を満たし，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．内筒を回転させた場合にも，同様の式が成り立つ．

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

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)

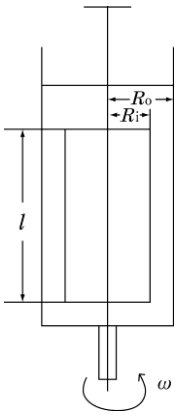


図2.53－2a 共軸二重円筒形回転粘度計

2.1.2 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/cm^3)
ω ：角速度(rad/s)
T : 円筒面に作用するトルク(10^{-7} N･m)

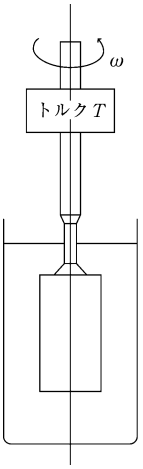


図2.53－2b 単一円筒形回転粘度計

2.1.3. 円錐－平板形回転粘度計(コーンプレート型粘度計)

円錐－平板形回転粘度計は，同一回転軸を持つ平円板及び頂角の大きい円錐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．

円錐と平円板の角度αの隙間に液体を入れ，円錐又は平円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平円板又は円錐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 : 円錐の半径(cm)
α ：平円板と円錐とがなす角度(rad)
ω ：角速度(rad/s)
T : 平円板又は円錐面に作用するトルク(10^{-7} N･m)

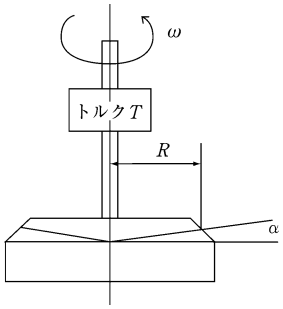


図2.53－2c 円錐一平板形回転粘度計

2.2. 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塡した後，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±0.1℃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，装置を作動させる．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(℃)	2.3026 RT/F(V)	液温(℃)	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

1. pH標準液

pH標準液はpHの基準として用いる．pH標準液の調製には，蒸留した水又は導電率2 $\mu S \cdot cm^{-1}$ (25℃)以下及び有機体炭素0.50 mg/L以下の水を15分間以上煮沸した後，二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けて冷却した水を用いる．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．

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．

表2.54－2 6種のpH標準液のpHの温度依存性

温度(℃)	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	炭酸塩pH標準液	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．

(i) 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．

(ii) 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℃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．

(iii) リン酸塩pH標準液：pH測定用リン酸二水素カリウムを粉末とし，110℃で恒量になるまで乾燥したもの3.40 g (0.025 mol)及びpH測定用リン酸水素二ナトリウムを粉末とし，110℃で恒量になるまで乾燥したもの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．

(iv) 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．

(v) 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2.10 g (0.025 mol)及びpH測定用炭酸ナトリウムを300 ～ 500℃で恒量になるまで乾燥したもの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．

(vi) 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℃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．

2. 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1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，pHの指示値の再現性が±0.05以内のものを用いる．

3. 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拭き取る．

pH計の校正は，2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値に±0.05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値に±0.05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拭き取る．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(±2℃以内)．また，試料溶液がアルカリ性であるとき，必要ならば，測定用の容器は蓋付きのものを用い，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で，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．

4. 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」，「レチノールパ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 μgに相当する．

1. 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．

1.1. 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 ～ 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 ～ 400 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($A_{\lambda i}$)の比，$A_{\lambda i}/A_{326}$を求める．

吸収極大波長が325 ～ 328 nmの範囲にあり，各波長における吸光度の比($A_{\lambda i}/A_{326}$)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．

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

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)
M：試料溶液V 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パ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 ～ 328 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($A_{\lambda i}/A_{326}$)が表2.55－1に示した値の±0.030の範囲内にないときには第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，$A_{\lambda i}/A_{326}$

λ_i (nm)	$A_{\lambda i}/A_{326}$	
	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

1.2. 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．

1.3. 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．さらに水50 mLずつで3回洗い，回の進むにつれて次第に強く振る．さら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℃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．

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

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

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)
M：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/cm^3)とは物質の単位体積当たりの質量であり，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(H_2O)とのそれぞれの温度t'℃及びt℃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．

1. 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蓋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Mを量る．次に栓及び蓋を除き，試料を満たして規定温度t'℃より1 ～ 3℃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，側管に蓋をし，外部をよく拭いた後，質量M_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℃における質量M_2を量り，次の式より比重$d_t^{t'}$を求める．

$$d_t^{t'}=\frac{M_1-M}{M_2-M}$$

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'℃における試料の密度$\rho_T^{t'}$を表2.56－1に示した温度t'℃における水の密度$\rho_{S1}^{t'}$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．

$$\rho_T^{t'}=\rho_{S1}^{t'}\,d_{t'}^{t'}$$

表2.56－1 水の密度

温度 (℃)	密度 (g/mL)	温度 (℃)	密度 (g/mL)	温度 (℃)	密度 (g/mL)	温度 (℃)	密度 (g/mL)
0	0.99984						
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

2. 第２法 シュプレンゲル・オストワルドピクノメーターによる測定法

シュプレンゲル・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Mを量る．次に規定温度より3 ～ 5℃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'℃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，外部をよく拭いた後，質量M_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℃における質量M_2を量る．第1法の式により比重$d_t^{t'}$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'℃における試料の密度$\rho_T^{t'}$を計算することができる．

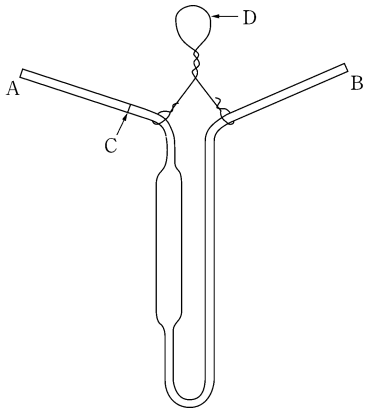


図2.56－1 シュプレンゲル・オストワルドピクノメーター

3. 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'℃にし，静止したとき，メニスカスの上縁で比重$d_t^{t'}$又は密度$\rho_T^{t'}$を読む．ただし，温度t℃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'℃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$d_t^{t'}$より温度t'℃における試料の密度$\rho_T^{t'}$を計算することができる．

4. 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'℃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$K_{t'}$ (g･cm^{-3}s^{-2})を次式より定めておく必要がある．

$$K_{t'}=\frac{\rho_{S1}^{t'}-\rho_{S2}^{t'}}{T_{S1}^{\,2}-T_{S2}^{\,2}}$$

通例，標準物質として水及び乾燥空気が用いられる．温度t'℃における水の密度$\rho_{S1}^{t'}$は表2.56－1より求め，乾燥空気の密度$\rho_{S2}^{t'}$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．

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

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'℃における水の密度$\rho_{S1}^{t'}$を用い，次式より試料の密度$\rho_{T}^{t'}$を求めることができる．

$$\rho_{T}^{t'} = \rho_{S1}^{t'} + K_{t'}(T_T^2 - T_{S1}^2)$$

温度t℃の水に対する試料の比重$d_t^{t'}$は，表2.56－1に示した温度t℃の水の密度ρ_{S1}^{t}を用いて次式より求められる．

$$d_t^{t'} = \frac{\rho_T^{t'}}{\rho_{S1}^{t}}$$

4.1.　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．

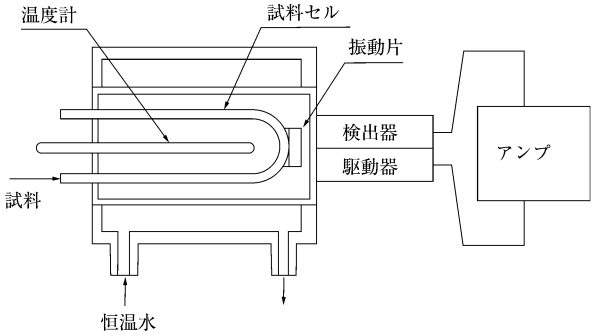


図2.56－2　振動式密度計

4.2.　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'℃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，乾燥空気の与える固有振動周期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，水の与える固有振動周期T_{S1}を測定する．水及び乾燥空気についてのこれらの値を用いて試料セル定数$K_{t'}$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$\rho_{S1}^{t'}$及び試料セル定数$K_{t'}$より，試料の密度$\rho_{T}^{t'}$を求める．また，必要があれば，温度t℃の水に対する試料の比重$d_t^{t'}$は，表2.56－1に示した水の密度ρ_{S1}^{t}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．

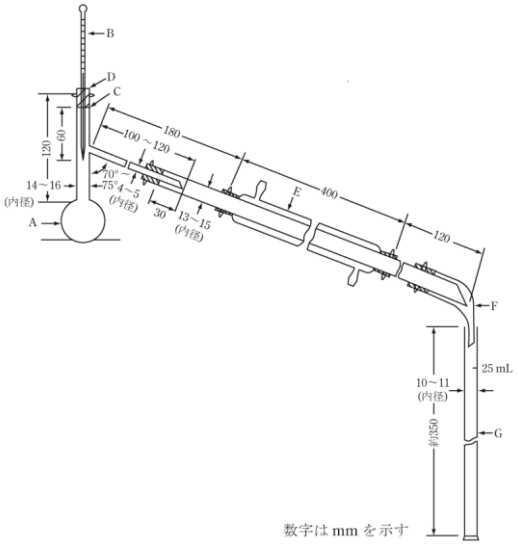
2.57　沸点測定法及び蒸留試験法

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．

1.　第１法　規定の温度範囲が5℃未満のとき

1.1.　装置

図2.57－1に示すものを用いる．



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

図2.57－1

1.2.　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の口に僅かに空気が流通するようにして差し込む．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 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]の穴にのせて加熱する．

別に規定するもののほか，測定温度200℃未満のものは1分間4 ～ 5 mL，200℃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℃以下で蒸留し始める液では，あらかじめ試料を10 ～ 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℃とし，気圧101.3 kPa未満のときはこれを加え，101.3 kPaを超えるときはこれを減じる．

2.　第２法　規定の温度範囲が5℃以上のとき

2.1.　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．

2.2.　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

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

◆粉末X線回折測定法は，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．◆

化合物の全ての結晶相は特徴的なX線回折パターンを示す．X線回折パターンは，微結晶又はある程度の大きさの結晶片からなる無配向化した結晶性粉末から得られる．単位格子の種類と大きさに依存した回折線の角度，主として原子の種類と配列並びに試料中の粒子配向に依存した回折線の強度，及び測定装置の解像力と微結晶の大きさ，歪み及び試料の厚さに依存した回折線の形状の3種類の情報が，通例，X線回折パターンから得られる．

回折線の角度及び強度の測定は，結晶物質の結晶相の同定などの定性的及び定量的な相分析に用いられる．また，非晶質と結晶の割合の評価も可能である[1]．粉末X線回折測定法は，他の分析試験方法と比べ，非破壊的な測定法である(試料調製は，試料の無配向を保証するための粉砕に限られる)．粉末X線回折測定は，低温・低湿又は高温・高湿のような特別な条件においても可能である．

1.　原理

X線回折はX線と原子の電子雲との間の相互作用の結果生じる．原子配列に依存して，散乱X線に干渉が生じる．干渉は回折した二つのX線波の行路差が波長の整数倍異なる場合に強められる．この選択的条件はブラッグの法則と呼ばれ，ブラッグの式(次式)により表される(図2.58－1)．

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

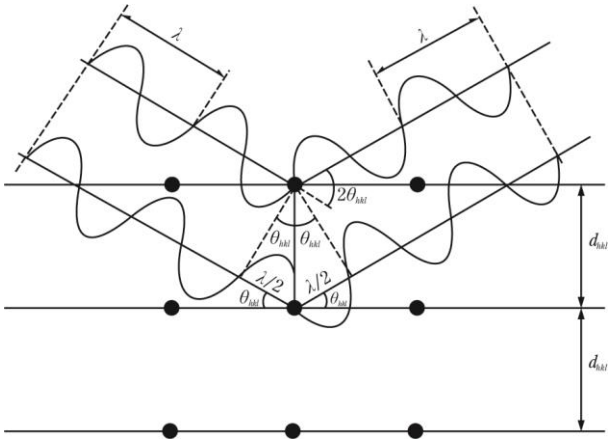


図2.58－1　ブラッグの法則に基づいた結晶によるX線回折

X線の波長λは，通例，連続する結晶格子面間の距離又は面間隔d_{hkl}と同程度の大きさである．θ_{hkl}は入射X線と格子面群との間の角度であり，$\sin\theta_{hkl}$は連続する結晶格子面間の距離又は面間隔d_{hkl}と反比例の関係となる．

単位格子軸に関連して，格子面の方向と間隔はミラー指数(hkl)により規定される．これらの指数は，結晶面が単位格子軸と作る切片の逆数の最も小さい整数である．単位格子の大きさは，軸長a，b，cとそれぞれの軸間の角度α，β，γにより与えられる．特定の平行なhkl面の組の格子面間隔はd_{hkl}により表される．それぞれの格子面の同系列の面は1／n (nは整数)の面間隔を持ち，nh，nk，nl面による高次の回折を示す．結晶のあらゆる組の格子面は，特定のλに対応するブラッグ回折角θ_{hkl}を有する．

粉末試料は多結晶であり，いずれの角度θ_{hkl}においてもブラッグの法則で示される回折が可能となる方向を向いている微結晶が存在する[2]．一定の波長のX線に対して，回折ピーク(回折線，反射又はブラッグ反射とも呼ばれる)の位置は結晶格子(d－間隔)の特性を示し，それらの理論的強度は結晶学的な単位格子の内容(原子の種類と位置)に依存し，回折線形状は結晶格子の完全性や結晶の大きさに依存する．これらの条件の下で，回折ピーク強度は，原子配列，原子の種類，熱運動及び構造の不完全性や測定装置特性などにより決められる．回折強度は構造因子，温度因子，結晶化度，偏光因子，多重度因子，ローレンツ因子などの多くの因子に依存する．回折パターンの主要な特徴は，2θの位置，ピーク高さ，ピーク面積及びピーク形状(例えば，ピークの幅や非対称性，あるいは解析関数や経験的な表現法などにより示される)である．ある物質の異なる五つの固体相で認められた粉末X線パターンの例を図2.58－2に示す．

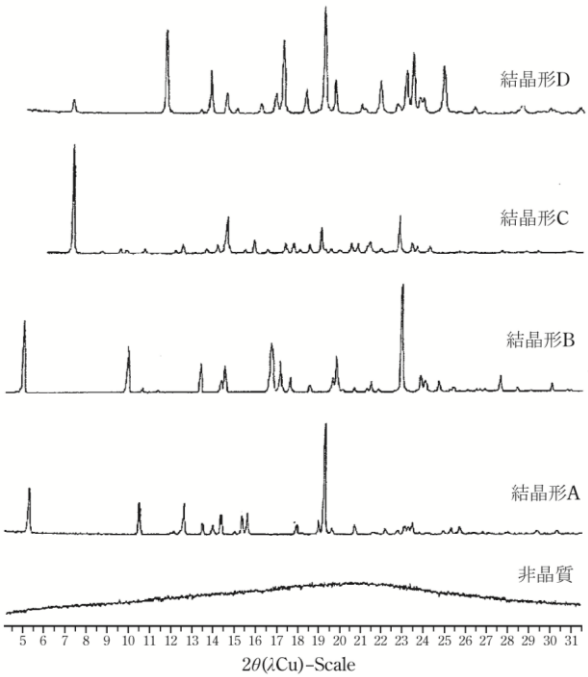


図2.58－2　ある物質の異なる五つの固体相で認められた粉末X線パターン(強度は規格化してある)

粉末X線回折測定では回折ピークに加えてある程度のバックグラウンドが発生し，ピークに重なって観察される．試料調製方法に加え，試料ホルダーなど装置及び空気による散漫散乱や，検出器のノイズ，X線管から発生する連続X線など，装置側の要因もバックグラウンドの原因となる．バックグラウンドを最

小限にし，照射時間を延長することによってピーク対バックグラウンド比を増加させることができる．

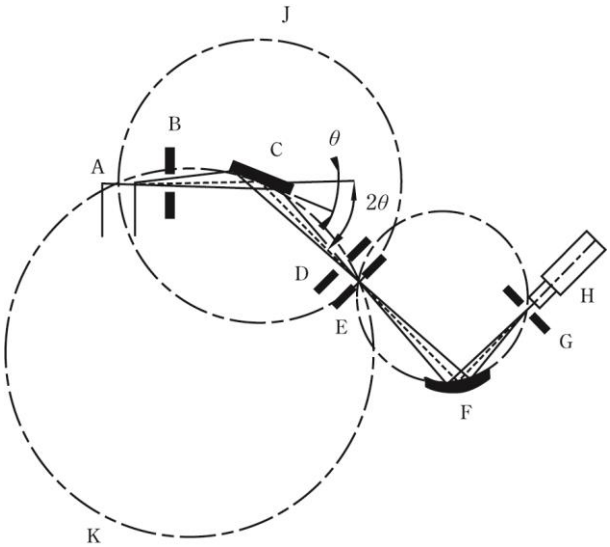
2. 装置

2.1. 装置の構成

粉末X線回折測定は，通例，粉末回折計か粉末カメラを用いる．粉末回折計は，一般的に五つの主要な部分から構成されている．それらはX線源，ビームの単色化，平行化や集束のための入射光に関わる光学系，ゴニオメーター，ビームの平行化や集束のための回折光に関わる光学系及び検出器から構成される．別にX線回折測定装置には，通例，データの収集及びデータ処理システムが必要であり，これらは装備されている．

相の同定，定量分析，格子パラメーターの測定など，分析目的に応じて，装置の異なる配置や性能レベルが必要となる．粉末回折パターンを測定するための最も簡単な装置は粉末カメラである．通例，写真フィルムにより検出するが，光子検出器が組み込まれたブラッグーブレンターノ擬似集中法光学系が開発されている．ブラッグーブレンターノ集中法光学系は現在広く使用されているので，以下に簡潔に記載する．

装置の配置は，水平又は垂直な$\theta/2\theta$の配置，若しくは垂直なθ/θの配置とすることができる．いずれの配置においても，入射X線ビームは試料面とθの角度をなし，回折X線ビームは試料面とはθの角度をなすが，入射X線ビームの方向とは2θの角度をなす．基本配置を図2.58－3に示す．X線管から放射された発散ビーム(一次ビーム)は平行板コリメーターと発散スリットを通過し，平らな試料面に入射する．試料中の適切に配向している微結晶により，2θの角度に回折された全てのX線は，受光スリットの一本の線に集束する．二組目の平行板コリメーターと散乱スリットは，受光スリットの前か後のいずれかに設置される．X線管の線焦点軸と受光スリット軸はゴニオメーター軸から等距離に設定される．X線強度は，通例，シンチレーション計数管，密閉ガス比例計数管又はイメージングプレート，若しくはCCD検出器のような二次元半導体検出器により求められる．受光スリットと検出器は組み合わされており，焦点円の接線方向に動く．$\theta/2\theta$走査では，ゴニオメーターは試料と検出器を同軸方向に回転させるが，試料は検出器の半分の回転速度で回転する．試料面は焦点円の接線方向と同一となる．平行板コリメーターはビームの軸方向発散を制限し，回折線の形状に部分的に影響を与える．



A：X線管
B：発散スリット
C：試料
D：反拡散スリット
E：受光スリット
F：モノクロメーター
G：検出器側受光スリット
H：検出器
J：回折計円
K：焦点円

図2.58－3 ブラッグーブレンターノ集中法光学系の配置図

回折計は透過配置でも使用できる．この方法の利点は選択配向の影響を抑えられることである．約0.5 ～ 2 mm径のキャピラリーが微量試料の測定に使用される．

2.2. X線放射

実験室では，X線は熱電子効果により放出された電子を高電圧による強い電場で加速し金属陽極に衝撃を与えることによって得られる．電子の多くの運動エネルギーは熱に変換されるため，X線管の機能を保持させるためには，陽極の十分な冷却が必要となる．回転対陰極や最適化されたX線光学系を用いると，20 ～ 30倍の輝度が得られる．もう一つの方法として，X線フォトンはシンクロトロンのような大規模施設においても発生される．

高電圧で作動しているX線管から発生するX線のスペクトルは，多色放射の連続的なスペクトル(バックグラウンド)と陽極の種類によって決まる特性X線からなり，X線回折測定には，特性X線だけが用いられる．X線回折に用いられる主な放射線源には，銅，モリブデン，鉄，コバルト，クロムを陽極とする真空管が用いられる．有機物のX線回折測定においては，通例，銅，モリブデン，コバルトのX線が用いられる(コバルト陽極は，X線ピークの明確な分離に適している)．使用するX線の選定は，試料の吸収特性と試料中に存在する原子由来の蛍光発光の可能性も考慮して行う．粉末X線回折に使用するX線は，通例，陰極から発生するK_α線である．したがって，発生したX線からK_α線以外の全ての成分を除去し，X線ビームを単色化しなければならない．単色化は，通例，X線管より放出されるK_α線及びK_β線の波長の間に吸収端を有する金属フィルターをK_βフィルターとして用いて行われる．フィルターは，通例，単色X線管と試料の間に置かれる．単色X線ビームを得るより一般的な方法としては，大きなモノクロメーター用結晶(通例，モノクロメーターと呼ばれる)を用いることである．この結晶は試料の前又は後に設置され，K_α線及びK_β線による特性X線ピークを異なる角度に回折させることにより，一つの回折ピークのみを検出器に入射させる．特殊なモノクロメーターの使用により，$K_{\alpha1}$線と$K_{\alpha2}$線を分離することも可能である．ただし，フィルターやモノクロメーターを用いて単色ビームを得る際，その強度及び効率は低下する．K_α線及びK_β線を分離するもう一つの方法は，湾曲X線ミラーを使用することであり，これによって単色化，焦点合わせ，平行化を同時に行うことができる．

2.3. 放射線防護

人体のいかなる部分へのX線の暴露も健康に有害である．したがって，X線を使用する際には，当該作業者及びその周辺にいる人を保護するための適切な予防措置を講じることが必要である．放射線防護についての必要な訓練やX線暴露水準の許容限度は，労働安全衛生法で定められている．

3. 試料の調製と取付け

粉末試料の調製と試料ホルダーへの適切な充塡は，得られるデータの質に重大な影響を与えるので，特に粉末X線回折測定法では重要な操作となる[3]．ブラッグ－ブレンターノ集中法光学系の装置を用いた場合における試料調製及び充塡に起因する主なエラーの要因を以下に示す．

3.1. 試料の調製

一般的には，多くの結晶粒子の形態は試料ホルダー中で試料に選択配向性を与える傾向がある．粉砕により微細な針状晶又は板状晶が生成する場合には，この傾向は特に顕著となる．試料中の選択配向は種々の反射強度に影響を与え，その結果，完全な無配向な試料で予測される反射に比べ，ある場合には強く，ある場合には弱く観察される．幾つかの手法が微結晶の配向のランダム化(結果として選択配向が最小になる)のために用いられるが，最良で最も簡便な方法は，粒子径を小さくすることである．微結晶の最適数は，回折装置の配置，必要な解像度及び試料によるX線ビームの減衰の程度に依存する．相の同定であれば，通例，50 μm程度の粒子径によって十分な結果が得られる．しかしながら，過度の粉砕(結晶径が約0.5 μm以下となる場合)は，線幅の広がりや下記のような，試料の性質の重大な変化の原因となることがある．

（ⅰ） 乳鉢，乳棒，ボールなどの粉砕装置から発生する粒子による試料の汚染
（ⅱ） 結晶化度の低下
（ⅲ） 他の多形への固相転移
（ⅳ） 化学的分解
（ⅴ） 内部応力の発現
（ⅵ） 固体反応

したがって，未粉砕試料の回折パターンと粉砕した粒子径の小さい試料の回折パターンを比較することが望ましい．得られた粉末X線回折パターンが利用目的に十分に適合するならば，粉砕操作は不要である．試料中に複数の相が存在し，特定の大きさの粒子を得るためふるいを用いた場合には，組成が初期状態から変化している可能性があることに注意すべきである．

4. 装置性能の管理

ゴニオメーターと入射及び回折X線ビーム光学装置には，調整を必要とする多くの部分がある．調整の程度や誤調整は，粉末X線回折の測定結果の質に直接影響する．したがって，系統誤差を最小限にするために，検出器で最適なX線強度が得られるように光学系及び機械システムなど，回折装置の種々の部分を注意深く調整しなければならない．回折装置の調整に際して，最大強度かつ最大解像度を探すことは容易ではない．したがって，手順どおりに調整を行い最適条件を求める必要がある．回折装置には多くの配置方法があり，個々の装置は特別な調整方法を必要とする．

回折装置全体の性能は，標準物質を用いて定期的に試験及び検査をしなければならない．この場合，認証された標準物質の使用が望ましいが，分析の種類によっては他の特定の標準物質を使用することもできる．

5. 定性分析(相の同定)

粉末X線回折による未知試料中の各相の同定は，通例，基準となる物質について実験的に又は計算により求められる回折パターンと，試料による回折パターンとの視覚的あるいはコンピューターによる比較に基づいて行われる．標準パターンは，理想的には特性が明確な単一相であることが確認された試料について測定されたものでなければならない．多くの場合，この方法によって回折角2θ又は面間隔d及び相対強度から結晶性化合物を同定することができる．コンピューターを用いた未知試料回折パターンと標準データとを比較する場合，ある程度の2θ範囲の回折パターン全体か，あるいは回折パターンの主要部分を用いるか，いずれかの方法により行われる．例えば，それぞれの回折パターンから得られた面間隔d及び標準化した強度I_{norm}の表，いわゆる(d, I_{norm})表は，その結晶性物質の指紋に相当するものであり，データベースに収載されている単一相試料の(d, I_{norm})表と比較対照することができる．

CuKα線を用いた多くの有機結晶の測定では，できるだけ0°付近から少なくとも40°までの2θの範囲で回折パターンを記録するのが，通例，適切である．同一結晶形の試料と基準となる物質との間の2θ回折角は，0.2°以内で一致する．しかしながら，試料と基準となる物質間の相対的強度は選択配向効果のためかなり変動することがある．転移しやすい水和物や溶媒和物は，単位格子の大きさが変化することが知られており，その場合回折パターン上，ピーク位置のシフトが生じる．これらの物質では，0.2°を超える2θ位置のシフトが予期されることから，0.2°以内というピーク位置の許容幅は適用しない．その他の無機塩類等の試料については，2θ測定範囲を40°以上に拡大する必要がある．一般的には，単一相試料の粉末X線回折データベースに収載されている，10本以上の強度の大きな反射を測定すれば十分である．

以下のように，相を同定することがしばしば困難であるか，あるいは不可能な場合がある．

（ⅰ） 結晶化していない物質，あるいは非晶質物質
（ⅱ） 同定すべき成分が質量分率で少量(通例，10%未満)
（ⅲ） 著しい選択配向性を示す
（ⅳ） 当該相がデータベースに収載されていない
（ⅴ） 固溶体の生成
（ⅵ） 単位格子を変化させる不規則構造の存在
（ⅶ） 多数の相からなる
（ⅷ） 単位格子の変形
（ⅸ） 異なる相での構造類似性の存在

6. 定量分析

対象とする試料が最大一つの非晶質を含む複数の相からなっている場合，各結晶相の割合又は非晶相の割合(容積比又は質量比)を求めることは多くの場合可能である．定量分析は積分強度，複数の個々の回折線のピーク高さ又は全体のパターンに基づいて行われる[4]．これらの積分強度，ピーク高さ，全体のパターンは対応する基準となる物質の値と比較される．ここで基準となる物質は，単一の相又は混合物である．試料調製(試料中では全ての相が均一に分散していることと各相の粒子径が適切であることが測定結果の真度と精度に必須である)とマトリックスの効果が定量分析における問題点である．最適の条件が整えば，固体試料中の10%程度の結晶相を定量することは可能である．

6.1. 多形試料

二つの多形相aとbからなる試料で，相aの割合F_aは定量的に次式で示される．

$$F_a=\frac{1}{1+K(I_b/I_a)}$$

この値は2相の強度比の測定と定数Kの値を得ることにより求められる．Kは二つの純粋な多形相の絶対強度比I_{oa}/I_{ob}であり，標準試料の測定から求められる．

6.2. 標準試料を用いる方法

定量分析に用いられる方法には，外部標準法，内部標準法，スパイキング法(標準添加法)がある．

外部標準法は最も一般的な方法であり，測定しようとする混合物のX線回折パターンや各ピーク強度を，標準試料の混合物を用いて測定した場合と比較する．構造が明らかであれば，構造モデルの理論強度と比較して求めることもできる．

内部標準法では，測定しようとする試料と回折パターンが重ならず粒子径やX線吸収係数が同等な内部標準となる物質が，マトリックスの効果による誤差を少なくするために使用される．既知量の内部標準となる物質を試料及び各標準試料の混合物に添加する．これらの条件の下では，ピーク強度と濃度との間に直線関係が成り立つ．内部標準法では回折強度を正確に測定する必要がある．

スパイキング法(標準添加法)では，未知濃度の相aを含む混合物に純粋な相aを一定量加える．添加量の異なる幾つかの試料を調製し，強度対濃度プロットを作成するとき，x軸のマイナスの切片が元の試料中の相aの濃度となる．

7. 非晶質と結晶の割合の評価

結晶と非晶質の混合物では，結晶相と非晶相の割合を幾つかの方法で求めることができる．試料の性質によって使用する方法を選択する．

(i) 試料が異なる複数の結晶成分と一つの非晶質成分からなる場合は，各結晶相の量は適切な標準試料を用いることにより求められ，非晶質の量はその差により間接的に推定される．

(ii) 試料が同じ元素組成の一つの結晶成分と一つの非晶質成分からなる場合，1相性あるいは2相性の混合物であっても，結晶相の量(結晶化度)は回折パターンの三つの面積を測定することで評価できる．

A＝試料中の結晶領域からの回折による全ピーク面積
B＝領域Aの下部の全面積
C＝バックグラウンドの面積(空気による散乱，蛍光，装置などによる)

これらの面積を測定することにより，およその結晶化度は次式により求められる．

$$\text{結晶化度}(\%) = 100A/(A + B - C)$$

本法は結晶化度を得る絶対的な方法ではなく，一般的には，比較の目的にのみ利用可能である点に注意すべきである．ルーランド法のような，より精巧な方法を用いることもある．

8. 単結晶構造解析

一般的に結晶構造は単結晶を用いて得られたX線回折データから決定される．しかしながら，有機結晶では格子パラメーターが比較的大きく，対称性が低く，通常は散乱特性が極めて低いため，その構造解析を行うことは容易ではない．ある物質の結晶構造が既知である場合は，対応する粉末X線回折パターンの計算が可能であり，相の同定に利用可能な選択配向性のない標準粉末X線回折パターンが得られる．

[1] 結晶構造の決定・精密化，結晶相の結晶学的純度の測定，結晶組織の評価など，結晶性医薬品に適用可能な粉末X線回折法の応用例はほかにも多く存在するが，ここでは詳述しない．

[2] X線回折測定のための「理想的な」粉末は，無配向化した多数の小球状微結晶(干渉回折する結晶性領域)である．微結晶数が十分多数であれば，いかなる回折方位でも再現性のある回折パターンが得られる．

[3] 同様に，温度，湿度などの影響で，測定中に試料の性質変化が認められることがある．

[4] もし，全ての成分の結晶構造が既知の場合，リートベルト(Rietveld)法により高精度の定量分析が可能である．成分構造が既知ではない場合，ポーリー(Pawley)法又は最小二乗法を用いることができる．

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．

1. 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，酸化反応用容器，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(導電率計)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．

2. 試薬，標準液

(ⅰ) 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．

(ⅱ) 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℃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．

(ⅲ) 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℃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．

(ⅳ) 分解助剤：ペルオキソ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．

(ⅴ) 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．

(ⅵ) 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．

3. 試験器具

(ⅰ) 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．

(ⅱ) 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．

4. 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．

4.1. 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．

4.2. 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．

1. 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．

1.1. 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．

(ⅰ) 浴液：通例，常温における動粘度50 ～ 100 mm^2/sの澄明なシリコーン油を用いる．

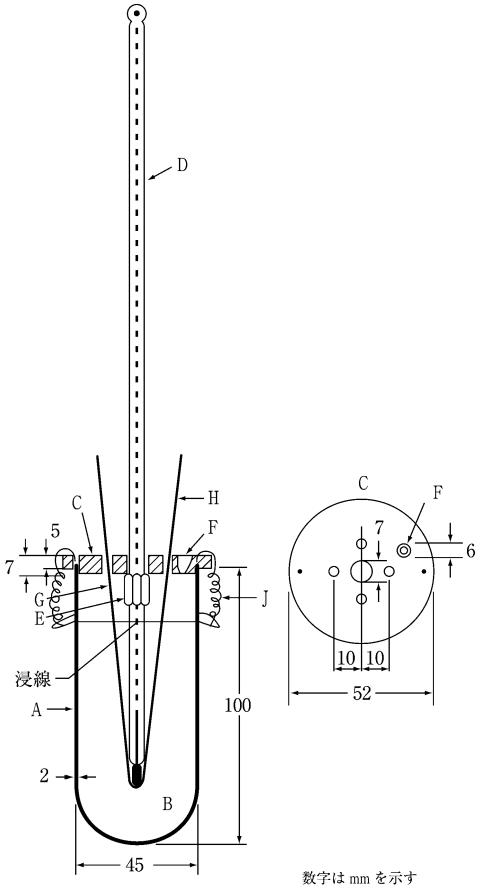
(ⅱ) 浸線付温度計：測定温度範囲により，1 ～ 6号の温度計がある．融点が50℃未満のときは1号，40℃以上100℃未満のときは2号，90℃以上150℃未満のときは3号，140℃以上200℃未満のときは4号，190℃以上250℃未満のときは5号，240℃以上320℃未満のときは6号を用いる．

(ⅲ) 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．

1.2. 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．



数字は mm を示す

A：加熱容器(硬質ガラス製)
B：浴液
C：ポリテトラフルオロエチレン製蓋
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：ポリテトラフルオロエチレン製蓋固定ばね

図2.60－1 融点測定装置

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．

1.2.1 装置適合性

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，異なる融点を持つ六種の高純度物質(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_E(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装置適合性確認用標準品を選択し，操作法に従

って装置適合性確認用標準品の融点を測定するとき，ワニリン及びアセトアニリドの融点が*MP*±0.5℃，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*±0.8℃，スルファピリジン及びカフェインの融点が*MP*±1.0℃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塡，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．

2. 第２法

脂肪，脂肪酸，パラフィン又はろうなどに適用する．

2.1. 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．

2.2. 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．

3. 第３法

ワセリン類に適用する．

3.1. 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．

3.2. 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差し込み，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15 mm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るし，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回繰り返し，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．

2.61 濁度試験法

濁度試験法は，純度試験の溶状の試験において，濁度(濁りの度合い)の判定に用いる．

医薬品各条における規格は，原則として，目視法で規定する．

1. 目視法

本試験法は，白色の(又は淡く着色した)微粒子による濁りの度合の判定に用いる．着色試料では濁りを薄く認識する傾向があり，比較液も同様に着色したものを用いなければ正しい比較は難しい．

1.1. 濁りの比較液

ホルマジン乳濁標準液5 mL，10 mL，30 mL及び50 mLを正確にとり，それぞれ水を加えて正確に100 mLとし，濁りの比較液Ⅰ，濁りの比較液Ⅱ，濁りの比較液Ⅲ及び濁りの比較液Ⅳとする．用時振り混ぜる．濁りの比較液Ⅰ，濁りの比較液Ⅱ，濁りの比較液Ⅲ及び濁りの比較液Ⅳの濁度は，それぞれ3 NTU，6 NTU，18 NTU及び30 NTUに相当する．

1.2. 操作法

検液，水又は検液の調製に用いた溶媒，必要に応じて新たに調製した濁りの比較液を，それぞれ内径15 ～ 25 mmの無色透明の平底試験管に液層が深さ40 mmになるようにとり，散乱光中で黒色の背景を用い，真上から観察して比較する．散乱光は，濁りの比較液Ⅰが水と，また，濁りの比較液Ⅱが濁りの比較液Ⅰと容易に区別し得る明るさとする．

なお，濁りの比較液の測定は，濁りの程度が水又は検液の調製に用いた溶媒と差がないと容易に判断できず，澄明が明確でない場合に行う．

1.3. 判定

検液の澄明性が水又は検液の調製に用いた溶媒と同じか，その濁度が濁りの比較液Ⅰ以下のとき，澄明とすることができる．検液の濁度が濁りの比較液Ⅰを超える場合には，次のように判定する．検液の濁度が濁りの比較液Ⅰを超えるが，濁りの比較液Ⅱ以下の場合は，「濁りの比較液Ⅱ以下」とする．同様に，検液の濁度が濁りの比較液Ⅱを超えるが，濁りの比較液Ⅲ以下の場合は「濁りの比較液Ⅲ以下」と，また，濁りの比較液Ⅲを超えるが，濁りの比較液Ⅳ以下の場合は「濁りの比較液Ⅳ以下」とする．濁りの比較液Ⅳ以上の場合は「濁りの比較液Ⅳ以上」とする．

1.4. 試液

ホルマジン乳濁標準液：ホルマジン乳濁原液3 mLを正確に量り，水を加えて正確に200 mLとする．調製後24時間以内に使用する．用時よく振り混ぜて用いる．濁度は60 NTUに相当する．

2. 光電光度法

濁度は，濁った溶液や懸濁液における，サブミクロンレベルの光学密度の不均一さに基づく光の吸収や散乱を機械的に測定して評価することができる．光電光度法は目視法よりも客観的な判別が可能である．散乱光や透過光の測定に基づいて濁度を求めることができるが，試験法には測定方式，光源等を規定し，測定値の比較に際しては，同じ測定方式，同じ光源を用いる必要がある．

いずれの場合にも，濁度と濃度の直線関係は少なくとも4濃度で作成した検量線で示されなければならない．着色試料では，色による吸収が，入射光及び散乱光強度を減らして，濁度を低く見積もる傾向があるため，主に透過散乱法が使われる．

2.1. 透過光測定法

濁った液に光を照射すると，濁りの粒子に散乱されて透過光が減少する．一定のサイズの粒子が均一に分散していれば，小さい粒子が低濃度で含まれるときには，濁度と濃度が直線関係にある．分光光度計又は光電光度計による紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により濁りを測定できる．高濃度の測定が可能であるが，試料の着色の影響を受けやすいため，色の吸収による妨害をできるだけ避けるために，通例，660 nm付近の波長で測定する．

2.2. 散乱光測定法

濁った液を観察するとき，濁りの粒子による光の屈折により濁って見える(チンダル現象)．濁った液に入った光は，一部は透過し，一部は吸収され，残りは懸濁粒子によって散乱される．散乱光測定法は，濁度の低い領域で，検出器の応答と散乱濁度単位(NTU)とが直線関係にあるが，濁度が増加すると，全ての粒子が入射光にさらされず，散乱光は検出器に達するまでに妨害されるようになる．

2.3. 透過散乱法

透過散乱法では，散乱光の測定と同時に透過光を測定し，散乱光量／透過光量の強度比から濁度を測定する．この方法では，試料の色によって減少する入射光の量を補正できるため，試料の着色の影響を受けない．透過散乱法の測定を積分球を用いて行う場合には，特に積分球測定法と称し，濁りの粒子により生じる散乱光を測定するとともに，全透過光量を測定し，それらの比率から濁度を求めることができる．

2.4. 光電光度法の規格への適用

光電光度法による検液の濁度は，必要に応じて，濁りの比較液Ⅰ ～ Ⅳと水又は使用された溶媒などの濁度既知の標準液を用いて，NTU単位へ変換することにより，医薬品各条の適否の判定に使用できる．自動校正可能な装置では，濁度既知の標準液で校正し，直接，NTUで表される測定値を得る．得られた測定値を，規定された規格値と比較する．

なお，濁度測定法の単位として，NTUを用いることが多いが，NTUはタングステンランプを用いて，90±30°の散乱光を入射光強度に対して測定する機械を用いる場合の単位であり，860 nmの赤外線を光源とし，90±2.5°の散乱光を入射光強度に対して測定する機器の場合には，単位としてFNUが使用される．値の小さい領域(40 NTUまで)では，NTUと等価である．なお，ホルマジンの濃度単位で，精製水1 Lに1 mgのホルマジンを分散したものを1度とするFTUも使用される．

2.62 質量分析法

質量分析(Mass spectrometry：MS)は，分子をイオン化させ，統一原子質量単位に対する比で表したイオンの相対質量(m)をイオンの電荷数(z)で割って得られる無次元量のm/z値に応じてイオンを分離検出する方法であり，物質の確認，純度の試験などに用いる．統一原子質量単位は基底状態の^{12}Cの12分の1の質量であり，原子，分子及びイオンの質量を表す際に用いられる．測定結果は，イオンのm/z値をx軸に，それに対する信号の相対強度をy軸に示したマススペクトルとして示される．試料分子を構成する各元素の単一同位体(通常，天然存在比が最大の同位体)だけからなる分子又はイオンの精密質量をモノアイソトピック質量という．通常，マススペクトル上には，モノアイソトピックイオンとともにその同位体イオンが存在する．分子量関連イオンのm/z値から試料分子の質量を求めることが可能であり，フラグメントイオンが観測される場合には，フラグメントイオンの質量，分子量関連イオンとフラグメントイオンの質量差などから構造の確認や推定を行うことが可能である．タンデム質量分析(MS／MS)は，m/z値により選択されたプリカーサーイオンを解離させ，生じたプロダクトイオンを質量分析に供する手法である．観測したプロダクトイオンのm/z値により，構造の確認や推定を行うことが可能である．質量分析及びタンデム質量分析の概念図を図2.62－1に示す．

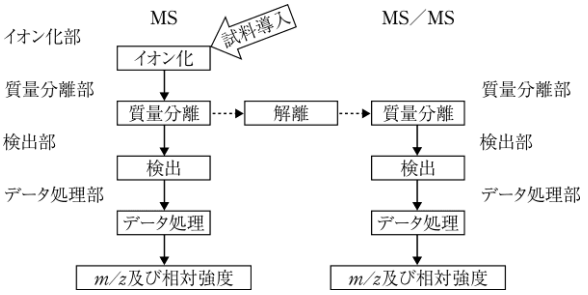


図2.62－1 MS及びMS／MSの概念図

1. 質量分析計

質量分析計は，通常，試料導入部，イオン化部(イオン源)，質量分離部，検出部及びデータ処理部からなる．また，質量分離部などを高真空に保つための排気系を備える(図2.62－1)．

1.1. 試料導入部

イオン化部への試料の導入法としては，溶液試料などをシリンジポンプやキャピラリーチップなどを利用してイオン化部に導入する直接注入法，また，液体や固体試料をガラス管などに詰め，イオン化部の電子線や反応イオン雰囲気のごく近傍まで導入する直接導入法などがある．さらに，ガスクロマトグラフィー，液体クロマトグラフィー，キャピラリー電気泳動などの分離分析法により分離した各成分を連続的にイオン化部に導入する方法などがある．

1.2. イオン化部

質量分析計に導入された試料はイオン化部においてイオン化され，正又は負の電荷を有するイオンを生成する．質量分析法には様々なイオン化法があり，測定対象となる試料の極性や分子量及び目的などに応じて最適なイオン化法を選択することが重要となる．代表的なイオン化法は以下のとおりである．

1.2.1. 電子イオン化(Electron ionization：EI)法

気化した試料分子Mが熱電子のエネルギー(通常は70 eV)によりイオン化し，分子イオン$M^{+\cdot}$や試料分子の構造情報を持つフラグメントイオンを生じるイオン化法である．分子量が1000程度以下の低分子量で揮発性試料や気体試料などの非極性分子をイオン化するのに適している．再現性の高いフラグメンテーションパターンを有するマススペクトルが得られることから，データライブラリーを利用した化合物の同定などに利用される．

1.2.2. 化学イオン化(Chemical ionization：CI)法

気化した試料分子が，イオン化室に導入したメタンやイソブタン，アンモニアなどの試薬ガスから熱電子のエネルギーにより生成した反応イオンとのイオン分子反応によりイオン化し，プロトン付加分子$[M+H]^+$や脱プロトン分子$[M-H]^-$あるいは反応イオン付加分子などが生じる．EI法に比べて生成するイオンの内部エネルギーが小さくなるので，フラグメンテーションは起こりにくい．

1.2.3. エレクトロスプレーイオン化(Electrospray ionization：ESI)法

試料溶液を先端が高電圧に印加されたキャピラリーに通し噴霧すると帯電した霧状の液滴が生成する．さらに，溶媒の蒸発に伴い液滴の電荷密度が増大した後，試料分子がイオン化し，$[M+H]^+$や$[M-H]^-$あるいはアルカリ金属イオン付加分子などが生じる．比較的高極性の低分子から高分子量の試料のイオン化に利用され，$[M+nH]^{n+}$や$[M-nH]^{n-}$などのような多価イオンを生成しやすい性質を利用してペプチドやタンパク質，多糖などの生体高分子の測定にも応用される．

1.2.4. 大気圧化学イオン化(Atmospheric pressure chemical ionization：APCI)法

試料溶液を加熱キャピラリーに通し窒素ガスによる気化・噴霧を行い，高電圧の針電極によるコロナ放電を起こすと溶媒分子がイオン化する．この溶媒イオンとのイオン分子反応によって試料分子がイオン化し，$[M+H]^+$や$[M-H]^-$あるいはアルカリ金属イオン付加分子などが生じる．分子量1500程度以下の非極性から高極性化合物のイオン化に適している．

1.2.5. マトリックス支援レーザー脱離イオン化(Matrix-assisted laser desorption/ionization：MALDI)法

試料とα－シアノ－4－ヒドロキシケイ皮酸やシナピン酸などのマトリックスを混合したものにパルスレーザーを照射するとマトリックスの電子励起に伴い試料分子が瞬時に気化・イオン化する．このときマトリックスと試料分子の間でプロトンの授受が起こり，$[M+H]^+$や$[M-H]^-$あるいはアルカリ金属イオン付加分子などが生じる．適切なマトリックスを選択することにより，数百の低分子量から数十万の高分子量までの化合物のイオン化が可能である．測定に必要な試料量が微量であることからペプチドやタンパク質などの生体由来試料のイオン化に利用される．

1.2.6. その他のイオン化法

その他のイオン化法として，電界イオン化(Field ionization：FI)法，電界脱離(Field desorption：FD)法，高速原子衝撃(Fast atom bombardment：FAB)法，二次イオン質量分析(Secondary ion mass spectrometry：SIMS)法，大気圧光イオン化(Atmospheric pressure photoionization：APPI)法

や励起したヘリウムとの衝突反応によるイオン化を利用し，開放空間において物質表面の揮発性成分を直接イオン化できる方法など様々なイオン化法が開発されている．

1.2.7. 試料導入法とイオン化法

各イオン化法は試料導入法と密接に関係している．ガスクロマトグラフィー質量分析の場合，キャピラリーカラムで分離した気化成分を直接高真空のイオン化部に導入し，EI法やCI法などによりイオン化する．液体クロマトグラフィー質量分析の場合，カラムで分離した液相中の試料成分を大気圧下で噴霧し，高真空の質量分離部へ移送するためのインターフェースにおいて，ESI法やAPCI法などによりイオン化する．このとき，用いる移動相はカラム分離とイオン化の両方に適した組成となるよう考慮する必要がある．また，キャピラリー電気泳動質量分析として用いる場合，通常はキャピラリー先端で泳動液に適当な溶液を混合して流量を調整後，ESI法などによりイオン化する．

1.3. 質量分離部

質量分離部では，イオン化部において生成したイオンがm/z値に基づいて分離される．その結果，対象とする試料に由来するイオンの質量や相対存在量を測定することができる．質量分離部には次のようなものがある．

1.3.1. 四重極型分離部(Quadrupole：Q)

四重極型分離部では，並行に配置された4本の棒状電極に高周波交流電圧と直流電圧が重ねて印加されている．この空間に進入したイオンは，そのm/z値に応じて振動するが，ある特定のm/z値を持つイオンだけが安定した軌道を持ち，通り抜けることができる．印加電圧を変化させることにより，m/z値の異なるイオンが分離部を通過し，マススペクトルが得られる．一般的に四重極型分離部の質量分解能は低いが，比較的広いダイナミックレンジを持ち，装置は簡易で小型化が可能であることから，汎用装置として定性及び定量分析に幅広く用いられる．

1.3.2. イオントラップ型分離部(Ion trap：IT)

電場や磁場を単独，又は組み合わせて作った空間にイオンを閉じ込める装置を示す．

1.3.2.1. ポールイオントラップ(Paul ion trap)

四重極イオントラップ(QIT)と同義語である．原理的には四重極型分離部と同様であるが，棒状電極の代わりにリング状電極とエンドキャップ電極を用いることにより，イオンを安定にトラップすることができる．トラップされたイオンは，高周波電圧を走査することによりm/z値に応じて検出部へと排出され，マススペクトルが得られる．一つの分離部で多段階質量分析(MS^n)が可能であることなどから，構造解析など定性分析に汎用される．双曲面を持つ４本の電極を用いることによりトラップ容量を増大させ，感度やダイナミックレンジを改善させたものをリニアイオントラップ(LIT)という．

1.3.2.2. キングドントラップ(Kingdon trap)

キングドントラップ型分離部では，イオンが紡錘形電極の周りを回転しながらトラップされる．m/z値に応じて振動するイオンにより誘導されたイメージ電流を検出し，得られた時間軸上の波形データをフーリエ変換で周波数解析することによりマススペクトルが得られる．非常に高い質量分解能及び質量真度が得られるため，構造解析など定性分析に用いられる．

1.3.2.3. ペニングイオントラップ(Penning ion trap)

フーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴型(Fourier transform ion cyclotron resonance：FT-ICR)分離部として用いられる．超伝導磁石による強力な磁場Bの中に進入したイオンは，ローレンツ力の作用によりサイクロトロン運動をする．このとき，角周波数ωは以下の一般式で表される．

$$\omega = qB / m$$

ここで，mはイオンの質量，qはイオンの電気量，Bは磁束密度である．この周波数の高周波電場を与えると，イオンは渦巻状の軌道を描く．これらの回転するイオン群は，それぞれのm/z値に応じ周期的に変化する電流を検出電極に誘起する．それらの信号をフーリエ変換し，更に，周波数をm/z値に換算することにより，マススペクトルが得られる．FT-ICR分離部は極めて高い質量分解能と質量真度を有しており，各種のプリカーサーイオン解離法と組み合わせることにより，詳細な構造研究などに用いられる．

1.3.3. 飛行時間型分離部(Time of flight：TOF)

飛行時間型分離部では，イオンは検出部に到達するまでの飛行時間の違いにより分離される．一定の電圧Vにより加速された質量mのイオンが距離Lを飛行して検出器に到達する時間tは，以下の一般式で与えられる．

$$t = \sqrt{m/z} \times \frac{L}{\sqrt{2eV}}$$

飛行時間tはm/z値の平方根に比例し，質量の小さいイオンほど早く検出器に到達する．電極を並べたリフレクトロンによりイオンを反射させるリフレクターモードでは，イオンが持つ運動エネルギーの広がりを収束し，更に飛行距離を倍増することにより，高い質量分解能が得られる．理論的に測定できる質量範囲に制限がないため，MALDI法などと組み合わせることにより，タンパク質などの高分子成分の分析に使用される他，高い質量分解能を持つことから，低分子化合物の定性分析にも広く用いられる．

1.3.4. 磁場セクター型分離部(Magnetic Sector)

磁場セクター型分離部に進入したイオンは，直交する磁場のローレンツ力によって偏向される．このとき，以下の一般式に従いm/z値の異なる速度vのイオンは異なる曲率半径rで磁場中を飛行する．

$$r = \frac{mv}{qB}$$

イオンの通り道にはスリットが設けられており，特定のm/z値を持つイオンのみを通過させる．ここで，磁束密度Bを走査することにより，m/z値が異なるイオンが順番にスリットを通り抜け，検出器に入射することにより，マススペクトルが得られる．通常，電場セクターを磁場セクターに組み合わせた二重収束型装置として用いられ，高い質量分解能と定量性を併せ持つことから，定性及び定量分析に用いられる．

1.4. 検出部

質量分離部を通過したイオンは，通常，検出部において電子を放出させることにより電気信号として記録される．検出部には次のようなものがある．なお，フーリエ変換型装置では，分離部で運動するイオンにより誘起される電流を，検出電極を用いて記録する．

1.4.1. 二次電子増倍管(Secondary electron multiplier：SEM)

ダイノードと呼ばれる電極を多段に配置した構造を持つ．イ

オンが最初のダイノードに衝突することにより放出された二次電子は，次々と増幅された後に信号として記録される．この二次電子の増倍効果により微小なイオンの検出が可能となる．

1.4.2. チャンネル電子増倍管(Channel electron multiplier：CEM)

パイプ状のチャンネル構造を持ち，イオンがチャンネル内壁に衝突することにより二次電子を放出する．二次電子は対向する内壁に入射し，その過程を繰り返すことにより多段階増幅が行われる．SEMよりも簡易であり小型化が可能である．

1.4.3. マイクロチャンネルプレート(Micro channel plate：MCP)

微細なCEMを多数束ねた構造を持つ．受光面が広いこと，また，非常に薄く作成でき，二次電子の時間的分散が小さいことなどから，TOF型装置の検出部として使用される．

1.4.4. ファラデーカップ(Faraday cup：FC)

イオン検出部に入射してきたイオンの電荷を受け取り，電流に変換する単純な検出器である．放出される二次電子を捕捉できるようカップ状構造をしている．

2. タンデム質量分析計

タンデム質量分析は，一段階目の質量分離部でプリカーサーイオンを選択し，イオンを解離させ生じたプロダクトイオンを二段階目の質量分離部で分離し，検出する手法である．(1)イオンの構造の確認又は推定，(2)特異的及び高感度な分析に用いられる．タンデム質量分析は，プリカーサーイオンの選択，イオンの解離及びプロダクトイオンの分離を，それぞれ前段の質量分離部，中間領域及び後段の質量分離部で行う空間的タンデム質量分析と，同一の質量分離部の異なる時間区分で行う時間的タンデム質量分析とに分類される．前者の質量分析計として，三連四重極型，四重極飛行時間型，飛行時間飛行時間型等がある．後者の質量分析計として，イオントラップ型があり，プリカーサーイオンの選択，解離及びプロダクトイオンの分離を複数回繰り返すことにより，MS^nが可能である．

2.1. プリカーサーイオンの解離法

2.1.1. 衝突誘起解離(Collision-induced dissociation：CID)

加速されたイオンと中性の衝突ガス(He，Ar，N_2など)との衝突によって衝突エネルギーの一部又は全部がイオンの内部エネルギーに変換され，イオンが励起し解離する．

2.1.2. ポストソース分解(Post-source decay：PSD)

MALDI法において，イオン源で生じたイオンが加速場領域を出てから検出器に到達するまでに，イオン自身の過剰内部エネルギー又は残留ガスとの衝突によって解離する．リフレクトロン飛行時間型質量分析計を用いたMS／MSに利用される．

2.1.3. その他

その他の解離法として，電子捕獲解離(Electron capture dissociation)，電子移動解離(Electron transfer dissociation)，赤外多光子吸収解離(Infrared multi-photon dissociation)や表面誘起解離(Surface-induced dissociation)などがある．

2.2. 主なタンデム質量分析計の構成

2.2.1. 三連四重極型(Triple quadrupole mass spectrometer：Q-q-Q)

四重極を直列に3個つないだ構成を持ち，一つ目の四重極はプリカーサーイオンの選択に，二つ目の四重極は衝突室としてイオンの解離に，三つ目の四重極はプロダクトイオンの質量分離に使用される．種々のスキャン様式が可能であり，特に定量分析に汎用される．

2.2.2. 四重極飛行時間型(Quadrupole time-of-flight mass spectrometer：Q-TOF)

三連四重極の三番目の四重極を飛行時間(TOF)に代えた構成を持つ．四重極でプリカーサーイオンを選択し，直交型のTOFにより質量分離を行う．高感度，高分解能測定が可能である．

2.2.3. 飛行時間飛行時間型(Time-of-flight time-of-flight mass spectrometer：TOF-TOF)

プリカーサーイオンを選択する飛行時間型の分離部，衝突室及びプロダクトイオンの質量分離を行う飛行時間型の分離部から構成される．MALDI-TOF-TOFとして用いられる．

2.2.4. その他

二つの二重収束型装置をつないだ構成を持つ4セクター型(Four-sector mass spectrometer)などがある．また，時間的質量分離部を有するLIT-kingdon trapやQIT-TOFなどもある．

3. 測定様式

3.1. 質量分析

一般的な質量分析の測定法には次の様式がある．各測定様式で得られるデータについても以下に概要を記述する．

3.1.1. 全イオンモニタリング(Total ion monitoring：TIM)

一般的には，フルスキャンモードとも呼ばれる．選択したm/z値の範囲のイオンを全て検出し記録するように質量分析計を作動させる手法であり，各走査のイオン量の積算値を全イオン電流(Total ion current：TIC)という．

なお，液体クロマトグラフィー質量分析やガスクロマトグラフィー質量分析などにおいて，取得したマススペクトルから求められる，全イオン電流を保持時間に対してプロットしたクロマトグラムを全イオン電流クロマトグラム(Total ion current chromatogram：TICC)という．また，特定のm/z値における相対強度を時間の関数として表したクロマトグラムを抽出イオンクロマトグラム(Extracted ion chromatogram：EIC)という．

3.1.2. 選択イオンモニタリング(Selected ion monitoring：SIM)

マススペクトルを取得する代わりに，特定のm/z値を持つイオンの信号量のみを連続的に記録するように質量分析計を作動させる手法である．液体クロマトグラフィー質量分析やガスクロマトグラフィー質量分析などを用いた，試料の定量や高感度の検出を行うために用いられる．

3.2. タンデム質量分析

タンデム質量分析の測定法には次の様式がある．各測定様式で得られるデータについて以下に概要を記述する．

3.2.1. プロダクトイオン分析(Product ion analysis)

選択したm/z値のプリカーサーイオンより生じたプロダクトイオンを検出する方法であり，試料の定性的な情報を得ることができる．

3.2.2. プリカーサーイオンスキャン(Precursor ion scan)

解離により特定のm/z値のプロダクトイオンを生ずるプリカーサーイオンを走査する測定法であり，特定の部分構造を持つ試料の特異的検出に利用される．

3.2.3. コンスタントニュートラルロススキャン(Constant neutral loss scan)

解離により特定の質量の減少(中性種の脱離)が起こるプリカ

ーサーイオンを走査する測定法であり，特定の部分構造を持つ試料の特異的検出に利用される．

3.2.4. **選択反応モニタリング**(Selected reaction monitoring：SRM)

特定のm/z値のプリカーサーイオンを解離させて生じる特定のm/z値のプロダクトイオンを検出する方法であり，複雑なマトリックス中の微量の試料の定量的検出に利用される．選択イオンモニタリングと類似した手法であるが，プリカーサーイオンより生じたプロダクトイオンを検出に用いることにより，特異性が向上する．

4. 各種試験への適用

医薬品分析において，質量分析は，分子の質量や構造情報に基づく特異的な検出法として，確認及び純度の試験などに用いられる．

4.1. 装置の最適化

質量分析において良好なイオンピークの形状，感度，質量真度等を得るためには，イオン化法や質量範囲に応じて適当な標準物質を用い，事前に装置の各構成ユニットの測定パラメータを最適化する必要がある．

4.1.1. チューニング(Tuning)

イオン化部，質量分離部，検出器のガス圧，温度，電圧値等の設定パラメータを調整し，検出されるイオンピークの形状，感度，相対強度を最適化する．イオン化部の各種パラメータは，生成するイオン種，質量分離部に輸送されるイオン種及び相対強度に影響を与える．質量分離部に関連するパラメータはピーク幅，質量真度，質量分解能，感度等に影響し，検出器のパラメータは信号強度及びシステム感度に影響する．

4.1.2. キャリブレーション(Calibration)

既知化合物(標準物質)の質量を基準にして質量分析計の質量校正を行う．質量測定値の再現性は装置の電気的変動，イオン化部を初めとした各構成ユニットの表面清浄度及び測定室温度等により影響を受ける．キャリブレーションの手法には，外部標準法と内部標準法がある．質量校正点の数は質量分析計の種類により異なる．

4.1.3. 質量分解能(Mass resolving power)

近接した二つのイオンピークを互いに分離する能力を質量分解能という．質量分解能が高いほど小さな質量差のピークを分離して検出することが可能となる．磁場セクター型質量分析計の場合，一般的に質量分解能Rは質量Mと$M+\Delta M$の2本のピークがピーク高さの10%の高さで重なっている場合，次の式により計算される．

$$R=M/\Delta M$$

四重極型質量分析計や飛行時間型質量分析計等，磁場セクター型質量分析計以外の装置の場合は，通常，半値幅法により質量分解能が求められる．質量mのイオンピークの半値幅をΔmとすると，質量分解能は$R=m/\Delta m$により算出され，磁場セクター型質量分析計の質量分解能とは区別されている．

4.2. 確認の試験

質量分析による被検成分の確認試験は，通例，被検成分分子の質量の確認により行われる．あらかじめ，医薬品各条で規定された標準溶液などを用いて，測定値が医薬品各条で規定された値の範囲内であること，又は規定されたイオンが検出されることを確認したのち試験を行う．装置の質量分解能及び被検成分分子の質量に応じて，質量分析で求めた被検成分分子の質量は，モノアイソトピック質量や分子量に対応させることができる．通常，モノアイソトピックピークより主同位体のみからなる分子の質量を求めるが，分子量が大きい又は分解能が十分でない等の理由でモノアイソトピックピークが確認できない場合は，ピークの加重平均などから分子の平均質量を求める．タンパク質等の分子量が大きな試料をESI／MSで分析した場合，多数の多価イオンとして観測されるので，デコンボリューション処理により平均質量を求める．被検成分分子より生じた特徴的な部分構造情報を含むフラグメントイオンやプロダクトイオンの検出と組み合わせることもある．

4.3. 純度の試験

質量分析による被検成分の純度試験は，通例，試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液などを用いて，クロマトグラフィーなどの分離分析と組み合わせて行われる．試験溶液中の特定の混在物より生じる分子量関連イオン若しくは特徴的なフラグメントイオンやプロダクトイオンのピーク面積又は高さを測定し，標準溶液中の対象とする成分より生じるイオンのピーク面積又は高さと比較する．より正確な値を得るために，測定対象成分の安定同位体標識化合物などを内標準物質として試験溶液に添加する方法も可能である．クロマトグラフィーなどと質量分析を組み合わせて試験を行う場合には，クロマトグラフィーに準じたシステム適合性が求められる．

2.63 誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合プラズマ質量分析法

誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合プラズマ質量分析法は，誘導結合プラズマ(ICP：Inductively Coupled Plasma)を励起源又はイオン源として利用する元素分析法である．

ICPは，高周波誘導結合法により得られるアルゴンプラズマの高温の熱エネルギーを有する励起源である．このプラズマ中に試料溶液を噴霧導入すると，試料溶液中に含有される原子が励起され，このとき生じる原子発光スペクトルの波長及び強度を測定して，元素の同定や定量分析を行う方法をICP発光分光分析法という．ICPは良い励起源であると同時に良いイオン化源でもあることから，検出器として質量分析計を用い，ICPによりイオン化された元素をm/z値ごとに分離してイオンのピーク強度を測定することにより，定性分析及び定量分析を行う方法をICP質量分析法という．

原子に外部から高エネルギーを与えると，最外殻電子が軌道遷移を起こし，励起状態になる．この励起状態の原子は，基底状態に戻る際に励起によって得られたエネルギーを光として放出する．このとき発生する光は，各元素に固有の振動数ν又は波長λを持っており，hをプランクの定数，cを光速度とすれば，そのエネルギーΔEは，次式により表される．

$$\Delta E = h\nu = hc/\lambda$$

最外殻電子の軌道遷移のエネルギー準位と放出エネルギーの組合せは，多数あることから，通常，一つの元素からの発光線は強弱合わせると数多く存在する．しかし，紫外・可視領域にあって，元素の定性・定量分析に必要な検出感度を有する発光線は限定される．原子発光スペクトルは，各元素に固有の振動数又は波長を有することから，分光器を通して検出されるこのスペクトルの波長を解析することにより，試料溶液中に含まれる各元素を同定することができる．また，このスペクトル線の強度から，試料溶液中の各元素の定量分析を行うことができる．この原理を利用したのが，ICP発光分光分析法である．

ICP質量分析法は，原子吸光光度法やICP発光分光分析法などの光学的な分析法に代わる元素分析法である．プラズマによって元素をイオン化させた後，m/z値により分離，計測するという本法は，ICP発光分光分析法に比べ，高感度，同位体分析ができるなどの特長を持つ．

ICP発光分光分析法及びICP質量分析法は，原薬又は製剤中の無機不純物又は共存元素に対する特異的な微量分析法として優れており，アルカリ・アルカリ土類金属，重金属類だけでなく，医薬品の安全性を確保するために適切な管理が必要とされる多くの元素の定性・定量分析が可能である．また，多数の元素の同時分析が可能なことから，無機元素のプロファイル分析を行い，およその濃度を知ることにより，原薬などの品質確保を図ることができる．

1. 装置

1.1. ICP発光分光分析計の装置構成

ICP発光分光分析計は，励起源部，試料導入部，発光部，分光部，測光部及びデータ処理部で構成される．

励起源部は，発光部に電気エネルギーを供給・制御するための高周波電源，制御回路及びガス供給部からなる．試料導入部は，試料溶液を発光部に導入する部分で，試料溶液を霧化するネブライザー及び噴霧室(スプレーチャンバー)などから構成される．

発光部は，試料溶液中の元素を原子化・励起・発光させるための部分で，トーチ及び高周波誘導コイルなどからなる．トーチは，三重管構造をしており，中心の管から試料溶液が導入される．プラズマの生成及び試料溶液を搬送するためのガスとしてアルゴンガスを用いる．発光部から放射される光の観測方式には，プラズマの側面の光を観測する横方向観測方式及びプラズマの中心の光を観測する軸方向観測方式がある．

分光部は，発光部から放射された光をスペクトル線に分離するための部分で，集光系及び回折格子などの光学素子からなる．分光器には，波長走査形分光器(モノクロメーター)と波長固定型の同時測定形分光器(ポリクロメーター)がある．なお，190 nm以下の真空紫外領域のスペクトル線を測定する場合，分光器内は，真空排気を行うか，アルゴンガス又は窒素ガスにより，空気を置換する必要がある．

測光部は，入射した光をその強度に応じた電気信号に変換する部分で，検出器及び信号処理系からなる．検出器としては，光電子増倍管又は半導体検出器が用いられる．

データ処理部は，データ処理を行い，検量線及び測定結果などを表示する．

1.2. ICP質量分析計の装置構成

ICP質量分析計は，励起源部，試料導入部，イオン化部，インターフェース部，イオンレンズ部，質量分離部，イオン検出部及びデータ処理部で構成される．

励起源部，試料導入部及びイオン化部は，それぞれICP発光分光分析計における励起源部，試料導入部及び発光部と同一の構造である．

インターフェース部は，大気圧下でプラズマにより生成されたイオンを高真空の質量分離部に導入するための境界部分でサンプリングコーン及びスキマーコーンより構成される．

イオンレンズ部は，インターフェース部を介して導入されたイオンを収束させ，効率良く質量分離部に導くための部分である．

質量分離部は，多くの装置で四重極型の質量分析計が採用されている．なお，コリジョン・リアクションセルと呼ばれる室(セル)を真空内の質量分離部の前に配置し，水素，ヘリウム，アンモニア又はメタンなどのガスを導入することにより，後述の多原子イオン類による干渉を抑制できる．

イオン検出部は，検出器内に到達したイオンを，増倍管により増幅した後，電気信号に変換し，データ処理部で，得られた電気信号をデータとして処理し，検量線及び測定結果などを表示する．

2. 試料の前処理

医薬品原薬などの有機物を試料とする場合は，通例，乾式灰化法又は湿式分解法により有機物を灰化又は分解した後，残留物を少量の硝酸又は塩酸に溶かして試料溶液を調製する．別に，難分解性試料の場合，密閉式の加圧容器中，マイクロ波分解装置を用いて分解することもできる．少量の有機溶媒を含む液体試料は，前処理なしで装置に導入することができるが，有機溶

媒中の炭素がトーチやインターフェース部に沈着することを防ぐため，助燃ガスとして酸素を導入する方法もある．

3. ICP発光分光分析計の操作

アルゴンガスを所定の流量に設定し，高周波電源を入れ，プラズマを生成する．プラズマの状態が安定していることを確認した後，医薬品各条に規定された方法で調製した試料溶液及び標準溶液などを導入し，定められた分析線における発光強度を測定する．また，確認又は同定のための定性試験を行う場合，分析対象元素について，定められた複数の分析線が含まれる波長範囲で発光スペクトルを測定する．

3.1. 分光器の性能評価

波長校正は，各装置に特有な方法があることから，それぞれに指示された方法・手順に従って，適切に実施する必要がある．

波長分解能は，通例，特定元素の分析線スペクトルの半値幅が一定値(nm)以下として規定される．低波長側から高波長側まで，通例，ヒ素As (193.696 nm)，マンガンMn (257.610 nm)，銅Cu (324.754 nm)及びバリウムBa (455.403 nm)の発光線が選択される．

3.2. 操作条件の最適化

操作条件は，通例，次による．

装置は，15 ～ 30分の暖機運転により，プラズマの状態を安定させた後，操作条件の最適化を図る．通例，高周波出力は0.8 ～ 1.4 kW，アルゴンガスの流量は，冷却ガス(プラズマガス) 10 ～ 18 L/分，補助ガス0 ～ 2 L/分，キャリヤーガス0.5 ～ 2 L/分とする．プラズマの測定位置は，横方向観測方式の場合，誘導コイルの上端より10 ～ 25 mmの範囲であり，溶液の吸い上げ量は0.5 ～ 2 mL/分とする．一方，軸方向観測装置の場合は，測定される発光強度の最大値が得られるように光軸の調整を行う．また，積分時間は，測定される発光強度の安定性を考慮し，1 ～数十秒の範囲内で設定する．

3.3. 干渉とその抑制又は補正

ICP発光分光分析法における干渉とは，測定に際して，共存成分又はマトリックスが測定結果に影響を与えることの総称である．種々の干渉を大別すると，物理干渉及びイオン化干渉などの非分光干渉と分光干渉があるが，適切な抑制法又は補正法の適用により，その影響を排除又は軽減することができる．

物理干渉とは，試料溶液と検量線用標準溶液の粘性，密度，表面張力などの物理的性状が異なる場合，発光部への試料溶液の噴霧効率に差異が生じることから，測定結果がその影響を受けることをいう．この種の干渉の影響を排除又は軽減するためには，干渉の生じない程度まで試料溶液を希釈すること，試料溶液と検量線用標準溶液の液性とをできるだけ一致させること(マトリックスマッチング法)のほか，定量法として内標準法(強度比法)又は標準添加法の適用もその有力な補正法となる．

イオン化干渉とは，試料溶液中に高濃度の共存元素が存在する場合，それらの元素のイオン化により発生する電子により，プラズマ内の電子密度が増加し，イオン化率が変化することによる影響を指す．イオン化干渉に対する抑制法又は補正法は，基本的には物理干渉の場合と同様である．別に，光の観測方式，観測高さ，高周波出力及びキャリヤーガス流量などの選択及び調節により，イオン化干渉の少ない測定条件を確保することができる．

分光干渉とは，分析対象元素の分析線に種々の発光線や連続スペクトルが重なり，分析結果に影響を及ぼすことを指す．この干渉を回避するためには，分光干渉を受けない別の分析線を選択する必要があるが，適当な分析線が得られない場合，分光干渉補正を行う必要がある．なお，有機物試料の前処理が不十分な場合，試料溶液中の炭素に起因する分子バンドスペクトル(CO，CH，CNなど)が分析対象元素の分析線に近接し，干渉することがある．

4. ICP質量分析計の操作

プラズマの状態が安定していることを確認した後，装置の最適化を行い，システムの適合性を確認する．医薬品各条に規定された方法で調製した試料溶液及び標準溶液などを導入し，定められたm/z値における信号強度を測定する．また，確認又は同定のための定性試験を行う場合，分析対象元素について，定められたm/z値の範囲で，マススペクトルを測定する．

4.1. 質量分析計の性能評価

質量分析計の性能評価項目として，質量真度と質量分解能がある．質量真度は，操作条件の最適化用の標準溶液を用いて標準となる元素のm/z値と質量分離部の質量軸を一致させることにより調整する．四重極型質量分析計の場合には，±0.2以内であることが望ましい．質量分解能は，測定ピークの10%の高さにおけるピーク幅が0.9以下であることが望ましい．

4.2. 操作条件の最適化

限度試験又は定量試験を行うときは，あらかじめ次に規定する感度，バックグラウンド，並びに酸化物イオン及び二価イオンの生成比の最適化を行い，装置の稼働性能が適切であることを確認しておく．操作条件の最適化の実施に際しては，通常，適切な濃度に調整した，^{7}Li，^{9}Be，^{59}Co，^{89}Y，^{115}In，^{140}Ce，^{205}Tl及び^{209}Biなどの環境中から汚染し難い，低質量数，中質量数及び高質量数を代表する元素の標準溶液を用いる．

感度は，積分時間1秒当たりのイオンカウント数(cps)で判定する．限度試験又は定量試験を行うときは，低質量数，中質量数及び高質量数において，各元素濃度1 μg/L (ppb)当たり数万cps程度あることが望ましい．

バックグラウンドは，天然には存在しない元素のm/z値，例えばm/zが4，8又は220などで測定した場合，10 cps以下であることが望ましい．

酸化物イオン及び二価イオンの生成比は，^{140}Ceなどの溶液を用い，それぞれの酸化物イオン(^{140}Ceの場合$^{140}Ce^{16}O^{+}$，m/z 156)，二価イオン($^{140}Ce^{2+}$，m/z 70)及び一価イオン($^{140}Ce^{+}$，m/z 140)のカウント数を測定し，酸化物イオン及び二価イオンのカウント数を一価イオンのカウント数で除して求める．酸化イオン生成比，すなわち$^{140}Ce^{16}O^{+}$／$^{140}Ce^{+}$が0.03以下，及び二価イオン生成比，すなわち$^{140}Ce^{2+}$／$^{140}Ce^{+}$が0.05以下となることが望ましい．

4.3. 干渉とその抑制又は補正

測定に際しては，スペクトル干渉及び非スペクトル干渉に注意する必要がある．

スペクトル干渉には，同重体干渉並びに多原子イオン及びニ価イオンのマススペクトルの重なりによる干渉がある．同重体干渉とは，測定対象元素と原子量が近接している同重体イオンによる干渉をいう．例として，^{40}Caに対する^{40}Ar，^{204}Pbに対する^{204}Hgの重なりがある．多原子イオンは，イオン化源としてアルゴンガスを使用しているため，例えば，Arに起因する$^{40}Ar^{16}O$，$^{40}Ar^{16}O^{1}H$，$^{40}Ar_2$などの多原子イオンが形成され，それぞれ^{56}Fe，^{57}Fe，^{80}Seの測定に干渉を生じる．コリジョ

ン・リアクションセルが付属している装置では，セル内でこれらの多原子イオンを減少させることができる．二価イオンとは，当該の一価イオンの1／2の*m/z*値にピークを持つイオンのことで，試料溶液中に測定対象元素の2倍の質量数の同位体を持つ元素が共存する場合に干渉を生じる．

非スペクトル干渉には，ICP発光分光分析法の場合と同様に，物理干渉及びイオン化干渉のほか，ICP質量分析法特有のものとしてマトリックス干渉がある．マトリックス干渉は多量の共存元素が存在すると測定対象元素のイオンカウント数が一般的に減少する現象である．この傾向は，共存元素の質量数が大きく，その濃度が高いほど，また，測定元素の質量数が小さいほど顕著に表れる．非スペクトル干渉は，未知試料に対して既知量の測定対象元素を添加することで，その回収率から干渉の程度を確認できる．回収率が低く，分析の信頼性が確保されないと判断される場合には，内標準法又は標準添加法によって補正を行う．ICP質量分析法では特に同位体希釈法を用いると非スペクトル干渉の影響を低減できる．

5. システム適合性

本法を用いて限度試験又は定量試験を行うときは，あらかじめ次に規定するシステム適合性試験を行って，装置の稼働性能が適切であることを確認しておく必要がある．

5.1. 検出の確認及び直線性の評価

分析対象元素を含まない溶液及び分析対象元素の規格限度値の濃度に相当する標準溶液を調製し，それぞれブランク溶液及びシステム適合性試験用溶液とする．ブランク溶液及びシステム適合性試験用溶液につき，各装置により最適化された試験条件の下で，スペクトルを測定し，システム適合性試験用溶液にはブランク溶液と比較して，定められた波長又は*m/z*値の範囲に分析対象元素のピークが明確に観察されることを確認する．ただし，規格限度値の濃度は定量限界(10σ)以上の濃度であること．なお，定量試験においては，検出の確認は不要である．

直線性については，「6.2.定量分析」において作成した検量線の相関係数が0.99以上であることを確認する．なお，「6.1. 定性分析」及び「6.2.(iv)同位体希釈法」においては直線性の確認は不要である．

5.2. システムの再現性

各装置により最適化された試験条件の下，最低濃度の検量線用標準溶液を用いて，試験を6回繰り返すとき，別に規定するもののほか，分析対象元素のスペクトル強度の相対標準偏差は一定値以下(例えば，定量試験では3%以下，純度試験では5%以下)であることを確認する．

6. 定性及び定量分析

6.1. 定性分析

ICP発光分光分析法では，試料溶液中に含まれる元素由来の複数の発光線の波長及び相対的な発光強度が，標準溶液中に含まれるこれら元素の発光線の波長及び相対的な発光強度に一致するとき，これら元素の含有を確認することができる．なお，標準溶液に替えて，各装置に付属のライブラリー又はICP発光スペクトルの波長表を利用することもできる．ICP質量分析法では，短時間に全元素の質量数領域をスキャンするため，試料溶液のスペクトル中のピークの*m/z*値から試料溶液中に含まれる元素を定性分析できる．

また，試料中に不純物として混在が想定される金属触媒，無機元素及び安全性の観点より常時監視しておく必要のあるヒ素，鉛などの分析対象元素を定め，原薬の製造管理の一環として，これら分析対象となる無機性不純物のプロファイル分析を行うことができる．

なお，各元素標準溶液は，別に規定する各元素の許容限度値を考慮して，適切な濃度に調製する．

6.2. 定量分析

試料溶液中の無機元素の定量的評価は，一定時間の積分によって得られた発光強度あるいはイオンカウント数から，通例，次のいずれかの方法により行う．

(i) 検量線法：分析対象元素について，4種類以上の異なる濃度の検量線用標準溶液を調製する．この検量線用標準溶液を用い，ICP発光分光分析法においては分析線における発光強度，ICP質量分析法においては測定*m/z*値におけるイオンカウント数と濃度との関係を作図し，検量線とする．この検量線を用いて発光強度又はイオンカウント数に対応する試料溶液中の分析対象元素の濃度を求める．

(ii) 内標準法：一定濃度の内標準元素を含み，分析対象元素について，4種類以上の異なる濃度の検量線用標準溶液を調製する．この検量線用標準溶液を用い，内標準元素に対する分析対象元素の発光強度比又はイオンカウント数比と濃度との関係を作図し，検量線とする．試料溶液の調製に際しても，検量線用標準溶液中の濃度と同一となるように内標準元素を添加する．この検量線を用いて，内標準元素に対する分析対象元素の発光強度比あるいはイオンカウント数比に対応する試料溶液中の分析対象元素の濃度を求める．

なお，本法の適用に当たっては，添加する内標準元素が試料溶液中に含まれないこと，又は含まれていたとしても添加濃度に対して無視できる程度であることを確認しておく必要がある．また，内標準元素としては，ICP発光分光分析法においては，測定条件や溶液の液性などによる発光強度の変化が，分析対象元素と類似していること，及び分析線に対して分光干渉を生じない発光線を選択するなどの必要がある．一方，ICP質量分析法においては，測定対象元素と，スペクトル干渉を起こさず，同程度のイオン化効率及び質量数を有する元素が望ましい．

(iii) 標準添加法：同量の試料溶液を4個以上とり，分析対象元素を添加しないもの，及び分析対象元素を3種類以上の異なる濃度で添加した検量線用標準溶液を調製する．それぞれの溶液の発光スペクトル又はマススペクトルから，分析線における発光強度又は測定*m/z*値におけるイオンカウント数と濃度との関係を作図し，得られる回帰直線の横軸(濃度)切片の絶対値より，試料溶液中の分析対象元素の濃度を求める．

この方法は，ICP発光分光分析法においては，試料溶液中の共存物質による非分光干渉を補正する点で有効であり，分光干渉がないか，又はバックグラウンド及び分光干渉が正しく補正され，かつ発光強度と濃度の関係が良好な直線性を保つ場合にのみ適用できる．一方，ICP質量分析法においては，試料溶液中の共存物質による非スペクトル干渉を補正する点で有効であり，スペクトル干渉が正しく補正され，かつイオンカウント数と濃度の関係が低濃度域まで良好な直線性を保つ場合のみ適用できる．

(iv) 同位体希釈法：同位体希釈法は，ICP質量分析法に適用可能な方法で，天然と異なる既知の同位体組成を持つ濃縮同位体を試料溶液に添加することにより，測定対象元素の同位体組成比の変化から濃度を求める方法である．同位体分析を行うた

め，天然に二つ以上の安定同位体が存在する元素に適用することができる．濃縮同位体の添加量と濃縮同位体混合試料溶液の同位体比の測定のみで定量が可能であるため，分析精度が高く，非スペクトル干渉の影響を受けないことが特長である．

7. **注意**

本試験に用いる水及び試薬類並びに標準溶液は，次による．

(i) 水は，ICP分析用水を用いる．なお，その水に含まれる不純物が分析対象元素に干渉しないことを確認しておく必要がある．ここで，ICP分析用水とは，その導電率が1 $\mu S \cdot cm^{-1}$ (25℃)以下の水とする．

(ii) 試薬類は，ICP分析に適した高品質のものを用いる．

(iii) アルゴンガスは，液化アルゴン又は圧縮アルゴンのいずれを用いても良いが，純度99.99 vol%以上のものを用いる．

(iv) 標準溶液は，日本薬局方標準液若しくは公的機関又は学術団体などにより濃度の確認された標準液などを，ICP分析用水などを用いて規定された濃度に希釈して調製する．ただし，干渉を受ける場合は，標準溶液の液性は試料溶液と合わせることが望ましい．

(v) 複数元素を含む標準溶液を調製する場合は，沈殿及び互いに干渉を生じないような試液及び元素の組合せを選択する．

2.64 糖鎖試験法

糖鎖試験法は，糖タンパク質医薬品等に結合している糖鎖の恒常性を確認する方法である．糖タンパク質に結合している糖鎖には，主に，アスパラギン残基に結合するN－結合型糖鎖及びセリン又はトレオニン残基に結合するO－結合型糖鎖がある．糖鎖の構造は多様であり，同一タンパク質や同一糖鎖付加部位において均一ではないことが多い．糖タンパク質の多くは，糖鎖の違いにより生じた多様な分子種(グリコフォーム)からなる不均一な集合体である．糖鎖の中には，タンパク質の構造の安定化，プロテアーゼによる分解の防止，生物活性の調節，血中からのクリアランスや細胞への取り込み，及び免疫原性に関与するものがある．遺伝子組換え技術を利用して製造された糖タンパク質医薬品においては，使用する細胞株及び培養条件などにより糖鎖の構造と分布が変化する可能性があるため，糖タンパク質医薬品の有効性及び安全性を確保するためには，糖鎖の恒常性を確保することが重要である．糖鎖を評価する方法には，1)単糖に分解して分析する方法(単糖分析)，2)遊離糖鎖として分析する方法(オリゴ糖分析／糖鎖プロファイル法)，3)糖ペプチドとして分析する方法(糖ペプチド分析)，4)糖タンパク質として分析する方法(グリコフォーム分析)がある．規格及び試験方法として設定する場合は，当該医薬品の有効性及び安全性に影響を及ぼす糖鎖の特徴を考慮して，適切に選択又は組み合わせて用いる．

1. 単糖分析

単糖分析は，糖タンパク質医薬品等に結合している糖鎖を構成している単糖の種類及び含量を調べる方法である．糖鎖を構成する単糖の種類は限られており，主に，*N*－アセチルグルコサミン及び*N*－アセチルガラクトサミンなどのアミノ糖，ガラクトース，マンノース，グルコース及びフコースなどの中性糖，並びに*N*－アセチルノイラミン酸や*N*－グリコリルノイラミン酸などのシアル酸が分析対象となる．単糖分析は，単糖の遊離，及び単糖の定量的分析からなる．添加物や塩の影響を受けやすいことから，一般に，適切な方法で，試料中の糖タンパク質を分離・精製してから行う．

1.1. 単糖の遊離

1.1.1. 中性糖及びアミノ糖

中性糖及びアミノ糖は，一般に酸加水分解により遊離する．糖の種類及び結合様式により加水分解速度が異なること，及び遊離された単糖の種類により分解速度が異なることから，単糖を高収率で遊離・回収されるように酸加水分解の条件を最適化する．中性糖及びアミノ糖の標準物質は，試料と同様に処理することが望ましい．

1.1.2. シアル酸

シアル酸は分解しやすいため，緩和な条件を用いた酸加水分解，又はシアリダーゼ消化により遊離させる．通常，*Arthrobacter ureafaciens*や*Clostridium perfringens*由来のシアリダーゼなど対象となる基質の範囲が広い酵素が使用される．

1.2. 単糖の定量的試験

単糖の定量的試験法として，遊離した単糖をそのまま高pHイオン交換クロマトグラフィー／パルス式電気化学検出法により分析する方法，及び誘導体化した後，蛍光検出法又はUV検出法を用いた液体クロマトグラフィーにより分析する方法等があり，いずれも内標準法又は絶対検量線法により各単糖の含量を求める．誘導体化には，中性糖及びアミノ糖の分析では，2－アミノ安息香酸，2－アミノピリジン，エチル－4－アミノ安息香酸，及び3－メチル－1－フェニル－5－ピラゾロン等が用いられる．シアル酸分析では1,2－ジアミノ－4,5－メチレンジオキシベンゼンや1,2－フェニレンジアミン等が用いられる．誘導体化した単糖は，逆相クロマトグラフィーやホウ酸錯体の形成を利用した陰イオン交換クロマトグラフィー等により分析される．測定結果は，通例，タンパク質当たりの各単糖のモル比として示され，設定された範囲内であることを確認する．

2. オリゴ糖分析／糖鎖プロファイル法

オリゴ糖分析は，糖鎖の種類・構造及びその分布の恒常性を調べる方法である．糖タンパク質に結合した糖鎖は，酵素的又は化学的に遊離し，遊離糖鎖は，そのまま，又は感度及び分離の向上を目的として誘導体化し，液体クロマトグラフィー，キャピラリー電気泳動，及び質量分析法若しくはこれらの組み合わせにより分析する．試験結果はそれぞれクロマトグラム，エレクトロフェログラム，及びマススペクトルとして取得され，これらは糖鎖の種類と分布を表す糖鎖プロファイルと呼ばれる．糖鎖の不均一性が高く十分にピークが分離しないなどの理由により，エキソグリコシダーゼ消化し，不均一性を減じて分析する場合は，有効性及び安全性と糖鎖の構造との関係を考慮し，評価すべき糖鎖構造が失われないように酵素を選択する．

2.1. 糖鎖の遊離及び精製

糖タンパク質からの糖鎖の遊離には，酵素的又は化学的切断法が用いられる．N－結合型糖鎖は，ペプチドN－グリコシダーゼ(PNGase)消化又はヒドラジン分解などにより，また，O－結合型糖鎖は，アルカリによるβ脱離，ヒドラジン分解及びエンド型O－グリカナーゼなどにより遊離する．糖鎖の遊離は，タンパク質及び結合糖鎖の位置や種類の影響を受けることから，糖タンパク質ごとに最適化する必要がある．シアル酸の脱離，還元末端単糖の異性化や逐次分解(ピーリング反応)などのような糖鎖構造の変化が生じる可能性があることに留意する．

遊離後，反応混合物から糖鎖を回収する方法として，冷エタノールを加えてタンパク質を沈殿により除去した後，上清から回収する方法，糖鎖の吸着性の高い樹脂等を用いた固相抽出法などがある．糖鎖回収の再現性を調べ，糖鎖間で差がないことを確認する．

2.2. 遊離糖鎖の分析

遊離された糖鎖の誘導体化は一般に，還元末端アルデヒド基と誘導体化試薬を反応させて行う．糖鎖と誘導体化試薬が一定の割合で反応した場合，ピーク強度比よりタンパク質へ結合した各糖鎖のモル比の推定が可能である．誘導体化においては，十分な反応収率と再現性が得られること，及びシアル酸の脱離などの糖鎖構造の変化が最小限であることを確認する．誘導体化に用いた過剰の試薬が試験結果に影響を及ぼさないよう，必要に応じて過剰試薬の除去や，誘導体化糖鎖の精製を行う．このとき，糖鎖間の回収率の違いなどにより糖鎖プロファイルが変化しないことを確認する．試験方法は，有効性及び安全性に影響を与える糖鎖の構造や割合を考慮して適切に選択する．

得られた糖鎖プロファイルと，同様に分析して得られた標準物質の糖鎖プロファイルを比較したとき，有効性及び安全性の

観点から重要と考えられる糖鎖のピークについて，視覚的にピーク位置や面積の比率等が同等であることを確認する．又は，各糖鎖の割合を，そのピーク面積の全糖鎖のピーク面積の合計に対する百分率(面積百分率法)や相対ピーク面積比として求め，設定された範囲内であることを確認する．

2.2.1. 液体クロマトグラフィー

2－アミノベンズアミド，2－アミノ安息香酸あるいは2－アミノピリジンなどで誘導体化した糖鎖を，順相，逆相若しくはイオン交換，又はこれらの混合モードを利用するクロマトグラフィーにより分離し，蛍光光度計を用いて検出する方法などを利用できる．非誘導体化糖鎖は，高pH陰イオン交換クロマトグラフィー／パルス式電気化学検出法を利用して分析できる．糖鎖の特徴を考慮して適切に分析方法を選択し，試験条件を最適化する．

2.2.2. キャピラリー電気泳動

シアル酸結合数の少ない糖鎖の分析には，分析時間を短縮するために，8－アミノピレン－1,3,6－三硫酸などの負電荷の多い誘導体化試薬が利用される．シアル酸結合数の多い糖鎖の混合物の分析には，シアル酸結合数の違いによる分離が達成されるように，2－アミノ安息香酸など電荷数の少ない誘導体化試薬が利用される．負電荷の付与及び分離の向上を目的に，ホウ酸を含む泳動液を用いてホウ酸錯体を形成させる場合もある．誘導体化糖鎖を適切な緩衝液を用いてキャピラリーゾーン電気泳動などのモードにより分離した後，レーザー誘起蛍光光度計などにより検出する．一般に，電気浸透流を抑制するために，中性のポリマー等を用いて共有結合又は物理的吸着によりキャピラリーの内面を修飾して用いられる．泳動液のpH及び組成は，良好な分離が得られるように選択する．

2.2.3. 質量分析

誘導体化糖鎖及び非誘導体化糖鎖を，ソフトイオン化法であるエレクトロスプレーイオン化法及びマトリックス支援レーザー脱離イオン化法によりイオン化し，イオンの*m*/*z*値の違いに応じて分離し検出する．正及び負のイオン化モードのどちらを利用してもよいが，イオン化効率は糖鎖の構造により異なるので，糖鎖の特性を考慮して選択する．液体クロマトグラフィーやキャピラリー電気泳動と接続して用いた場合，糖鎖の溶出時間や移動時間に加え，質量情報を得られるので，より特異性の高い糖鎖プロファイルを得ることができる．液体クロマトグラフィーやキャピラリー電気泳動と比べて，質量分析により得られた糖鎖プロファイルの再現性は低いことや，シアル酸を含む糖鎖では，シアル酸の脱離が起こりやすいことに留意し，有効性及び安全性に関与する糖鎖構造の特徴を考慮したうえで選択する．

3. 糖ペプチド分析

糖ペプチド分析は，結合部位ごとの糖鎖修飾の有無，糖鎖の種類及びその分布の確認に有用な方法である．特定の部位に付加している特定の糖鎖が，生物活性や体内動態に大きな影響を与える場合には，本分析を行う．糖タンパク質を消化酵素等により特異的に切断し，得られたペプチド及び糖ペプチド混合物を液体クロマトグラフィーとオンラインで接続した質量分析計により分析し，糖ペプチドのマススペクトルを取得する．糖ペプチドの帰属は，タンデム質量分析又は多段階質量分析により得られたペプチドの質量やプロダクトイオンの情報を基に行う．液体クロマトグラフィーにより糖ペプチドを分取し，オフラインで糖ペプチドの質量分析を行うことや，糖ペプチドから糖鎖を遊離させ，液体クロマトグラフィーやキャピラリー電気泳動により遊離糖鎖の分析を行うこともある．

4. 糖タンパク質のグリコフォーム分析

グリコフォーム分析は，糖鎖修飾の特徴及びその恒常性を糖タンパク質として確認する方法である．有効性及び安全性に関与する糖鎖構造の違いを反映したグリコフォームプロファイルを取得することが望ましい．シアル酸結合量が有効性に影響する場合には，等電点電気泳動，キャピラリー等電点電気泳動，キャピラリーゾーン電気泳動，又は液体クロマトグラフィー等を用いて電荷の違いにより分離されたグリコフォームプロファイルを得る．質量分析法では，質量の違いによるグリコフォームプロファイルを得ることができる．サイズ排除クロマトグラフィー，キャピラリーゲル電気泳動及びSDS－PAGEは，糖鎖修飾の有無の確認に役立つ．試料のグリコフォームプロファイルにおいて，同様に操作して得られた標準物質のプロファイルと同様の位置に同様のピークが認められることやピークの分布が設定された範囲内であることを確認する．分子量が大きい場合や，複数の糖鎖結合部位を含む場合は，十分な分離を得ることが難しいこともあるので，分離及び再現性を十分に検討する必要がある．

2.65 色の比較試験法

本試験法は，色調の純度試験などにおいて，色の比較液との比較による判定に用いる．

1. 色の比較液

色の比較液A ～ Tは，表2.65－1に従って三種類の色の比較原液と水の一定量を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．共栓瓶に保存する．

表2.65－1 色の比較液A ～ Tの組成

色の比較液	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

また，一連の比較液である，Bシリーズ(B1 ～ B9)，BYシリーズ(BY1 ～ BY7)，Yシリーズ(Y1 ～ Y7)，GY (GY1 ～ GY7)シリーズ，Rシリーズ(R1 ～ R7)の個々の比較液は，表2.65－2に従って，三種類の色の比較原液と薄めた希塩酸(1→10)を用いて，それぞれの色の比較標準液を調製し，更に，表2.65－3に従って各色の比較標準液と薄めた希塩酸(1→10)を混合して製する．共栓瓶に保存する．

2. 操作法

検液と医薬品各条に記載する色の比較液を以下の方法により比較し，検液の色は規定する色の比較液より濃くないことを確認する．

色の比較液A ～ Tを用いる場合には，別に規定するもののほか，ネスラー管を用い，検液及び医薬品各条に規定する比較液を入れ，白色の背景を用いて側方から観察して色を比較する．

色の一連の比較液Bシリーズ，BYシリーズ，Yシリーズ，GYシリーズ，Rシリーズの比較液を用いる場合には，以下のいずれかの方法に従って色を比較し，用いる試験方法を明記する．これらの方法を用いて，明らかに，水又は溶媒と同等，又は比較液B9より濃くないとき，液は無色であると判定する．

第1法　外径12 mmの無色透明なガラス試験管を用いて，検液2.0 mLを水，溶媒又は医薬品各条に規定する色の比較液2.0 mLと比較する．散乱光中で白色の背景を用い，側方より観察して色を比較する．

第2法　内径15 ～ 25 mmの無色透明の平底試験管を用い，検液，水，溶媒又は医薬品各条に規定する色の比較液を，液層が深さ40 mmになるようにとり，散乱光中で白色の背景を用い，上方より観察して色を比較する．

3. 色の比較原液

(ⅰ) 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50 mgを加え，更に液の赤紫色が橙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 $CoCl_2 \cdot 6H_2O$

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($CoCl_2 \cdot 6H_2O$: 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．共栓瓶に保存する．

(ⅱ) 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 $FeCl_3 \cdot 6H_2O$

滴定によって得た数値から，1 mL中に塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$: 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．共栓瓶に保存する．

(ⅲ) 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50 mg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 CuSO4・5H2O

滴定によって得た数値から，1 mL中に硫酸銅(Ⅱ)五水和物(CuSO4・5H2O : 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．共栓瓶に保存する．

表2.65－2 色の一連の比較液(Bシリーズ，BYシリーズ，Yシリーズ，GYシリーズ，Rシリーズ)の調製に用いる色の比較標準液

個々の比較標準液	混合体積(mL)			
	塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液	塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液	硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液	薄めた希塩酸(1→10)
褐色比較標準液	3.0	3.0	2.4	1.6
帯褐黄色比較標準液	2.4	1.0	0.4	6.2
黄色比較標準液	2.4	0.6	0.0	7.0
帯緑黄色比較標準液	9.6	0.2	0.2	0.0
赤色比較標準液	1.0	2.0	0.0	7.0

表2.65－3 色の一連の比較液(Bシリーズ，BYシリーズ，Yシリーズ，GYシリーズ，Rシリーズ)の組成

比較液	混合体積(mL)	
	個々の色の比較標準液	薄めた希塩酸(1→10)
	褐色比較標準液	
B1	75.0	25.0
B2	50.0	50.0
B3	37.5	62.5
B4	25.0	75.0
B5	12.5	87.5
B6	5.0	95.0
B7	2.5	97.5
B8	1.5	98.5
B9	1.0	99.0
	帯褐黄色比較標準液	
BY1	100.0	0.0
BY2	75.0	25.0
BY3	50.0	50.0
BY4	25.0	75.0
BY5	12.5	87.5
BY6	5.0	95.0
BY7	2.5	97.5
	黄色比較標準液	
Y1	100.0	0.0
Y2	75.0	25.0
Y3	50.0	50.0
Y4	25.0	75.0
Y5	12.5	87.5
Y6	5.0	95.0
Y7	2.5	97.5
	帯緑黄色比較標準液	
GY1	25.0	75.0
GY2	15.0	85.0
GY3	8.5	91.5
GY4	5.0	95.0
GY5	3.0	97.0
GY6	1.5	98.5
GY7	0.75	99.25
	赤色比較標準液	
R1	100.0	0.0
R2	75.0	25.0
R3	50.0	50.0
R4	37.5	62.5
R5	25.0	75.0
R6	12.5	87.5
R7	5.0	95.0

2.66 元素不純物

Ⅰ. 製剤中の元素不純物の管理

1. はじめに

製剤中の元素不純物は，原薬の合成過程の触媒のように意図的に添加されたものの残留物，製剤の構成成分である原薬，添加剤などに含まれる天然由来不純物，製造機器や容器／施栓系より混入するものなど，複数の起源に由来する．製剤中のこれらの元素不純物量は，医薬品各条に特に規定されない限り，許容限度値内に管理されるべきである．

元素不純物の許容一日曝露量(PDE)は，元素不純物の毒性データの評価を基に，全患者の健康を保護することを意図して設定されており，製剤中の元素不純物がPDE値を超えなければ，限度値を更に厳しくする必要はない．ただし，元素が，原薬の分解に触媒として作用するなど，製剤の品質特性に影響を及ぼすことが知られている場合には，更に低い値での管理が適切な場合がある．

製剤中の元素不純物は，リスクマネジメント手法に基づいて，評価管理する．

2. 適用

元素不純物の管理は，製剤に適用される．精製されたタンパク質及びペプチド(遺伝子組換え又は非組換え細胞培養発現系により製造されるタンパク質やペプチドを含む)，それらの誘導体及びそれらが構成成分である医薬品(例：コンジュゲートなど)を含有する製剤，合成されたペプチド，ポリヌクレオチド及びオリゴ糖類を含有する製剤にも同様に適用される．

なお，生薬，放射性医薬品，ワクチン，細胞の代謝産物，DNAを構成成分とする医薬品，アレルゲン抽出物，細胞，全血，細胞性血液成分，血漿，血漿分画製剤，血液製剤，体循環に移行しない透析液，遺伝子(遺伝子治療)，細胞(細胞療法)，組織(組織工学)に基づいた製品には適用されない．また，薬理作用を目的として製剤に添加された元素には適用されない．

3. 経口製剤，注射剤及び吸入剤における元素不純物のPDEとリスクによる分類

経口製剤，注射剤及び吸入剤に対して設定された元素不純物のPDE値を表2.66－1に示す．他の投与経路のPDEが必要な場合には，通例，設定の起点として経口曝露時のPDE値を考慮し，意図する投与経路により投与したときに，元素不純物が局所作用を示すことが予想されるかどうかを評価する．

ここで，最大１日投与容量が2 L以下の注射剤は，最大1日投与容量を用いて，PDE値から許容濃度を計算する．1日投与容量，あるいは一般的な臨床使用量が，１日当たり2 Lを超える製剤 (生理食塩水，ブドウ糖液，完全静脈栄養剤，洗浄用水など)では，PDE値からの許容濃度の計算には2 Lを用いる．

表2.66－1 元素不純物のPDE値

元素	クラス	経口製剤のPDE値 (μg/day)	注射剤のPDE値 (μg/day)	吸入剤のPDE値 (μg/day)
Cd	1	5	2	3
Pb	1	5	5	5
As	1	15	15	2
Hg	1	30	3	1
Co	2A	50	5	3
V	2A	100	10	1
Ni	2A	200	20	5
TI	2B	8	8	8
Au	2B	100	100	1
Pd	2B	100	10	1
Ir	2B	100	10	1
Os	2B	100	10	1
Rh	2B	100	10	1
Ru	2B	100	10	1
Se	2B	150	80	130
Ag	2B	150	10	7
Pt	2B	100	10	1
Li	3	550	250	25
Sb	3	1200	90	20
Ba	3	1400	700	300
Mo	3	3000	1500	10
Cu	3	3000	300	30
Sn	3	6000	600	60
Cr	3	11000	1100	3

表2.66－1に示すように，元素不純物は，それらの毒性(PDE値)及び製剤中に存在する可能性に基づいて三つのクラスに分類されている．存在の可能性は，医薬品の製造工程で使用される可能性，医薬品の製造工程で使用する原材料中の不純物，その元素の実際の天然存在比及び環境分布などの要因により判断された．

クラス1：クラス1に分類されている元素は，ヒトに対する毒性の高い元素である．クラス1の元素は，As，Cd，Hg及びPbである．これらの元素は，医薬品の製造において使用が制限されるため，使用されることは希である．製剤に含まれるこれらの元素は，通常，用いられる鉱物由来の添加剤などの原材料に由来する．これら4種類の元素不純物は，混入する可能性のある起源及び投与経路の全般にわたるリスクアセスメントが必要である．リスクアセスメントにより，PDE値に適合することを保証するために更なる管理が必要である場合に，試験を適用することがあるが，全ての構成成分に対してクラス1の元素不純物を測定することは必須ではない．

クラス2：クラス2に分類される元素は，クラス1の元素よりも毒性が低く，投与経路に依存して，ヒトに対する毒性を発現する元素で，製剤中に存在する相対的な可能性に基づいて，更に2A及び2Bに分類される．クラス2Aの元素は，天然に存在することが知られているCo，Ni及びVである．製剤中に存在する可能性が比較的高いため，混入する可能性のある元素不純物の起源及び投与経路の全般にわたるリスクアセスメントが必要である．クラス2Bの元素は，Ag，Au，Ir，Os，Pd，Pt，Rh，Ru，Se及びTlである．天然に存在する可能性が低く，原薬，添加剤又は製剤のその他の構成成分の製造中に意図的に添加されない限り，リスクアセスメントから除外できる．

クラス3：経口投与による毒性が比較的低く，経口剤におけるPDE値が500 μg/dayより高い元素である．クラス3の元素は，

Ba，Cr，Cu，Li，Mo，Sb及びSnである．意図的に添加されない限り，経口製剤のリスクアセスメントでは考慮する必要がない．注射剤や吸入剤では，その経路固有のPDE値が500 μg/dayよりも高い場合を除き，意図的添加がない場合にも，これらの元素不純物が混入するリスクを評価すべきである．

4. 元素不純物のリスクアセスメント及び管理

製剤中の元素不純物の管理は，品質リスクマネジメントの手法に従い，リスクアセスメントは，科学的知見及び原則に基づく必要がある．リスクアセスメントは，PDE値との関連で製剤中の元素不純物量を評価することに焦点を置く．このリスクアセスメントのために用いることができる有用な情報には，製剤や構成成分の実測データ，原薬や添加剤の製造業者が提供する実測データやリスク評価結果又は公表論文から得られるデータなどが挙げられるが，これらに限定するものではない．

リスクアセスメントの取組みは，リスクのレベルに応じて実施すべきであり，必ずしも原則的なリスクマネジメントプロセスを常に要求するものではなく，状況に応じ，より簡易なリスクマネジメントプロセスを用いることも許容される．

4.1. 一般原則

リスクアセスメントプロセスは次の三つのステップからなる．

1) 製剤の製造過程での元素不純物の混入源を明確にする．
2) 製剤中の特定の元素不純物の存在を，実測値又は予測値で求め，PDE値と比較することにより評価する．
3) リスクアセスメントの結果をまとめ，工程に組み込まれた管理が十分であるかどうかを確認する．また，製剤中の元素不純物を制限するために考慮すべき追加の管理について特定する．

多くの場合，これらのステップは同時に検討される．元素不純物を確実にPDE値以下であることを保証する最終的なアプローチを策定するまで繰り返されることがある．

4.2. 元素不純物の混入起源

製剤の製造において，元素不純物の混入起源のカテゴリーは多岐にわたる．

- 原薬，添加剤又はその他の構成成分の製造時に意図的に添加された元素(金属触媒など)が不純物として残留したもの．原薬のリスクアセスメントでは，製剤中に元素不純物が混入する可能性について検討しなければならない．
- 製剤の製造に用いられる原薬，水又は添加剤に意図的には添加されないが，それらの中に存在する可能性がある元素不純物．
- 製造設備・器具から原薬や製剤中に移行する可能性がある元素不純物．
- 容器及び施栓系から原薬や製剤中に溶出する可能性がある元素不純物．

リスクアセスメントでは，潜在的な個々の混入起源からの元素不純物の量は，製剤の元素不純物の総量に影響することを考慮すべきである．

4.3. 潜在的な元素不純物の特定

意図的に添加した触媒又は無機試薬に由来する可能性がある元素不純物：元素が意図的に添加された場合，リスクアセスメントの対象に含めなければならない．

原薬や添加剤の中に存在する可能性がある元素不純物：意図的に添加しなくても，元素不純物が原薬や添加剤中に存在する可能性がある．これらの元素が製剤中に混入する可能性をリスクアセスメントに反映させるべきである．

製造設備・器具由来の潜在的元素不純物：製造設備・器具由来の元素不純物の混入は限定的なものであることがあり，リスクアセスメントにおいて考慮すべき元素不純物の範囲は，製剤の製造に使用される設備・器具に依存する．懸念のある特定の元素不純物については，製剤構成成分に接触する製造設備・器具の構成要素の組成に関する知識に基づき評価すべきである．製造設備・器具由来の元素不純物についてのリスクアセスメントは，類似した一連の，あるいは複数の製造プロセス及び工程を用いるその他多くの製剤に係るリスクアセスメントにおいて活用することができる．

製造設備・器具からの元素不純物の溶出又は移行の可能性に関して評価を行った場合，一般的に，原薬の製造工程は製剤の製造工程よりも溶出・移行の可能性がより高いものである．製剤の製造設備・器具由来の元素不純物の影響は，原薬製造設備・器具由来の元素不純物の影響よりも低いと予想される．しかし，工程の知識又は理解を踏まえるとこの予想があてはまらない場合には，リスクアセスメントにおいて製剤製造設備・器具由来の元素不純物の混入の可能性を考慮すべきである(例えば，溶融押出工程)．

容器施栓系から溶出する元素不純物：容器施栓系から混入する可能性がある元素不純物の特定は，剤形ごとの包装との間で生じ得る相互作用に関する科学的理解に基づくべきである．容器施栓系が元素不純物を含まないことを，容器施栓系を構成する資材類の評価により実証できる場合には，更なるリスクアセスメントの実施は不要である．また，固形製剤では，元素が溶出する確率が非常に低いため，更なるアセスメントは不要である．液剤及び半固形製剤に関しては，製剤の有効期間中に容器施栓系から元素不純物が溶出する可能性がより高い．容器施栓系から溶出する潜在的な元素不純物(例えば，洗浄後，滅菌後，照射後などにおけるもの)を把握するための調査を行うべきである．

液剤及び半固形製剤について考慮すべき要素を以下に示すが，一例であり，これらに限定するものではない．

- 親水性／疎水性，イオン含量，pH，温度(低温対室温及び製造条件)，接触面積，容器／資材の組成・材質，最終滅菌，包装工程，資材の滅菌，保存期間

表2.66－2は，リスクアセスメントにおける元素不純物の考慮に関する推奨事項を示している．これは，製剤中の元素不純物の起源の全てに適用することができるものである．

表2.66－2 リスクアセスメントにおいて考慮すべき元素

元素	クラス	意図的に添加された場合	意図的に添加されない場合		
		(全ての投与経路)	経口製剤	注射剤	吸入剤
Cd	1	要	要	要	要
Pb	1	要	要	要	要
As	1	要	要	要	要
Hg	1	要	要	要	要
Co	2A	要	要	要	要
V	2A	要	要	要	要
Ni	2A	要	要	要	要
Tl	2B	要	不要	不要	不要
Au	2B	要	不要	不要	不要
Pd	2B	要	不要	不要	不要
Ir	2B	要	不要	不要	不要
Os	2B	要	不要	不要	不要
Rh	2B	要	不要	不要	不要
Ru	2B	要	不要	不要	不要
Se	2B	要	不要	不要	不要
Ag	2B	要	不要	不要	不要
Pt	2B	要	不要	不要	不要
Li	3	要	不要	要	要
Sb	3	要	不要	要	要
Ba	3	要	不要	不要	要
Mo	3	要	不要	不要	要
Cu	3	要	不要	要	要
Sn	3	要	不要	不要	要
Cr	3	要	不要	不要	要

4.4. 評価

潜在的元素不純物を特定するプロセスの結論としては，以下の二通りがある．

1) リスクアセスメントプロセスにより，いかなる潜在的元素不純物も特定されない．

2) リスクアセスメントプロセスにより，一つ以上の潜在的元素不純物が特定される．当該プロセスにおいて特定された元素不純物に関しては，リスクアセスメントにより当該不純物のあらゆる起源の有無を考察すべきである．

リスクアセスメントにおいては，製剤中の潜在的元素不純物の量に影響を及ぼしうる多くの要因を考慮すべきである．

4.5. リスクアセスメントプロセスの概要

リスクアセスメントは，製剤中に認められる可能性の高い元素不純物を特定するために，関連する製品又は構成成分に特有のデータと，製品又は製造プロセスから横断的に得られた情報と知識を結びつけて評価することにより，要約される．

設定PDE値と関連づけて元素不純物の実測値又は予測値の有意性を考察すべきである．元素不純物の実測値の有意性の指標として，設定PDE値の30%のレベルを管理閾値と定義する．更なる管理の要否の決定に管理閾値を用いることができる．

あらゆる起源に由来する製剤中元素不純物の合計が一貫して設定PDE値の30%を超えないと予想される場合において，データを適切に評価し，元素不純物の適切な管理を実証したときには，更なる管理は必要とされない．

元素不純物の量が一貫して管理閾値を下回ることをリスクアセスメントにより実証できない場合には，製剤中において元素不純物量が設定PDE値を超えないことを保証するための管理方法を確立すべきである．

元素不純物の量のばらつきは，製剤への管理閾値の適用において考慮されなければならない．ばらつきの要因には以下のものが含まれる．

・分析法に係るばらつき
・特定の起源中の元素不純物量のばらつき
・製剤中の元素不純物量のばらつき

固有のばらつきがある構成成分(例えば，鉱物由来の添加剤)に関しては，管理閾値を適用するためにより多くのデータが必要とされることがある．

5. PDE値と濃度限度値との間の換算

PDE値は，1日当たりのマイクログラム(μg/day)で設定され，製剤の最大1日投与量中に含まれる各元素の最大許容量を示している．設定PDE値は製剤からの総曝露量を反映していることから，製剤中又はその構成成分中の元素不純物を評価する際のツールとして，設定PDE値から濃度へ換算することが有用である．製剤が元素不純物の設定PDE値を超えないことを，得られた許容濃度が保証する限り，以下のオプションのいずれについても選択できる．特定のオプションの選択に当たり，当該製剤の1日投与量を決定しているか，又は仮定する必要がある．

オプション1：1日投与量が10 gを超えない製剤の製剤構成成分全般の元素不純物の許容共通濃度限度値：このオプションは，全ての元素が同一濃度で存在することを暗に求めることを意図したものではなく，許容濃度限度値の算出に簡素化されたアプローチを提供するものである．本オプションは，製剤の1日投与量が10 g以下であり，かつ，リスクアセスメントにおいて特定された元素不純物(対象元素)が製剤の全ての構成成分中に存在すると仮定している．次式(1)を用い，製剤の1日投与量を10 gとし，このオプションは，製剤中の各構成成分に共通の許容目標元素濃度を算出するものである．

$$\text{濃度}(\mu g/g) = \frac{PDE\,(\mu g/day)}{\text{製剤の 1 日投与量}(g/day)} \qquad (1)$$

このアプローチでは，各対象元素に関して，固定された一つの共通最大濃度を各構成成分1グラム当たりマイクログラムとして決定できる．

許容濃度を表2.66－3に示す．

表2.66−3 オプション1についての元素不純物許容濃度

元素	クラス	経口製剤の濃度 (μg/g)	注射剤の濃度 (μg/g)	吸入剤の濃度 (μg/g)
Cd	1	0.5	0.2	0.3
Pb	1	0.5	0.5	0.5
As	1	1.5	1.5	0.2
Hg	1	3	0.3	0.1
Co	2A	5	0.5	0.3
V	2A	10	1	0.1
Ni	2A	20	2	0.5
TI	2B	0.8	0.8	0.8
Au	2B	10	10	0.1
Pd	2B	10	1	0.1
Ir	2B	10	1	0.1
Os	2B	10	1	0.1
Rh	2B	10	1	0.1
Ru	2B	10	1	0.1
Se	2B	15	8	13
Ag	2B	15	1	0.7
Pt	2B	10	1	0.1
Li	3	55	25	2.5
Sb	3	120	9	2
Ba	3	140	70	30
Mo	3	300	150	1
Cu	3	300	30	3
Sn	3	600	60	6
Cr	3	1100	110	0.3

製剤中のいずれの構成成分も，リスクアセスメントにおいて特定された全目標元素のオプション1による許容濃度を超えない場合には，これらの構成成分はどのような比率であっても当該製剤に用いることができるものとする．表2.66−3の許容濃度が適用されない場合には，オプション2a，2b又は3に従うべきである．

オプション2a：1日投与量が規定されている製剤の製剤構成成分全般の元素不純物の許容共通濃度限度値：このオプションは，1日投与量が10 gと仮定されていない点を除けば，オプション1と同じである．元素ごとに共通の許容濃度は，式(1)及び実際の最大1日投与量を用いて決定される．このアプローチでは，各対象元素に関して，実際の1日投与量に基づき，固定された一つの共通最大濃度を各構成成分1グラム当たりマイクログラムとして決定できる．リスクアセスメントにおいて特定された全ての対象元素に関して，製剤中のいずれの構成成分も，オプション2a許容濃度を超えない場合には，これらの構成成分はどのような比率であっても当該製剤に用いることができるものとする．

オプション2b：1日投与量が規定されている製剤の個別構成成分中の元素不純物の許容濃度限度値：構成成分中の元素の分布に基づいて許容濃度を設定すること(例えば，問題となっている元素が存在する構成成分における当該元素の許容濃度をより高く設定すること)ができる．製剤の構成成分中に存在する可能性があると確認された各元素に関して，式(2)に示すように，各構成成分の質量にあらかじめ設定した各原料中の許容濃度を乗じたものを，製剤中の全構成成分に関して合計することによって，最終製剤中の元素不純物の予想最大量を算出できる．本試験法中のその他の関連項に従って妥当性が示されない限り，製剤中の元素不純物の総量はPDE値に適合すべきである．リスクアセスメントの結果，ある特定の構成成分において，ある特定の元素が潜在的な不純物とはならないことが明らかにされた場合においては，当該構成成分中の当該元素に関して定量的な値を算出する必要はない．このアプローチにより，製剤のある特定の構成成分中の元素の最大許容濃度を，オプション1又はオプション2aの限度値よりも高くできるが，この差分については，その他の構成成分中の許容濃度を低くすることにより埋め合わせなければならない．製剤の各構成成分中の各元素に関して，構成成分固有の限度値が設定PDE値適合を保証することを，式(2)を用いて立証してもよい．

$$PDE(\mu g/day) \geqq \sum_{k=1}^{N} C_k \cdot M_k \qquad (2)$$

k＝製剤中のN個の構成成分それぞれのインデックス

C_k＝構成成分k中の元素不純物の許容濃度(μg/g)

M_k＝製剤の最大1日投与量に占める構成成分kの質量(g)

オプション3：最終製品の分析：各元素濃度については，最終製品中で測定できる．式(1)を用いると，製剤の最大総1日投与量から元素不純物の最大許容濃度を算出できる．

6. スペシエーション及びその他の検討事項

スペシエーションとは，同位体組成，電価状態，酸化状態を反映したイオン状の元素，分子若しくは錯体といった分子構造(化学形態)の違いに基づく化学種間の元素の分布である．同一元素で化学種が異なることにより毒性が異なることが既知である場合には，PDE値は，製剤中に存在すると予想される化学種に関する毒性情報に基づいて設定されている．

元素不純物の測定値をリスクアセスメントに利用する場合には，製剤中の元素不純物の総量を設定PDE値への適合性の評価に用いることができる．したがって，化学形態別分布の特定は特に必要とされないが，特定された化学種が，PDE値の算出に用いられている化学種よりも毒性が強い，又は弱い場合においては，当該情報をそれぞれ低値又は高値の妥当性を示すのに活用できる．

構成成分中の元素不純物の総量をリスクアセスメントに利用する場合には，元素不純物が検出された構成成分からの元素不純物が遊離するかどうかに関する情報の提供を期待されない．しかし，これらの情報は，製剤中の元素不純物の総量に基づくレベルよりも高値の結果が得られた場合の妥当性を示すのに用いることができる．

7. 分析手順

元素不純物の測定は，意図した目的に適した適切な手順を用いて実施されるべきである．特に妥当性が示されない限り，試験法は，リスクアセスメントにおいて管理対象とされた各元素不純物に対し特異性のあるものとすべきである．元素不純物の量を明らかにするためには，以下の「Ⅱ．元素不純物試験法」に従うか，又は適切な代替手順(分析手順)を用いてもよい．

8. ライフサイクルマネジメント

製剤又は構成成分に関する変更が製剤中の元素不純物量を変える可能性がある場合には，当該元素不純物に関して設定された管理方法を含め，既存のリスクアセスメント結果について再評価すべきである．そのような変更としては，例えば合成経路，添加剤の供給者，原料，工程，設備・器具，容器施栓系又は施設の変更が挙げられる．

Ⅱ．元素不純物試験法

元素不純物試験法は，製剤やその構成成分などに含まれる元素不純物を管理するために用いる方法である．この試験法では，元素不純物のレベルを評価するための二つの分析手順(手順1及び2)とバリデーション要件を示す．以下に規定するバリデーション要件を満たすのであれば他の分析手順を用いてもよい．被験試料の化学的組成及び対象元素の規格限度値は非常に多様であるため，全ての被験試料に対して，適切な試料調製法及び測定法を示すことは困難である．したがって，バリデーションにより，その分析手順が対象とする被験試料に用いるのに適切であることを確認する．分析手順がバリデーション要件を満たすならば，分析手順1又は2に対してクロスバリデーションを実施する必要はない．元素不純物は至るところに微量でも存在している可能性がある．したがって，試験に当たっては，試料中への汚染を避けるよう特別の注意を払う必要がある．

注：本試験法において説明されている分析法以外の原子吸光光度法などの方法でも，バリデートされている場合には，分析手順1又は2に対してクロスバリデーションなしに使用できる．

1. 試料調製法

試料調製の種類には未処理試料，水溶液，有機溶媒溶液，分解処理溶液が含まれる．試料調製法は被験試料の性質に依存するため，適切な調製方法を選択する．試料調製法が医薬品各条に規定されていないときは，適切にバリデートされた調製法を使用しなければならない．調製法を以下に示すが，これに限られるものではない．適切なシグナル強度を得るために被験試料へ分析対象元素を添加する必要がある場合には，当該分析対象元素を，可能であれば同じスパイク溶液を用いてブランクにも添加するべきである．被験試料には，試料調製法の手順を実施する前にスパイク溶液を添加しなければならない．標準溶液には，複数の分析対象元素が含まれていてもよい(注：定量試験に用いる場合，被験試料を適切に取り扱う．例えば，揮発性溶液はピペットを用いて容量を量り，粘性溶液は質量を量る．).

未処理試料：液体あるいは溶媒を加えることなく測定可能な試料に用いられる．

水溶液：試料が水性溶媒に可溶な場合に用いる．

有機溶媒溶液：試料が有機溶媒に可溶な場合に用いる．

分解処理溶液：通例，被験試料が水にも有機溶媒にも溶解しない場合に用いる．分解処理溶液を得るためには，全ての金属を抽出することが望ましい．被験試料の分解には，以下に示す密閉容器内分解法又はそれに類似した方法を用いる．

密閉容器内分解：この試料調製法は密閉容器内分解装置を用いて濃い酸の中で被験試料を分解する方法である．密閉容器内分解は揮発性不純物の損失を最小限にできる．試料マトリックスを構成する物質により，選択すべき濃い酸は異なる．どのような濃い酸を使用してもよいが，それぞれの濃い酸には固有の安全性のリスクがある．そのため，適切な安全上の予防措置を常に行うべきである(注：用いる分解装置の要件を満たすように，使用する重量や容量を調整してもよい).

広く適用可能な一例を以下に示す．被験試料0.5 gを5 mLの新たに調製した濃い酸で脱水及び前分解する．ドラフトチャンバー内で緩く覆った状態で30分間静置する．10 mLの濃い酸を追加し，密閉容器内分解手法を用いて，分解又は抽出が完了するまで分解する．必要な場合は，濃い酸5 mLを繰り返し追加する(注：密閉容器内分解が必要な場合は，安全に使用するために容器の使用手順に従う).

分析手順のバリデーションを行う際には，透明な溶液が調製されることが望ましい．透明な溶液が得られない場合は，適切なバリデーションにより試験方法の使用目的に適した回収率が得られることを保証すべきである．

試薬：試料や標準溶液の調製に用いる全ての試薬は試験の目的にかなった純度でなければならない．

2. 分析手順1及び2

適切な標準物質を用いた検量線作成とシステム適合性の評価は，一連の試験ごとに行われるべきである．

2.1. 方法と検出技術

分析手順1は，一般的に誘導結合プラズマ発光分光法(ICP－AES又はICP－OES)による検出が適した元素不純物に適用可能である．分析手順2は，一般的に誘導結合プラズマ質量分析法(ICP－MS)による検出が適した元素不純物に適用可能である．初回使用開始前に，以下のバリデーションの要求事項に合致することを確認することによって，装置と被験試料にとってその方法が適切であることを検証すべきである．

2.2. 分析手順1：ICP－OES

標準溶液1：試料溶液と同一のマトリックス溶液中に分析対象元素 1.5*J*を含む．

標準溶液2：試料溶液と同一のマトリックス溶液中に分析対象元素 0.5*J*を含む．

試料原液：1.に従い調製する．必要に応じて試料を冷却する．水銀の定量の際は，必要に応じて適切な安定剤を加える．

試料溶液：試料原液を適切な溶媒で希釈し，分析対象元素の最終濃度を検量線範囲内に調整する．

ブランク：試料溶液と同一のマトリックス溶液

元素分光システム

モード：ICP

検出器：光学検出システム

洗浄液：通例は希釈溶媒

検量線：標準溶液1，標準溶液2，ブランク

システム適合性試験用溶液：試料溶液と同一のマトリックス溶液中に検量線範囲内のある濃度の分析対象元素が含まれる標準溶液

システム適合性の要件

装置の稼働安定性：試料溶液の測定前後のシステム適合性試験用溶液から得られた結果を比較する．

適合基準：各分析対象元素について，両システム適合性試験用溶液間の偏差が20%以下(注：試料の無機物含量が高い場合は，システム適合性試験用溶液導入前にシステムをよく洗浄し，ブランクの測定により，キャリーオーバーを最小限とするよう確認する).

分析：装置の操作手順に従い，対象元素の検出に必要な波長を用い分析する．元の被験試料当たりの元素不純物量を算出する[注：マトリックスの導入による干渉(例：波長のオーバーラップ)を補正するために適切な対策を講じなければならない].

2.3. 分析手順2：ICP－MS

標準溶液1：試料溶液と同一のマトリックス溶液中に分析対象元素 1.5*J*を含む．

標準溶液2：試料溶液と同一のマトリックス溶液中に分析対象元素 0.5*J*を含む．

試料原液：1.に従い調製する．必要に応じて試料を冷却する．

水銀の定量の際は，必要に応じて適切な安定剤を加える．

試料溶液：試料原液を適切な溶媒で希釈し，分析対象元素の最終濃度を検量線範囲内に調整する．

ブランク：試料溶液と同一のマトリックス溶液

元素分光システム

モード：ICP {注：冷却噴霧室(スプレーチャンバー)付装置が有効な場合がある[衝突(コリジョン)セル又は反応(リアクション)セルの使用も有益であろう]}.

検出器：質量分析計

洗浄液：通例は希釈溶媒

検量線：標準溶液1，標準溶液2，ブランク

システム適合性試験用溶液：試料溶液と同一のマトリックス溶液中に検量線範囲内のある濃度の分析対象元素が含まれる標準溶液

システム適合性の要件

装置の稼働安定性：試料溶液の測定前後のシステム適合性試験用溶液から得られた結果を比較する．

適合基準：各分析対象元素について，両システム適合性試験用溶液間の偏差が20%以下(注：試料の無機物含量が高い場合は，システム適合性試験用溶液導入前にシステムをよく洗浄し，ブランクの測定により，キャリーオーバーを最小限とするよう確認する).

分析：製造業者の指定するプログラムと*m/z*に従って分析する．元の被験試料当たりの元素不純物量を算出する(注：マトリックスの導入による干渉(例：ヒ素の検出における塩化アルゴンの干渉)を補正するために適切な対策を講じなければならない).

3. 分析法のバリデーション要件

すべての分析法は以下に示すバリデーション要件に従ってバリデートされ，許容範囲にあることが示されなければならない．ある分析法が許容範囲に入っているかを示すために必要なバリデーションのレベルは，限度試験か定量試験かにより異なる．バリデートされ，以下に記載する適合基準を満たす分析法は，使用に適しているとみなされる．妥当である場合には，元素不純物含量の評価目的に応じてバリデーションの方法及び基準値を変更してもよい．また，誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合プラズマ質量分析法〈*2.63*〉に記載のシステム適合性基準を満たす上で必要な要件と異なる場合がある．

3.1. 限度試験の手順

限度試験においての分析能パラメーターとその許容範囲を以下に規定する．これらの要件を満たすことは適切なシステム適合性試験と標準物質を用いてバリデーション試験を行い，示されなければならない．試験の妥当性は，適切な目標濃度において対象となる各分析対象元素を既知の濃度で添加された被験試料を用いて試験を実施することにより示される．

3.1.1. 検出感度

標準溶液：分析対象元素の標準物質を試料溶液と同一のマトリックス溶液に1.0*J*の濃度で含むように調製したもの

添加試料溶液1：分析対象元素を目標濃度になるように適切な標準物質を添加した試料溶液を，試料調製法の項に従い溶解又は分解して調製する．

添加試料溶液2：分析対象元素を目標濃度80%となるように適切な標準物質を添加した試料溶液を，試料調製法の項に従い溶解又は分解して調製する．

非添加試料溶液：被験試料を，添加試料溶液と同様の方法で溶解又は分解する．

適合基準

機器を用いない手順：添加試料溶液1は標準溶液と同等かそれ以上の強度を示す．添加試料溶液2は添加試料溶液1よりも小さい強度を示さなければならない(注：各添加試料溶液は非添加試料溶液以上の強度を示す).

機器を用いた手順：添加試料溶液1の繰り返し測定3回の平均値は，標準溶液の繰り返し測定で得られた平均値の±15%以内である．添加試料溶液2の繰り返し測定の平均値は，標準溶液のシグナル強度又は値より小さな値を示さなければならない(注：各添加試料溶液から得られた値を非添加試料溶液から得られた値を用いて補正する).

3.1.2. 特異性

分析法は，他の分析対象元素など含有の可能性がある成分やマトリックス成分の存在下でも，各分析対象元素を特異的に評価できなければならない．

3.1.3. 機器分析法における精度(併行精度)

試料溶液：分析対象元素の適切な標準物質を目標濃度になるよう添加した，被験試料の独立した6個の試料溶液．

適合基準

相対標準偏差：各分析対象元素について20%以下

3.2. 定量試験の手順

定量試験においての分析能パラメーターとその許容範囲を以下に規定する．これらの要件を満たすことは適切なシステム適合性試験と標準物質を用いてバリデーション試験を行い，示されなければならない．

3.2.1. 真度

標準溶液：適切な標準物質を用いて，試料溶液と同一のマトリックス溶液に0.5 ～ 1.5の濃度(*J*)の範囲内で，3水準の濃度の分析対象元素を含む溶液，並びにブランクを調製する．

試料：試料調製(分解又は溶解)前に，適切な各分析対象元素の標準物質を目標濃度の50 ～ 150%の範囲内にある3濃度となるように添加した被験試料を調製する．添加された標準物質の試料調製後の濃度は0.5～1.5*J*の範囲にあり，少なくとも異なる3濃度を含まなければならない．

適合基準

添加回収率：各濃度につき，3回繰り返し調製した試料から得られた添加回収率の平均が70 ～ 150%

3.2.2. 精度

併行精度

試料：分析対象元素の適切な標準物質を目標濃度になるよう添加した，被験試料の少なくとも6個の独立した試料(同一ロットから得る)．又は，特定の範囲をカバーする少なくとも9回の繰り返し測定(3濃度それぞれ3回の繰り返し測定).

適合基準

相対標準偏差：各分析対象元素について20%以下($n=6$)

室内再現性

併行精度の分析を，分析日，装置，分析者のいずれか一つ以上を変えて，少なくとも一度再実施する．この分析結果を併行精度分析の結果と合わせ，総分析数を少なくとも12とする．

適合基準

相対標準偏差：各分析対象元素について25%以下(n=12)

3.2.3. 特異性

分析法は，他の分析対象元素など含有の可能性がある成分やマトリックス成分の存在下でも，各分析対象元素を特異的に評価できなければならない．

3.2.4. 範囲及び直線性

真度の要件を満たすことにより示す．

3.2.5. 定量限界

真度の適合基準に適合するとき，定量限界が確認できる．定量限界は目標濃度の50%以下でなければならない．

4. 用語

(i) 濃い酸：分析の目的にかなう濃い硝酸，硫酸，塩酸又はフッ化水素酸若しくは適切に示された他の酸あるいはそれらの混合物．

(ii) 試料溶液と同一のマトリックス溶液：試料溶液と同一の溶媒組成の溶液．水溶液の場合，試料溶液と同一のマトリックス溶液は試料溶液と同一の濃度の同一の酸及び水銀の安定化剤が用いられている．

(iii) 分析対象元素：製剤中の存在量が管理されなければならない元素．

(iv) 目標限度値又は目標濃度：評価される元素不純物の許容値．目標限度値を超える場合は被験試料中の元素不純物量が許容値を超えていることを示す．製剤中の目標限度値は，PDEを最大一日投与量で除することで概算できる．また，元素不純物量の有意性を評価する場合には，PDEの30%(管理閾値)を最大一日投与量で除した値を目標限度値とできる．さらに，製剤の構成成分中の元素不純物の許容濃度が設定されているときには，許容濃度を目標濃度とできる．

(v) J ：装置の測定可能範囲内に適切に希釈された目標限度値での対象元素の濃度(w/v)．もし，希釈が必要なければ，Jは目標限度値に等しい．例えば，一日投与量10 gの経口固形製剤の誘導結合プラズマ発光質量分析法(ICP－MS)を用いた分析における分析対象元素が鉛とヒ素の場合は，これらの元素の目標限度値は0.5 μg/gと1.5 μg/gである．しかしながら，この場合，ICP－MSの直線性の範囲はこれらの元素について0.01 ng/mLから0.1 μg/mLであることが知られている．そのため，装置の直線性の範囲で分析を行うために，少なくとも1：100の希釈係数が必要とされる．Jは鉛とヒ素についてそれぞれ5 ng/mLと15 ng/mLとなる．

(vi) 適切な標準物質：「適切な標準物質」が規定されている場合，原則として，国家計量機関(National metrology institute : NMI)の認証標準物質(Certified reference materials：CRM)又はNMIのCRMにトレーサブルな標準物質が用いられるべきである．

(vii) クロスバリデーション：妥当性が示された異なる分析法に対して，同じ試料を測定して，同様の結果が得られることを確認する．

3. 粉体物性測定法

3.01 かさ密度及びタップ密度測定法

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

◆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塡時及びタップ充塡時におけるみかけの密度を測定する方法である．疎充塡とは，容器中に粉体を圧密せずに緩やかに充塡することであり，タップ充塡とは，粉体を充塡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塡することである．◆

1. かさ密度

粉体のかさ密度は，タップしない(緩み)状態での粉体試料の質量と粒子間空隙容積の因子を含んだ粉体の体積との比である．したがって，かさ密度は粉体の粒子密度と粉体層内での粒子の空間的配列に依存する．かさ密度は，国際単位系ではkg/m^3であるが，メスシリンダーを用いて測定するのでg/mLで表される(1 g/mL＝1000 kg/m^3)．なお，これはg/cm^3で表してもよい．

粉体のかさ特性は，試料の調製法，処理法や保存法，すなわち，粉体がどのように取り扱われたかに依存する．粒子は，一連のかさ密度を持つように充塡することができ，また，粉体層をごく僅か乱すだけでもかさ密度は変化する．このように，粉体のかさ密度を再現性よく測定するのは極めて難しいので，結果を記録する際には，どのようにして測定したかを明記しておくことが重要である．

粉体のかさ密度は，ふるいを通してメスシリンダーに入れた既知質量の粉体試料の体積を測定する(第1法)か，又はボリュメーターを通して容器内に入れた既知体積の粉体試料の質量を測定する(第2法)か，若しくは測定用容器(第3法)を用いることによって求める．これらの中で第1法及び第3法を用いるのが望ましい．

1.1. 第１法 (メスシリンダーを用いる方法)

1.1.1. 操作法

保存中に形成するかも知れない凝集体を解砕するために，必要ならば，試験を行うのに十分な量の粉体を1.0 mm以上の目開きを持つふるいを通す．この操作は試料の性質を変化させないよう静かに行わねばならない．0.1%の精度で秤量した約100 gの試料(m)を圧密せずに乾いた250 mLメスシリンダー(最小目盛単位：2 mL)に静かに入れる．必要ならば，粉体層の上面を圧密せずに注意深くならし，緩みかさ体積(V_0)を最小目盛単位まで読み取る．m/V_0によってかさ密度(g/mL)を計算する．この特性値を測定するためには，一般に繰り返し測定することが望ましい．

粉体の密度が小さすぎるか又は大きすぎる，すなわち，試料の緩みかさ体積が250 mL以上であるか又は150 mL以下の場合には，試料量として100 gを用いることはできない．したがって，このような場合には，試料の緩みかさ体積が150 mLから250 mL (メスシリンダーの全容積中に占めるかさ体積が60%以上)となるような，別の試料量を選択しなければならない．この場合，試料の質量を結果の項目中に記載しておく．

50 mLから100 mLのかさ体積を持つ試料については，最小目盛単位が1 mLの100 mLメスシリンダーを用いることができる．この場合，メスシリンダーの容積を結果の項目中に記載しておく．

1.2. 第２法 (ボリュメーターを用いる方法)

1.2.1. 装置

装置(図3.01－1)は目開き1.0 mmのふるいを取り付けた上部漏斗から構成される．この漏斗は，粉体が通過するときに，その上を滑落したり跳ね上がったりする4枚のガラス製邪魔板が取り付けられたバッフル・ボックスの上部に固定されている．バッフル・ボックスの底部には，ボックスの直下に置かれた，粉体を集めてカップに注入できるような漏斗がある．このカップは円筒形(容積25.00±0.05 mL，内径30.00±2.00 mm)又は立方体(容積16.39±0.20 mL，一辺の長さ25.400±0.076 mm)である．

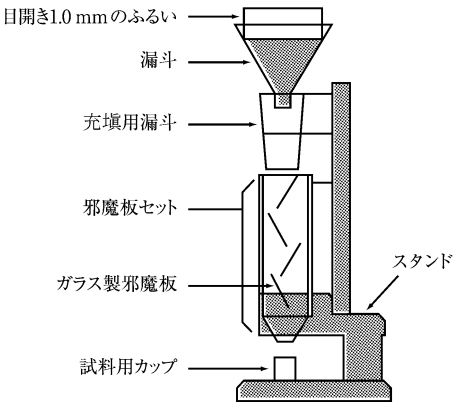


図3.01－1 ボリュメーター

1.2.2. 操作法

立方体カップの場合には最少量25 cm^3，円筒形カップの場合には最少量35 cm^3の粉体を用い，装置を通して試料の受器となるカップ内に過剰の粉体を溢れるまで流下させる．カップの上面に垂直に立てて接触させたヘラの刃を滑らかに動かし，圧密やカップからの粉体の溢流を防ぐためにヘラを垂直にしたままで，カップの上面から過剰の粉体を注意深くすり落とす．カップの側面からも試料を全て除去し，粉体の質量(m)を0.1%まで測定する．式m/V_0 (V_0はカップの容積)によってかさ密度(g/mL)を計算する．三つの異なった試料を用いて，3回の測定値の平均値を記録する．

1.3. 第３法 (容器を用いる方法)

1.3.1. 装置

装置は図3.01－2に示すようなステンレス製の100 mL円筒形容器から構成される．

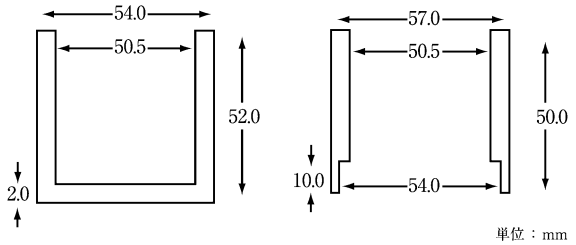


図3.01－2　測定用容器(左)と補助円筒(右)

1.3.2.　操作法

保存中に形成された凝集体を解砕し，得られた試料を測定用容器に溢れるまで自由に流入させるために，必要ならば，試験を行うのに十分な量の試料を1.0 mmのふるいを通して調製する．第2法と同様に容器の上面から過剰の粉体を注意深くすり落とす．あらかじめ測定しておいた空の測定用容器の質量を差し引くことによって，粉体の質量(m_0)を0.1%まで測定する．式m_0／100によってかさ密度(g/mL)を計算し，三つの異なった試料を用いて，3回の測定値の平均値を記録する．

2.　タップ密度

タップ密度は，粉体試料を入れた容器を機械的にタップした後に得られる，増大したかさ密度である．

タップ密度は粉体試料を入れた測定用メスシリンダー又は容器を機械的にタップすることにより得られる．粉体の初期体積又は質量を測定した後，測定用メスシリンダー又は容器を機械的にタップし，体積又は質量変化がほとんど認められなくなるまで体積又は質量を読み取る．機械的タッピングは，メスシリンダー又は容器を持ち上げ，自重下で以下に述べる三つの方法のいずれかによって所定の距離を落下させることにより行う．タッピング中に生じる塊の分離をできるだけ最小限にするために，タッピング中にメスシリンダー又は容器を回転させることができるような装置がよい．

2.1.　第１法

2.1.1.　装置

装置(図3.01－3)は，次の部品から構成される．

(ⅰ)　質量220±44 gの250 mLメスシリンダー(最小目盛単位：2 mL)

(ⅱ)　3±0.2 mmの高さから公称250±15回/分，又は14±2 mmの高さから公称300±15回/分のタップ速度を与えることができる落下装置．メスシリンダー用の450±10 gの質量を持つ支持台．

2.1.2.　操作法

かさ体積(V_0)の測定について先に述べたようにして行う．メスシリンダーを支持台に装着する．同じ粉体試料について10回，500回及び1250回タップし，対応するかさ体積V_{10}，V_{500}及びV_{1250}を最小目盛単位まで読み取る．V_{500}とV_{1250}の差が2 mL以下であれば，V_{1250}をタップ体積とする．V_{500}とV_{1250}の差が2 mLを超える場合には，連続した測定値間の差が2 mL以下となるまで1250回ずつタップを繰り返す．なお，バリデートされていれば，粉体によってはタップ回数はより少なくてもよい．式m／V_f (V_fは最終タップ体積)を用いてタップ密度(g/mL)を計算する．この特性値を測定するためには，一般に測定は繰り返し行うことが望ましい．結果と共に，落下高さも記載しておく．

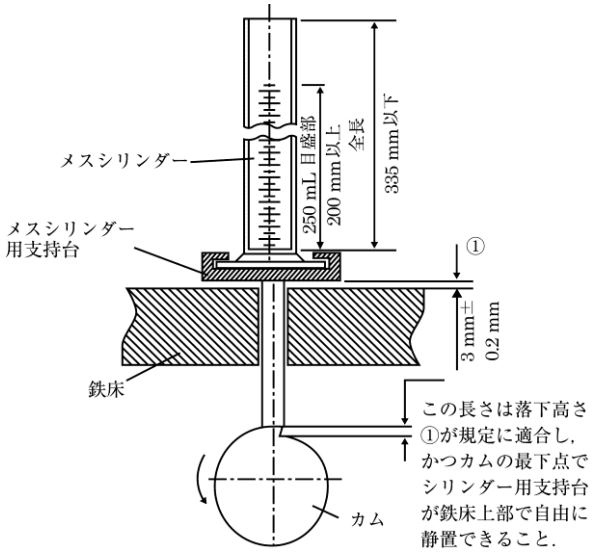


図3.01－3　タッピング装置

100 gの試料を用いることができない場合には，試料量を減じ，240±12 gの質量を持つ支持台の上に固定された130±16 gの適切な100 mLメスシリンダー(最小目盛単位1 mL)を用いる．V_{500}とV_{1250}の差が1 mL以下であれば，V_{1250}をタップ体積とする．V_{500}とV_{1250}の差が1 mLを超える場合には，連続した測定値間の差が1 mL以下となるまで1250回ずつタップを繰り返す．試験条件の変更については，結果の項目中に記載しておく．

2.2.　第２法

2.2.1.　操作法

250回/分の公称速度で3±0.2 mmの固定した落下高さが得られるタップ密度測定器を用いるほかは，第1法で指示されたように行う．

2.3.　第３法

2.3.1.　操作法

図3.01－2に示した補助円筒を装着した測定用容器を用いて，かさ密度の測定法に従って行う．適切なタップ密度測定器を用いて補助円筒付きの測定用容器を50 ～ 60回/分でタップする．200回タップして補助円筒を取り外し，かさ密度測定における第3法で示した測定用容器の上面から過剰の粉体を注意深くすり落とす．タップ操作を更に400回繰り返す．200回及び400回タップ後に得られた二つの質量の差が2%を超えた場合には，二つの連続した測定値間の差が2%未満となるまで更に200回ずつタップして，試験を行う．式m_f／100 (m_fは測定用容器中の粉体質量)を用いてタップ密度(g/mL)を計算し，三つの異なった試料を用いて，3回の測定値の平均値を記録する．タップ高さも含めた試験条件を結果の項目中に記載しておく．

3.　粉体の圧縮性の尺度

粉体のかさ特性に影響する粒子間相互作用は，粉体の流動を妨げる相互作用でもあるので，かさ密度とタップ密度を比較することは，ある特定の粉体におけるこれらの相互作用の相対的重要性を示す一つの尺度となり得る．このような比較は，例えば，圧縮性指数又はHausner比のように，粉体の流れやすさの指標としてしばしば用いられる．

圧縮性指数とHausner比は，先に述べたように粉体の圧縮性の尺度となる．これらはそれ自体，粉体層の沈下能の尺度であり，これによって粒子間相互作用の相対的重要性を評価することができる．自由流動性のある粉体については，このような相互作用はあまり重要ではなく，かさ密度とタップ密度の値は比較的近接している．流動性の乏しい粉体では粒子間相互作用はしばしば大きくなり，かさ密度とタップ密度の間にはより大きな差違が認められる．これらの差違は圧縮性指数とHausner比に反映する．

圧縮性指数：次式によって計算する．

圧縮性指数$=(V_0 - V_f)/V_0 \times 100$

V_0：緩みかさ体積

V_f：最終タップ体積

Hausner比：次式によって計算する．

Hausner比$= V_0/V_f$

試料によっては，圧縮性指数はV_0の代わりにV_{10}を用いて求めることができる．V_0の代わりにV_{10}を用いた場合は，試験結果に明記する．

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

◆比表面積測定法は，気体吸着法により粉末医薬品の比表面積(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．

1. 解析法

1.1. 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．

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

P：−195.8℃(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℃，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係する定数

多点法では，V_aは三つ以上の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，$(C-1)/(V_mC)$である傾きと，$1/(V_mC)$である切片を直線回帰分析から求める．これらの値から，$V_m=1/$(傾き＋切片)，$C=$(傾き／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．

$$S=(V_mNa)/(m\times22400) \quad (2)$$

N：アボガドロ数　6.022×10^{23}/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)

22400：標準状態における吸着気体1 molの体積(mL)

少なくとも三つの測定点を必要とする．0.3付近のP/P_0値で非直線性が認められる場合は，追加の測定を行う．P/P_0値が0.05以下では非直線性が認められることがあるので，この範囲での測定は推奨されない．直線性の検証，データ処理，試料の比表面積の算出は上記のように行う．

1.2. 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，少なくとも三つの異なるP/P_0におけるV_aの測定が必要である．しかし，ある条件下では0.300付近のP/P_0(窒素では0.300，クリプトンでは0.001038モル分率に相当する．)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．一点法が有効な条件については，一連の粉体試料について一点法で測定された比表面積の値を多点法で測定された値と比較することによって確認することができる．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．Cの値が極めて大きい試験物質の一連の類似の試料に対して，一点法は間接的に用いることができる．このような場合，一点法による誤差を減少させることは，定数Cをいずれかの試料の多点法のBETプロットから，$C=1+$(傾き／切片)として求めることにより可能となる．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．

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

2. 試料の調製

比表面積を測定する前に，保存又は取扱い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 m^2/g)では低い蒸気圧を持つクリプトンの吸着を利用する．用いる全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 m^2，またクリプトンの場合には少なく

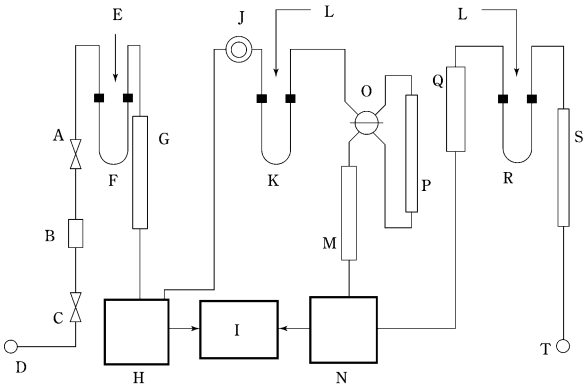
とも0.5 m^2となるように，粉末試料の質量を正確に量る．適切なバリデーションにより，少ない試料量も使用できる．一定の圧力下で吸着する気体量は，温度が低下するにつれて増加する傾向にあるので，吸着測定は，通常，低温で行われる．測定は，液体窒素の沸点である－195.8℃で行われる．気体吸着は，次に記載する方法のいずれかにより測定する．

3.　測定法

3.1.　第１法：動的流動法

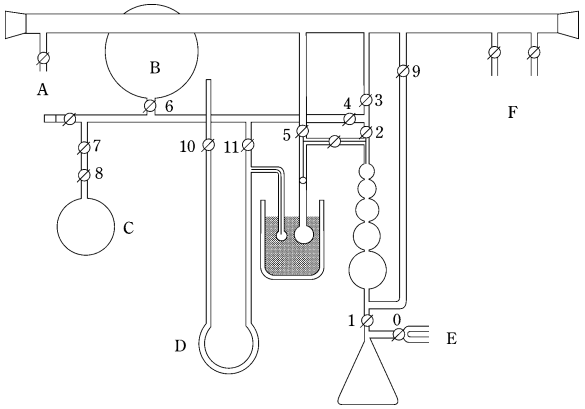
動的流動法(図3.02－1)では，吸着気体として乾燥した窒素又はクリプトンを使用する．ヘリウムは吸着されないので希釈用気体として用いる．P/P_0が0.05 ～ 0.30の範囲内で吸着気体とヘリウムの混合比を変えた，少なくとも3種類の混合気体を調製する．所定の温度及び圧力条件下で気体濃度検出器は通過する気体の体積にほぼ比例する信号を出力し，通例，検出器として電子式積分計を内蔵した熱伝導度検出器が用いられる．P/P_0が0.05 ～ 0.30の範囲内で，少なくとも三つのデータを測定しなければならない．

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．一点法では窒素／ヘリウムの混合物を用い，多点法では幾つかの同様な混合物を用いるか，又は2種類の気体の混合により行う．計算は，基本的には容量法と同じである．



A：流量制御バルブ
B：微分流量制御計
C：開閉バルブ
D：気体流入口
E：Oリングシール
F：冷却トラップ
G：熱平衡管
H：検出器
I：デジタル画面
J：校正用隔膜
K：試験用セル
L：すり合せ連結管
M：短流路安定管
N：検出器
O：流路選択バルブ
P：長流路安定管
Q：流量計
R：脱気用部位
S：拡散調節装置
T：排気口

図3.02－1　動的流動法装置の概略図



A：真空計
B：窒素溜
C：ヘリウム溜
D：圧力計
E：真空／大気
F：冷却トラップ／真空ポンプ

図3.02－2　容量法装置の概略図

3.2.　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．

本法では混合ガスではなく，純粋な吸着ガスのみを用いるので，熱拡散の干渉効果は避けられる．

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．幾つかの装置では所定の圧力変化速度(例えば，13 Pa／30 s以下)で減圧し，次のステップを開始するまで所定時間これを維持するようになっている．必要な場合は試料管内の死容積の測定を非吸着性気体であるヘリウムを用いて行う．死容積の測定は差分測定，すなわち，差圧トランスデューサーに接続した対照管と試料管を用いる方法によっても行うことができる．－195.8℃の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より高い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．

4.　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

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

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ーを用いて測定する．この方法は，粉体により置換される気体の体積が，質量既知のその粉体の体積に等しいとみなすことにより求められる．ピクノメーター法による密度測定においては，気体の浸入が可能な開孔部のある空隙は，粉体の体積としないが，閉じた空隙又は気体が浸入できないような空隙は，粉体の体積として評価される．試験用気体としては，通例，開孔部のある微小な空隙への拡散性が高いヘリウムが用いられる．ヘリウム以外の気体が用いられる場合，粉体中への気体の浸入性は，開孔径と気体の分子断面積に依存することから，ヘリウムを用いて得られた密度とは異なる粒子密度が得られることになる．

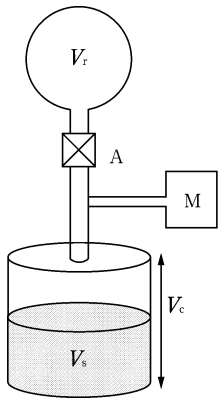
ピクノメーター法により測定される密度は，個々の粉体粒子の密度の体積加重平均密度である．通例，粒子密度と呼ばれ，固体の真密度(true density)又は粉体のかさ密度(bulk density)と区別される．

固体の密度は，国際単位では単位体積当たりの質量(1 g/cm^3 ＝1000 kg/m^3)で表されるが，通例，g/cm^{3}で表す．

1. 装置

ピクノメーター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，試料が入れられる試験用セル，対照セル及び圧力計Mから構成される．容積V_cの試験用セルは，バルブAを通して容積V_rの対照セルに接続する．

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(P)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．



A：バルブ
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)
M：圧力計

図3.03－1 気体置換型ピクノメーター(粒子密度測定装置)の模式図

2. 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．

3. 操作法

気体置換型ピクノメーター法による粒子密度の測定は，15 ～ 30℃の温度範囲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．

測定に先立って，粉体試料中にある揮発性混在物はヘリウムガスを流すことで除去する．揮発性混在物の除去は，時には，減圧下で行う．また，揮発性物質は測定中に発生することもあり得ることから，試料の最終的な質量測定は，試料体積の測定後に行う．

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．

試験用セルと対照セルを接続しているバルブAを開き，系の圧力が一定であることを圧力計Mにより確認した後，対照圧力P_rを読み取る．次に，二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．

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

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0.2%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)

なお，ピクノメーターの操作法又は構成が図3.03－1に示し

たものと異なる場合，各ピクノメーターの製造者の指示に従うものとする．また，試料の状態について，前処理なしにそのまま測定に供したか，あるいは乾燥減量で規定されるような特別な条件で乾燥処理したものか等，測定結果とともに記録しておく．

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

◆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．◆

1. 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，画像解析など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 μm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，幾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．

1.1. 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て，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，アクロマート対物レンズと共に用いるが，アポクロマー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．少なくとも球面収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ければならない．すなわち，開口数はコンデンサーの絞りとイマージョンオイルがあるかどうかによって影響される．

1.1.1. 調整

光学系の全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．装置の焦点の調節は，使用する顕微鏡に指定された方法に従う．厳密な軸調整もしておいた方がよい．

1.1.1.1. 照明

良好な照明のための必要条件は，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．このためにはケーラー照明がよい．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．

1.1.1.2. 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．接眼ミ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ミクロメーターを用いて実際の倍率を決定する．粒子像が接眼ミ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．各々の対物ミ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，対物ミ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，接眼ミクロメーターを接眼レンズの絞りの位置に入れた後，対物ミ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，対物ミクロメーターの目盛に焦点を合わせる．次にこれら二つのミ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．

接眼レンズ1目盛に相当する試料の大きさ(μm)
＝対物ミクロメーターの長さ(μm)／接眼ミクロメーターの目盛数

対物ミ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，幾つかの異なった倍率が必要である．

1.1.1.3. 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，校正された対物ミ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．

1.2. 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．さらに，粒子は試料中の粒子径分布を代表していなければならず，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．

1.3. 観察

1.3.1. 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.

1.3.2. 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 μg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全ての粒子を数える．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.

1.3.3. 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.

汎用されている幾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).

(ⅰ) 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

(ⅱ) 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二つの等しい投影面積に分割する点における粒子の長さ

(ⅲ) 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

(ⅳ) 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

(ⅴ) 短軸径：長軸径に対して直角に測定した粒子の最大長さ

1.3.4. 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

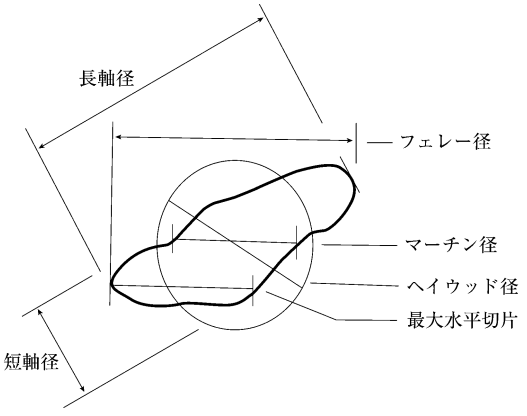


図3.04－1 一般的に用いられる粒子径

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幾つかの用語の定義である(図3.04－2).

(ⅰ) 針状：短軸径と厚みがほぼ等しく，細長い針状の粒子

(ⅱ) 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

(ⅲ) 薄板状：長軸径と短軸径がほぼ等しく，薄くて扁平な粒子

(ⅳ) 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

(ⅴ) 葉片状：長くて薄く，葉片状の粒子

(ⅵ) 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

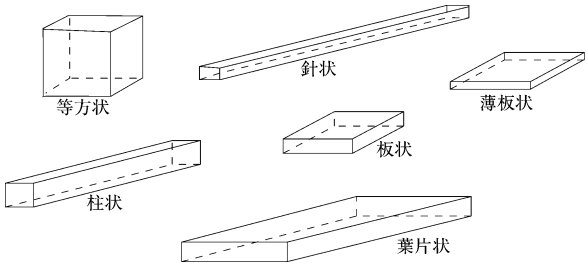


図3.04－2 一般的に用いられる粒子形状の記述

1.3.5. 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.

(ⅰ) 層状：板状粒子が積み重なったもの

(ⅱ) アグリゲイト：付着性粒子の塊

(ⅲ) アグロメレイト：融解又は固結した粒子

(ⅳ) コングロメレイト：2種類以上の粒子の混合物

(ⅴ) スフェルライト：放射状のクラスター

(ⅵ) 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.

(ⅰ) 角・縁：角がある，丸みがある，滑らか，鋭い，破砕状である

(ⅱ) 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

(ⅲ) 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.

(ⅰ) ひび割れ：部分的に裂けている，砕けている，裂け目がある

(ⅱ) 平滑さ：不規則性，凹凸や突出部がない

(ⅲ) 多孔性：開孔部や通路を持つ

(ⅳ) 粗さ：凹凸がある，平坦でない，滑らかでない

(ⅴ) 凹み：小さいぎざぎざがある

2. 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25 g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 μm)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こらない場合には，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，各条中に全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 μm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．

2.1. 操作

2.1.1. 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．

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 (microns)	EP ふるい番号	日本薬局方ふるい番号
主要寸法	補助寸法					
R20/3	R20	R40/3				
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			38	391

2.1.1.1. 試験用ふるいの校正

ISO 3310－1[2)]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．

2.1.1.2. ふるいの洗浄

理想的には，試験用ふるいはエアー・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和なブラッシングを行ってもよい．

2.1.2. 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こしやすい場合には，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．

2.1.3. 振とう法

幾つかの異なった機構に基づくふるい振とう装置が市販されており，これらの全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種間で異なるため，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った結果を生じる．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もよい．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．

2.1.4. 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．所定のふるいの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．

2.2. ふるい分け法

2.2.1. 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，蓋をする．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外す．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外し，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し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にあれば，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．

2.2.2. 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．

2.3. 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

3.05　収着－脱着等温線測定法及び水分活性測定法

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

◆原薬又は製剤としての医薬品粉体は，製造工程や保存中にしばしば水と接触することがある．固体－水間の相互作用を評価するためには，収着－脱着等温線と水分活性の測定が用いられる．水は二つの様式で固体と物理的に相互作用をする．すなわち，表面においてのみ相互作用する吸着か，又は固体中へ浸透する吸収かである．吸着と吸収の両方が起こるときは，収着という用語が用いられる．◆

1.　収着－脱着等温線の測定

1.1.　原理

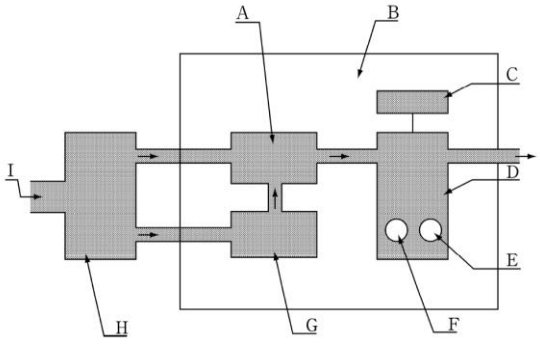
固体への水蒸気の取込み傾向は，収着又は脱着が本質的には時間に依存せずに起こる平衡条件下で，一定の温度における相対湿度の関数として収着又は脱着を測定することが最良の方法である．相対湿度(RH)は次式で定義される．

$$RH = (P_C \times 100) / P_0$$

P_C：系内の水蒸気圧

P_0：同一条件における飽和水蒸気圧

P_C / P_0は相対圧と呼ばれる．収着又は水の取込みについては，乾燥した試料から開始し，これらを既知の相対湿度下に置くことにより測定することが，望ましい方法である．脱着は既に水を含んだ試料から開始し，相対湿度を低下させることによって測定される．その名称が示すように，収着－脱着等温線はある指定された温度に対してのみ有効であり，温度ごとに固有の等温線が存在する．通例，平衡状態であれば，ある相対湿度における含水率は，収着法あるいは脱着法のいずれの方法で測定しても，変わらないはずである．しかしながら，一般に収着－脱着等温線にはヒステリシスが観察される．



A：湿度調節器
B：恒温槽
C：天秤モジュール
D：湿度が制御されたモジュール
E：リファレンス
F：試料
G：水蒸気加湿器
H：流量調節モジュール
I：乾燥気体

図3.05－1　水分収着測定用装置の一例(他の測定形式も可)

1.2.　方法

試料を種々の相対湿度に調整した装置内に置き，各試料について質量の増減を測定する．本法の主な利点は，その簡便性にあるが，主な欠点は，高湿度下では恒量に達するまでの速さが遅いこと，及び秤量のために装置を開閉する際に誤差が生じることである．動的質量測定法による水分収着測定用装置は，制御した装置内で試料質量を自動的に測定することにより，一定温度で種々の相対湿度における試料－水間の相互作用を評価することができる．制御装置を利用することの主な利点は，容易に温度を一定に保てること，及び条件を変えた際の試料の動的な応答をモニターできることである．試料が所定の湿度水準で平衡に達したことを示す十分な結果が得られた後に測定データを取り込み，そのデータを用いて収着等温線(例えば，0 ～約95%RH，凝縮しない範囲)を作成する．試料が潮解する場合には，平衡には達しないため，測定時間に上限を設ける．相対湿度を正確に制御し，十分に安定なベースラインを確保するために適切な温度制御が必要とされる．乾燥気体と水蒸気を飽和させた気体を流量調節器により正確に混合することなどにより，必要とされる相対湿度を調整することができる．質量の測定値に及ぼす試料粉体の静電気の影響についても考慮しなければならない．温度と相対湿度の適格性評価(例えば，検証済みの湿度計又は塩溶液，若しくは適切な湿度範囲での保証されている塩の潮解点を用いた校正)の結果は，それぞれの装置の仕様と一致する必要がある．天秤は十分な質量感度を有し，かつ長期間にわたって安定していなければならない．

質量法で検出できない場合は，容量法で水の取込み量を測定することができる．吸着の際の測定感度の向上には，微粒子化による試料の比表面積の増加，又はより多量の試料を用いることによる総面積の増大が有効である．しかしながら，粉砕による試料表面の構造変化や，非晶質化による結晶性の低下は避けなければならない．また水の取込みが比表面積に依存しない吸収の場合には，試料量を増加させることでのみ感度の向上が期待できるが，試料量の増加は，平衡状態到達までの時間を増加させることがある．正確な測定のためには，試料の脱溶媒をできる限り完全に行うことが重要である．高温や低圧(真空)での前処理は有効であるが，この処理が，試料に対して脱水や化学的分解又は昇華のような望ましくない影響を及ぼす可能性があることに，注意する必要がある．熱重量測定法において行われるように，脱着を強制するために試料を高温にする際も，同様に望ましくない影響を及ぼす危険性があるので，注意深く行わねばならない．

1.3.　データの記録と解析

収着データは，通例，相対湿度又は時間の関数として，乾燥試料の質量百分率で表したみかけの質量変化のグラフとして記録される．収着等温線は表及びグラフとして得られる．測定法とデータはトレーサブルでなければならない．

吸着－脱着ヒステリシスについては，例えば，試料の空隙率や凝集状態(毛管凝縮)，水和物の生成，多形転移，あるいは試料の液化の観点から解釈することができる．ある種の系，特に微細な多孔性構造を持つ固体や非晶質固体は，多量の水蒸気を収着できる場合がある．この場合，相対湿度を低下させながら測定した試料の水分量は，相対湿度を上昇させながら測定した

元の水分量よりも多くなる．多孔性の固体については，水蒸気の吸着－脱着ヒステリシスは毛管凝縮過程と関連した平衡現象である．これはミクロポアの曲路が極めて不規則であることと，異なる平衡条件下でミクロポアが“充満”する(吸着)，“空”になる(脱着)という現象のために起こる．水を吸収することができる非多孔性の固体については，ヒステリシスは固体の平衡状態が変化することによる水蒸気と固体間の相互作用の程度の変化に依存し，例えば高分子鎖のコンフォメーション変化や，構造上の平衡状態に達する時間スケールが水の脱着の時間スケールより長いために起こる．したがって，収着－脱着等温線を測定する際には，平衡状態に近い状態が達成されていることを確認しておくことは重要である．特に高湿度における親水性の高分子に関しては，平衡となる水の収着又は脱着値を確認することは極めて困難である．これは，試料が連続的に変化し，高分子が“過冷却液体”状態にまで可塑化しているためである．

水和物結晶が生成する場合には，水蒸気圧又は相対湿度に対する水の取込み量のプロットは特定の水蒸気圧で急激に増加し，取り込まれた水分量は，通例，固体に対する水の化学量論モル比を示すことになる．しかし，水和物結晶が相変化を起こさない場合や，無水物が非晶質であるような場合がある．それゆえに，水の収着又は脱着は，吸着過程の結果と同じように観測される．X線回折などの結晶学的分析や熱分析は，このような場合に特に有用である．

水蒸気吸着のみが主に起こるような場合には，固体の比表面積を他の方法で測定し，吸着を固体表面の単位面積当たりに吸着された水の質量として表すことは極めて有用である．この方法は，水の吸着現象が固体物性に及ぼす影響を評価する際には極めて役に立つ．例えば，取込み率が0.5％の水分では100 m^2/gの露出表面を覆うことは難しいが，1.0 m^2/gの比表面積であればこの量は100倍の表面被覆ができる．医薬品粉体は0.01 ～ 10 m^2/gの比表面積を持ち，含水率が低い際でも，有効表面への水分量はかなりの量になる場合がある．結晶領域が非晶質領域と比較してほとんど水を収着しないときには，非晶質又は部分的に非晶質である固体への水の収着量から，試料中の非晶質量が換算でき，結晶化度を評価することができる．これは非晶質領域への水の吸収が，表面積に依存せず起こるためである．

2.　水分活性の測定

2.1.　原理

水分活性(A_W)は，試料と同じ温度における飽和水蒸気圧(P_0)に対する試料の水蒸気圧(P)の比である．水分活性は，数値としては試料を含む密閉系の相対湿度の1／100に等しい．相対湿度は水蒸気分圧又は露点の直接的な測定，又は物理的若しくは電気的特性が相対湿度依存性のセンサーによる，間接的な測定によって求めることができる．活量係数を無視すれば，A_Wと平衡相対湿度(ERH)の関係は次式によって表される．

$$A_W = P / P_0$$

$$\mathrm{ERH}(\%) = A_W \times 100$$

2.2.　方法

水分活性は，固体試料に含まれる水分と周囲の空間との間の平衡状態を保つことができる小さい密封容器に入れて測定する．試験中に試料の収着状態を変化させないために，空間容積は試料体積に対して小さくなければならない．熱力学的な平衡に達するには時間を要するが，容器内を強制循環させることによって加速することができる．得られた水分活性値は同時に測定した温度においてのみ有効である．このため，精密な温度測定モジュールを装置に取り付ける必要がある．さらに，試験中の温度を一定に維持するため，水分活性測定用プローブは断熱されていなければならない．試料の上部空間で湿度を測定するセンサーは，装置の特に重要な構成要素である．理論上はあらゆるタイプの湿度計を用いることができるが，分析を目的とする場合には，小型で堅牢であることが前提条件となる．水分活性の測定は露点／冷却鏡法[1)]を用いて行うことができる．磨き上げて冷却した鏡を凝結面として用いる．冷却系は凝結鏡から反射された光が入る光電子セルと電気的に繋がっている．試験試料と平衡にある空気流束を鏡にあてながら，凝結が起こるまで鏡を冷却する．凝結が始まるときの温度が露点であり，これから平衡相対湿度が決定される．露点／冷却鏡法又は他の方法を用いた市販装置では，水分活性測定に用いるときは適合性を評価し，バリデーションと校正を行わなければならない．

水分活性測定装置は，通例，例えば25℃において表3.05－1に示したような幾つかの飽和塩溶液を用いて，適切な範囲にわたって校正される．

表3.05－1　校正の基準として使用される飽和塩溶液の25℃における平衡相対湿度と水分活性

25℃における飽和塩溶液	平衡相対湿度(%)	水分活性
硫酸カリウム(K_2SO_4)	97.3	0.973
塩化バリウム($BaCl_2$)	90.2	0.902
塩化ナトリウム(NaCl)	75.3	0.753
硝酸マグネシウム($Mg(NO_3)_2$)	52.9	0.529
塩化マグネシウム($MgCl_2$)	32.8	0.328
塩化リチウム(LiCl)	11.2	0.112

1)　AOAC International Official Method 978.18.

3.06 レーザー回折・散乱法による粒子径測定法

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

粒子径分布測定に用いられるレーザー回折法は，粒子が単色光のビームに曝された際に生じる回折パターンの解析に基づいている．歴史的には，初期のレーザー回折装置は小角散乱のみを用いていた．しかし，本法はその後，より広い角度範囲にわたるレーザー光散乱やフラウンホーファ近似及び異常回折のほか，ミー理論を適用するものにまで拡大された．

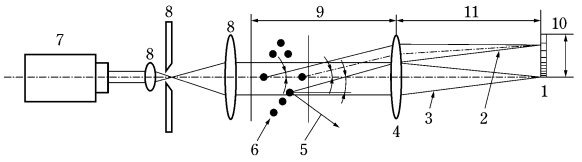
本法は一次粒子による散乱と一次粒子のクラスター，すなわち，アグロメレイト又はアグリゲイトによる散乱を区別することはできない．ほとんどの粒子状試料はアグロメレイト又はアグリゲイトを含んでおり，また，測定者は一般に一次粒子の粒子径分布に関心があるので，クラスターは，通例，測定前に一次粒子に分散される．

本法は光学モデルにおいて球形粒子を仮定しているので，非球形粒子については球相当粒子径分布が得られる．その結果，得られた粒子径分布は，ほかの物理的原理(例えば，沈降，ふるい分け)に基づく方法によって得られた分布とは異なることがある．

本法は，角度に依存した光散乱パターンの解析による種々の分散系(例えば，粉体，スプレー，エアゾール，懸濁液，乳濁液及び液中における気泡)の粒子径分布測定法について記載するものである．特定の製品の粒子径を測定するための特定の要件を取り扱うものではない．なお，本測定法はISO 13320－1 (1999)及び9276－1 (1998)に準拠したものである．

1. 装置

装置は電気的ノイズ，機械的振動，温度の変動，湿度又は直接光によって影響を受けない環境に設置される．レーザー回折装置の構成の一例を図3.06－1に示すが，他の構成の装置を用いることもできる．



1：オブスキュレーション(減衰率)検出器
2：散乱光
3：直射光
4：フーリエレンズ
5：レンズ4で集められない散乱光
6：粒子集団
7：レーザー光源
8：ビーム調整部
9：レンズ4の有効距離
10：多素子検出器
11：レンズ4の焦点距離

図3.06－1 レーザー回折装置の構成例

装置は，レーザー光源，ビーム処理用レンズ，試料測定部(又はセル)，フーリエレンズ及び散乱光パターン測定用の多素子検出器からなる．散乱光データをデコンボリューション処理により体積基準分布に変換し，関係するデータ解析及び記録用に変換するためのデータ処理機能も必要である．

粒子は二つの位置でレーザービーム中へ置くことができる．通常，粒子は集光レンズの前，かつ有効距離内にある平行ビーム中に置かれる．いわゆる逆変換フーリエ光学系の場合には，粒子は集光レンズ後方の集光ビーム中に置かれる．通常の装置における利点は，試料の合理的な光路長がレンズの有効距離内で得られることである．逆変換フーリエ型の装置では光路長はごく短いが，広角度で散乱光を測定できるので，サブミクロン領域の粒子が存在する場合には有用である．

入射光と分散された粒子群は相互に影響して，種々の角度で異なる光強度を持つ散乱パターンが生じる．直射光と散乱光からなる全角度の光強度分布は，1枚のレンズ又は複数のレンズによって多素子検出器の上に集光される．これらのレンズにより，ビーム中にある粒子の位置に依存しない散乱パターンが生じる．したがって，連続的な角度の光強度分布は，一連の検出器素子上で離散的な空間強度分布に変換される．

測定された粒子群についての散乱パターンは，ランダムな相対的位置にある個々の単一散乱粒子から得られた散乱パターンの総和に等しいと仮定する．ここで，ごく限られた角度範囲の散乱光のみが，レンズによって集光され，検出器に到達することに注意しておかねばならない．

2. 測定法の予備的検討

レーザー回折による粒子径の測定では，用いる装置及び試料の試験条件(例えば，分散媒，試料分散体の調製法)の変動が小さくなるように注意深く管理されていれば，サブミクロン領域においても再現性のあるデータを得ることができる．

レーザー回折法による粒子径測定は，これまでおおむね0.1 μm ～ 3 mmの範囲にある粒子に限られてきた．レンズや装置設計における最近の進歩によって，最新の装置ではこの範囲外にまで測定対象が広がってきている．その用途に応じて，適切なバリデーションデータの裏付けがあれば，本法を適用することができる．

2.1. サンプリング

サンプリング法は，粒子径測定に必要な試料を代表する適当量を採取するために適切な方法でなければならない．回転式縮分法や円錐四分法のような試料分割法を用いてもよい．

2.2. 分散法の評価

粒子径範囲と粒子形状を評価するために，測定対象となる試料につき，あらかじめ肉眼又は顕微鏡を用いて検査しておく．分散法は測定目的に合わせなければならない．すなわち，目的によっては，クラスターをできるだけ一次粒子に分散させる方がより好ましい場合もあれば，逆にクラスターをできるだけそのままの状態に保持しておくことが望ましい場合もある．この意味において，測定対象粒子は一次粒子又はクラスターのいずれかである．

測定法の確立に当たっては，粒子が粉砕されていないか，逆に，粒子又はクラスターの分散が十分であるかをチェックしておくことが極めて重要である．これは，通例，分散エネルギーを変化させて，粒子径分布の変化をモニターすることによって行うことができる．試料が良好に分散されていて，粒子が壊れにくい又は溶解しないときには，測定された粒子径分布の有意

な変化は認められない．さらに，晶析，粉砕の試料を調製する工程が変更された場合，本法の適用性については，例えば，顕微鏡によって比較することにより，検証しておかねばならない．

スプレー，エアゾールや液体中の気泡については，サンプリングや希釈を行うと一般に粒子径分布が変化するので，これらの濃度が適正であれば，直接，測定すべきである．

乳濁液，ペースト，粉体など，他の分散系の場合，代表試料は適切な液体に分散することで得られる．クラスターを崩して分散を安定化するために，分散剤(湿潤剤，安定剤)や機械的な力(攪拌，超音波処理)がよく用いられる．これらの液体分散系については，通例，光学セル，攪拌器と超音波発生器が付属した分散槽，ポンプ及び配管から構成される循環系が最もよく用いられる．ごく少量の試料しか用いることができない場合や特殊な分散液を用いる場合には，非循環性の攪拌セルが有用である．

機械的な力により凝集粒子を分散させる適切な乾式の粉体用分散機を用いれば，乾燥粉体をエアゾールに変えることもできる．一般に，分散機は，圧縮気体のエネルギー又は真空との圧力差により粒子をエアゾールに分散させる．分散機中，エアゾールは測定領域を通過して，通例，粒子を捕集する真空ユニットの入口へ輸送される．しかし，自由流動性がある粗大粒子又は顆粒については，重力効果により，粒子の適度な分散を確保することができる．

試料の最大粒子径が装置の測定範囲を超える場合には，大き過ぎる粒子はふるい分けによって除去できるが，この場合，除去した粒子の質量と百分率を記録しておく．しかし，ふるい分けした後の試料は，別途立証することができなければ，もとの試料を代表するものではないということに注意しておかねばならない．

2.3. 液体中での分散の最適化

粉体を分散するために用いる液体，界面活性剤及び分散剤は，以下の条件を満たしていなければならない．

(i) レーザー光の波長において透明であり，基本的に気泡や粒子を含まないこと．

(ii) 試料粒子とは異なる屈折率を有すること．

(iii) 試料粒子に対して非溶剤であること(純粋な液体又はあらかじめろ過した飽和溶液)．

(iv) 試料粒子の粒子径を変化させないこと(例えば，溶解，溶解促進又は再結晶効果による)．

(v) 安定な分散系が容易に得られること．

(vi) 装置に用いられている部品(Oーリング，ガスケット，配管など)との適合性がよいこと．

(vii) 再循環，攪拌及びろ過が可能である適切な粘性を有すること．

界面活性剤や分散剤は，粒子をぬらし，分散を安定化するために，しばしば用いられる．試料が弱酸性及び弱塩基性物質である場合，分散液をそれぞれ，低pH又は高pHに緩衝化することが適切な分散剤の選択に役立つ．

目視又は顕微鏡観察により，分散液の特性について，あらかじめ確かめておくことができる．十分に混合された貯蔵分散液から，試料を小分けすることもできる．このような貯蔵分散液は，例えば，ガラス棒，スパーテル又はボルテックスミキサーを用いて混合しながら，試料に液体を注加することによって調製する．貯蔵分散液の調製に当たっては，それから代表試料が確実に小分けできるように，また，大粒子の沈降が起こらないように注意しなければならない．したがって，試料のペーストを調製するか，又は攪拌下で均一な懸濁状態を保持しながら，速やかにサンプリングを行う．

2.4. 気体中での分散の最適化

スプレーや乾燥粉体分散系では，油，水及び粒子状物質を含まない圧縮気体を用いる．圧縮気体中からこれらの異物を除去するために，フィルター付きの乾燥機を用いることができる．真空ユニットは，その排出気体が測定を妨害しないよう測定領域から離しておかねばならない．

2.5. 濃度範囲の決定

検出器でのシグナル／ノイズ比が許容値以上となるために，分散体中の粒子濃度は最低水準以上でなければならない．同様に，多重散乱を避けるために，濃度は最高水準以下でなければならない．濃度範囲は，レーザー光のビーム幅，測定領域の光路長，粒子の光学的性質及び検出器素子の感度によって影響を受ける．

上記の因子を考慮して，いかなる試料についても，適切な濃度範囲を決定するためには，幾つかの異なった粒子濃度で測定を行わねばならない{注：装置が異なると，粒子濃度は，通例，異なるスケール及び名称で表される[例えば，オブスキュレーション(減衰率)，光学濃度，全質量に比例的な数値(proportional number of total mass)]}．

2.6. 測定時間の決定

測定時間，検出器の読取り時間及び頻度は，必要とされる測定精度に従って実験的に決定される．一般には，1回の測定時間内に，短い時間間隔で多数回の検出器のスキャン又は走査が行われる．

2.7. 適正な光学モデルの選択

時にはほかの近似理論が散乱マトリックスの計算に適用されることもあるが，ほとんどの装置ではフラウンホーファ又はミーの理論を用いている．理論モデルの選択は，測定用途や試料に関する種々の仮定(粒子径，吸光度，屈折率，表面粗度，結晶の配向性，混合物か否かなど)に依存する．屈折率の値(使用した波長に関する実数部と虚数部)が正確に判明していない場合には，フラウンホーファ近似や屈折率の実際的な推定値を用いたミー理論を用いることができる．前者は，単純でかつ屈折率の値を用いる必要がないという利点を持っている．これに対して後者は，通例，小さい粒子については偏りの少ない粒子径分布が得られる．例えば，かなりの量の透明な小粒子を含む試料についてフラウンホーファ・モデルを用いるときには，小粒子の量が実際よりも多く見積もられることになる．複素屈折率の実数部と虚数部に関して仮定された値の僅かな違いが，測定された粒子径分布に有意な差異を生じることもあるので，追跡可能な結果を得るためには，用いた屈折率の値を記録しておかねばならない．屈折率の虚数部の小さい値(約0.01 ～ 0.1i)は，粒子の表面粗度による吸光度を補正するのによく用いられる．一般に，構造(例えば，形状，表面粗度，空隙率)と同様に，試料の光学的性質は最終結果に影響することに注意しておかねばならない．

2.8. バリデーション

機器分析において，通常，ある操作手順の妥当性は，その特異性，直線性，範囲，真度，精度及び頑健性を評価することにより検証される．レーザー回折による粒子径解析においては，

試料中へ混入した異物を識別することはできないし，顕微鏡法による補完的な裏付けがなければ，分散粒子とそれらのアグロメレイトを識別することもできないので，分析法バリデーションにおいて定義されるような意味での特異性は適用できない．濃度と反応強度の間の線形関係又は内挿のための数学的モデルを探ることは，粒子径解析には適用できない．線形性を評価するよりも，測定結果が有意に変化しない濃度範囲を定義することの方が，この方法ではむしろ必要である．その範囲を超える濃度では多重散乱による誤差を生じるのに対して，その範囲を下回る濃度では低いシグナル／ノイズ比による誤差を生じる．この範囲は，ほとんどの場合，装置のハードウエアに依存する．測定の精度は，繰返し測定によって評価されるのに対して，真度は，装置の適切な適合性評価や顕微鏡法との比較によって確認すべきである．

要求される精度は，測定目的に依存するのに対して，本法で実際に達成できる精度は，主として試料特性(粉砕の有無，硬いか壊れやすいか，粒子径分布幅など)に依存する．試料の調製法が異なった場合の精度は，物質によってかなり変化する可能性があるので，ここでは，強制力のある形で限度値を設定することはできない．しかし，分布の中央値(例えば，x_{50})について，相対標準偏差RSD(%)≦10%[n=6]のような，精度に関する許容基準を定めるようにするとよい．分布の両側における値(例えば，x_{10}及びx_{90})について，RSD≦15%[n=6]のように許容基準がより緩和される．10 μm未満の粒子では，これらの値は2倍とする必要がある．分散媒や分散力の選択と最適化に際して，頑健性を試験しておくのもよい．分散エネルギーの変化は粒子径分布の変化によってモニターしてもよい．

3. 測定

試料を適切な液体又は気体中に適正な濃度で分散させ，単色光(通例，レーザー光)ビームを通過させる．粒子によって種々の角度に散乱された光は，多素子検出器で測定される．散乱パターンは数値化され，解析のために記録される．これらの数値はその後，適切な光学モデルと数学的手法を用いて，離散的な粒子径区分ごとの体積分率を得るために変換され，体積基準の粒子径分布が得られる．

3.1. 測定前の注意事項

(i) レーザーの直接光及び反射光を絶対に直視してはならない．

(ii) 溶媒の引火又は粉塵爆発を防ぐために，全ての装置部品は接地しておくこと．

(iii) 装置の設定状況(例えば，暖機運転，所要測定範囲とレンズ，レンズの有効距離，検出器の位置，直射日光が当たっていないこと)を点検すること．

(iv) 湿式分散の場合には，気泡，液体の蒸発，分散液中のシュリーレン(schlieren)や他の不均一な状態を避けること．同様に，乾式分散の場合には粒子分散機からの不適切なマスフロー(mass-flow)や乱流を避けること．このような影響は誤った粒子径分布を与える原因となる．

3.2. 分散試料の光散乱の測定

装置の光学系の焦点及び軸調整を適切に行った後，試料測定の際と同じ方法を用いて，粒子を含まない分散媒について空試験を行わねばならない．バックグラウンド信号は，適正な閾値以下でなければならない．検出器のデータは，試料について得られたデータから後でそれらを差し引くために保存される．分散試料は確立された測定法に従って測定される．

各検出器素子については，信号の平均値を計算し，場合によっては標準偏差も求める．各検出器素子からの信号の大きさは，検出面積，光強度及び量子効率に依存する．レンズの焦点距離と共に，検出器素子の座標(大きさと位置)により各素子の散乱角範囲が決まる．大多数の装置では散乱しない中心部のレーザービーム強度も測定している．空試験時の強度に対する分散試料の強度比は散乱光の割合，すなわち，粒子濃度を示す．

3.3. 散乱パターンの粒子径分布への変換

このデコンボリューションのステップは，ある粒子径分布に関する散乱パターンの計算の逆である．ほとんどのアルゴリズムは球形粒子による散乱について数学的解析を行っているので，粒子を球形と仮定することは，特に重要である．さらに，測定されたデータは，常に幾らかのランダム誤差と系統誤差を含んでおり，これらが粒子径分布の信頼性を低下させることがある．このため，市販装置において利用できる幾つかの数学的手法が開発されている．これらの手法は，散乱パターンの測定値と計算値の間の加重偏差(例えば，最小二乗法)，幾つかの制約条件(例えば，粒子量は負とならないこと)，粒子径分布曲線の平滑化のいずれか又は全てを含んでいる．

用いたアルゴリズムは装置のメーカーや機種ごとに特有のものである．装置間でアルゴリズムが異なると，計算された粒子径分布に差異を生じることがある．

3.4. 繰返し回数

必要な繰返し測定回数は，個々の試料調製ごとに要求される測定精度に依存する．ある物質について，特異的な測定法がある場合，この繰返し回数を定めておくことが推奨される．

4. 結果の記録

粒子径分布のデータは，通例，ふるい下積算分布及び／又は体積基準積算密度分布として記録する．粒子径を表すのに記号xを用い，粒子径は体積相当球の直径として定義する．$Q_3(x)$は粒子径xにおけるふるい下体積分率を表す．図示する場合には，xを横軸に，従属変数である$Q_3(x)$を縦軸にしてプロットする．最も一般的な特性値は，粒子径分布曲線から内挿によって計算される．繁用されているものは，積算ふるい下値で10%，50%及び90%における粒子径(それぞれ，x_{10}，x_{50}及びx_{90}として表示)である．x_{50}はメジアン径として知られている．記号dも粒子径を表すのに広く用いられているので，xの代わりにdを用いてもよい．

さらに，試料，試料の調製法，分散条件，セルの種類に関する十分な情報も記録しておかねばならない．測定結果は，装置，データ解析用プログラム，用いた光学モデルに依存するので，これらの詳細についても示しておかねばならない．

5. 装置の性能管理

装置と試料に応じて，装置の性能評価を適切な頻度で行う．

5.1. 校正

レーザー回折システムは理想化された粒子特性を仮定してはいるものの，レーザー光散乱の基本的原理に基づいている．したがって，厳密な意味での校正は必要ではない．しかし，それでも装置が正しく稼動していることを確認しておくことは必要である．これは，工業的に広く用いられ，認証されている標準物質を用いることによって行うことができる．これにより，試料の採取と分散，測定領域への輸送，測定及びデコンボリューション処理を含めて，全体の測定手順をチェックすることがで

きる．また，全体の操作手順が十分に記述されていなければならない．

認証された標準物質としては，粒子径分布が既知の球形粒子であることが望ましい．認証された標準物質の粒子径は，絶対的な方法により，質量基準粒子径分布として保証されていなければならない．また，可能ならば，合意された詳細な操作手順に従って用いられねばならない．ミー理論をデータ解析に用いる場合は，粒子の複素屈折率の実数部と虚数部が示されていなければならない．粒子密度が全ての粒子径区分について同一であれば，体積基準粒子径分布は，質量基準粒子径分布と同一の表示となる．

標準物質について，少なくとも3回の繰返し測定から得られたx_{50}の平均値をその保証値と比較するとき，保証範囲からの逸脱が3%以下であれば，レーザー回折装置は適切に稼動しているものとみなす．また，x_{10}とx_{90}に関する平均値は，保証範囲からの逸脱が5%を超えないものとする．なお，10 μm未満の粒子については，これらの値はいずれも2倍とする必要がある．

標準物質としては，球形粒子を用いることが望ましいが，非球形粒子を用いてもよい．これらの粒子は，認証値を有するか，又は合意された詳細な操作手順に従ってレーザー回折法から得られた代表値を有することが望ましい．レーザー回折法以外の方法で得られた参照値(粒子径)と比較するとき，かなりのずれが生じることがある．このずれは，粒子径測定法の測定原理が異なると，同じ非球形粒子であっても球相当径(sphere-equivalent diameters)が異なることに起因する．

認証された標準物質を用いることが望ましいが，物理的性質が明確に規定された他の標準物質を用いてもよい．これらは，高品位で一定の組成と粒子径分布を有する物質であり，それらの粒子径分布は経時的な変化がないことが証明されている．測定結果は，標準物質についてあらかじめ測定されたデータと同一の精度で一致しなければならない．

5.2. システムの適合性評価

装置の校正に加えて，装置の性能評価を定期的に又はできるだけ頻繁に実施しなければならない．この性能評価は，前項で述べた適切な標準物質を用いて行うこと．

システムの適合性評価は，装置，電子工学系，ソフトウェア及び解析操作が，一体化したシステムを構成していることから，システムとして評価する必要がある．このため，試料の採取，分散，測定領域への試料の輸送，測定とデコンボリューション手順を含めて，操作手順の全体が検証されることになる．したがって，全体の操作手順が十分に記述されていることが極めて重要である．

医薬品各条中に別に規定されるもののほか，標準物質のx_{50}につき，保証範囲からの逸脱が10%以内であれば，レーザー回折装置は正常に稼動しているものとみなす．また，分布の両側における値(例えば，x_{10}及びx_{90})についても評価する場合には，これらの値の保証範囲からの逸脱は，15%を超えてはならない．ただし，10 μm未満の粒子については，これらの値は，2倍として考える．なお，装置の校正については，「5.1.校正」においてより厳密な条件が定められている．

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．
三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

エンドトキシン試験法は，カブトガニ(*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変化を指標とする光学的定量法がある．光学的定量法には，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，ゲル化法の限度試験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．

1. 器具

試験に用いる全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．

2. 溶液の調製

2.1. 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標準品をエンドトキシン試験用水で溶解して調製する．エンドトキシン標準品の力価は，世界保健機関のエンドトキシン国際標準品を基準として標定される．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．

2.2. 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．

2.3. 試料溶液の調製

別に規定するもののほか，被検試料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．試料により，エンドトキシン試験用水以外の水溶液で溶解又は希釈してもよい．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の調整には，酸，塩基，又は適当な緩衝液を用いることができる．酸及び塩基は，高濃度の原液又は固体から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．緩衝液は，エンドトキシンが検出されないこと，及び反応干渉因子を含まないことが保証されたものでなければならない．

3. 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
＝(エンドトキシン規格値 × 試料溶液の濃度)／λ

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．なお，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回に投与される注射剤の最大量である．ただし，注射剤が頻回又は持続的に投与される場合は，Mは1時間以内に投与される注射剤の最大総量とする．

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．

4. 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，「4.1.予備試験」として「4.1.1.ライセート試薬の表示感度確認試験」及び「4.1.2.反応干渉因子試験」を行う．

4.1. 予備試験

4.1.1. 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±1℃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全て陰性を示すとき，試験は有効である．試験が有効でないときは，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4回の試験の幾何平均エンドポイント濃度を求める．

幾何平均エンドポイント濃度＝antilog (Σe／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 ～ 2λ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と判定し，以下の試験にはその表示感度を用いる．

4.1.2. 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，A，B，C及びD液を調製し，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，4.1.1.に従う．

B液及びC液の幾何平均エンドポイント濃度は，4.1.1.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．

A及びD液の試験結果が全て陰性で，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液の試験結果において幾何平均エンドポイント濃度が0.5 ～ 2λ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．より高感度のライセート試薬を用いることにより，被検試料の最大有効希釈倍数をより大きくすることができる．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，適切な処理(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．ただし，処理によりエンドトキシンが損失しないことを保証するために，エンドトキシンを添加した試料溶液に当該の処理を施すことにより，上記の試験に適合する結果が得られることを確認する．

表4.01－1

液	エンドトキシン濃度／被添加液	希釈液	希釈倍数	エンドトキシン濃度	試験の回数
A[*1]	0／試料溶液	－	－	－	4
B[*2]	2λ／試料溶液	試料溶液	1 2 4 8	2λ 1λ 0.5λ 0.25λ	4
C[*3]	2λ／エンドトキシン試験用水	エンドトキシン試験用水	1 2 4 8	2λ 1λ 0.5λ 0.25λ	2
D[*4]	0／エンドトキシン試験用水	－	－	－	2

[*1] 陰性対照．試料溶液のみ．
[*2] 反応干渉因子試験のための，標準エンドトキシンを添加した試料溶液．
[*3] ライセート試薬の表示感度確認のためのエンドトキシン標準溶液．
[*4] 陰性対照．エンドトキシン試験用水のみ．

4.2. 限度試験法

本法は，被検試料が各条に規定されたエンドトキシン規格を超えるエンドトキシンを含むか否かを，ライセート試薬の表示感度に基づいてゲル化反応により判定する方法である．

4.2.1. 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，4.1.2.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，4.1.1.に準じる．

表4.01－2

液	エンドトキシン濃度／被添加液	試験の回数
A[*1]	0／試料溶液	2
B[*2]	2λ／試料溶液	2
C[*3]	2λ／エンドトキシン試験用水	2
D[*4]	0／エンドトキシン試験用水	2

[*1] 限度試験のための試料溶液．最大有効希釈倍数を超えない範囲で希釈することができる．
[*2] 陽性対照．A液と同倍数で希釈された試料溶液で，終濃度2λとなるように標準エンドトキシンを添加したもの．
[*3] 陽性対照．濃度2λのエンドトキシン標準溶液．
[*4] 陰性対照．エンドトキシン試験用水のみ．

4.2.2. 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試験に適合とし，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回の試験を繰り返し行う．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試験に適合とする．両方又は一方が陽性の場合は不適とする．

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，最大有効希釈倍数又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．

4.3. 定量試験法

本法は，被検試料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り測定する方法である．

4.3.1. 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，4.1.2.に適合する溶液を用いる．

試験の操作条件は4.1.1.に準じる．

表4.01－3

液	エンドトキシン濃度／被添加液	希釈液	希釈倍数	エンドトキシン濃度	試験の回数
A[*1]	0／試料溶液	エンドトキシン試験用水	1 2 4 8	－ － － －	2
B[*2]	2λ／試料溶液	－	1	2λ	2
C[*3]	2λ／エンドトキシン試験用水	エンドトキシン試験用水	1 2 4 8	2λ 1λ 0.5λ 0.25λ	2
D[*4]	0／エンドトキシン試験用水	－	－	－	2

[*1] 定量試験のための試料溶液．段階希釈倍数は，最大有効希釈倍数を超えない範囲で適宜変更することができる．
[*2] 陽性対照．A液の最小希釈倍数と同倍数で希釈された試料溶液に，終濃度2λとなるように標準エンドトキシンを添加したもの．
[*3] ライセート試薬の表示感度確認のためのエンドトキシン標準溶液．
[*4] 陰性対照．エンドトキシン試験用水のみ．

4.3.2. エンドトキシン濃度の算出及び判定

2回の試験のいずれの結果においても，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 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試料溶液のエンドトキシン濃度とする．

A液の希釈系列の中に陽性を示すものがないとき，試料溶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液の希釈系列の全てが陽性のとき，試料溶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．

試料溶液のエンドトキシン濃度から，被検試料のエンドトキシン濃度(EU/mL，EU/mg，EU/mEq又はEU/単位)を算出する．

2回の試験により被検試料について求めた二つのエンドトキシン濃度(EU/mL，EU/mg，EU/mEq又はEU/単位)のいずれもが，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とする．

5. 光学的定量法

5.1. 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，被検試料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±1℃で行い，濁度は吸光度又は透過率で示される．

5.2. 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±1℃で行う．

5.3. 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，「5.3.1.検量線の信頼性確認試験」及び「5.3.2.反応干渉因子試験」を行う．

5.3.1. 検量線の信頼性確認試験

ライセート試薬は各ロットにつき，使用する前にその検量線の信頼性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．

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内で，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，その絶対値｜r｜が0.980以上であるとき，検量線の信頼性は確認されたと判定する．

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．

5.3.2. 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．

表4.01－4

液	エンドトキシン濃度	被添加液	試験管又はウエルの数
A[*1]	0	試料溶液	2以上
B[*2]	検量線の中点濃度[*2]	試料溶液	2以上
C[*3]	3濃度以上	エンドトキシン試験用水	各濃度，2以上
D[*4]	0	エンドトキシン試験用水	2以上

[*1] 試料溶液のみ(試料溶液のエンドトキシン濃度測定用)．最大有効希釈倍数を超えない範囲で希釈することができる．
[*2] A液と同倍数で希釈された試料溶液で，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標準エンドトキシンを添加したもの．
[*3] 5.3.1.で用いた各種濃度のエンドトキシン標準溶液(検量線作成用)．
[*4] 陰性対照．エンドトキシン試験用水のみ．

本試験は次の二つの条件に適合するとき，有効である．

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. 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し，反応干渉因子試験に適合とする．

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，適切な処理(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．ただし，処理によりエンドトキシンが損失しないことを保証するために，エンドトキシンを添加した試料溶液に当該の処理を施すことにより，上記の試験に適合する結果が得られることを確認する．

5.4. 定量

5.4.1. 操作法

表4.01－4に示すA，B，C及びD液を調製し，5.3.2.に準じて操作する．

5.4.2. 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液の平均エンドトキシン濃度を算出する．

本試験は次の全ての条件に適合するとき，有効である．

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．

5.4.3. 判定

A液の平均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とする．

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．

1. 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．

1.1. 試験菌

医薬品各条に規定する試験菌を用いる．

1.2. 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．

1.3. 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．

1.4. 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，試験菌の性状などの確認は必要に応じて実施する．

(i) 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で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．

(ii) 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．

(iii) 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．

1.5. 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．

1.6. 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で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．

1.7. 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．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置き，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．

1.8. 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．

1.9. 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．

1.10. 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全て等量ずつ入れる．各円筒カンテン平板を32 ～ 37℃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．

1.11. 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×高濃度標準溶液1 mL中の力価
×高濃度試料溶液の希釈倍率

$$\log A = \frac{IV}{W}$$

I＝log (S_Hの力価／S_L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．

2. 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．

2.1. 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．

2.2. 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全て等量ずつ入れる．各穿孔カンテン平板を32 ～ 37℃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．

3. 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．

3.1. 試験菌

医薬品各条に規定する試験菌を用いる．

3.2. 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．

3.3. 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．

3.4. 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，試験菌の性状など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．

3.5. 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．

3.6. 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．

3.7. 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．

3.8. 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．

$$L=\frac{3a+2b+c-e}{5}$$

$$H=\frac{3e+2d+c-a}{5}$$

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，タンパク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．

1.1. 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．

1.1.1. 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．

1.1.2. 基質溶液の調製

でんぷん消化力試験用バ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．

1.1.3. 操作法

基質溶液10 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，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)．

$$\text{でんぷん糖化力(単位/g)} = \text{ブドウ糖の量(mg)} \times \frac{1}{10} \times \frac{1}{M}$$

$$\text{ブドウ糖の量(mg)} = (b - a) \times 1.6$$

M：試料溶液1 mL中の試料の量(g)

1.2. 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分間にバ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．

1.2.1. 試料溶液の調製

操作法により試験するとき，でんぷ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でんぷん糊精化力単位/mLである．必要ならばろ過する．

1.2.2. 基質溶液の調製

でんぷん糖化力測定法に準じて調製する．

1.2.3. 操作法

基質溶液10 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，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．

$$\text{でんぷん糊精化力(単位/g)} = \frac{A_B - A_T}{A_B} \times \frac{1}{M}$$

M：試料溶液1 mL中の試料の量(g)

1.3. でんぷん液化力測定法

でんぷん液化力は，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でんぷん液化力単位とする．

1.3.1. 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でんぷん液化力単位/mLである．

1.3.2. 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℃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．

1.3.3. 50%ショ糖標準液の調製

白糖50.0 gを水50.0 mLに溶かす．

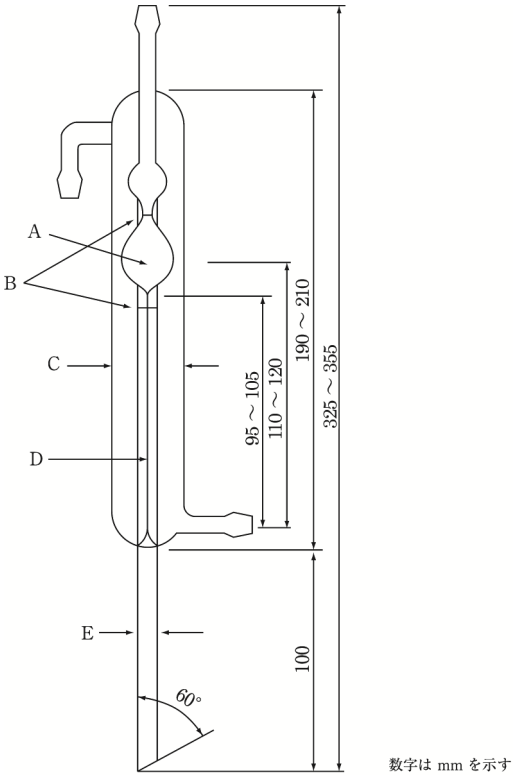
1.3.4. 操作法

50%ショ糖標準液50 mLを100 mLの三角フラスコに入れ，37±0.5℃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_1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±0.5℃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．測定のつど，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×t_1)に対応するT_1及びT_2を求める．

$$\text{でんぷん液化力(単位/g)}=\frac{60}{T_1-T_2}\times\frac{1.5}{M}$$

M：試料溶液1 mL中の試料の量(g)



数字は mm を示す

A：球容量5 mL
B：標線
C：外径30 mm
D：毛細管内径1.25 ～ 1.30 mm
E：外径8 mm

図4.03−1

2. タンパク消化力試験法

タンパク消化力は，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分間にチロシン1 μg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タンパク消化力単位とする．

2.1. 試料溶液の調製

操作法により試験するとき，非タンパク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タンパク消化力単位/mLである．

2.2. チロシン検量線

消化力試験用チロシン標準品を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中のチロシン量(μg)をとり，検量線を作成する．吸光度差1に対するチロシン量(μg)を求める．

2.3. 基質溶液の調製

(i) 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．

(ii) 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．

2.4. 沈殿試液の調製

(i) 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．

(ii) 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．

2.5. 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．

タンパク消化力(単位/g)

$$=(A_T - A_B) \times F \times \frac{11}{2} \times \frac{1}{10} \times \frac{1}{M}$$

M: 試料溶液1 mL中の試料の量(g)

F: チロシン検量線より求めた吸光度差が1のときのチロシン量(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．

3.1.　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．

3.2.　基質溶液の調製

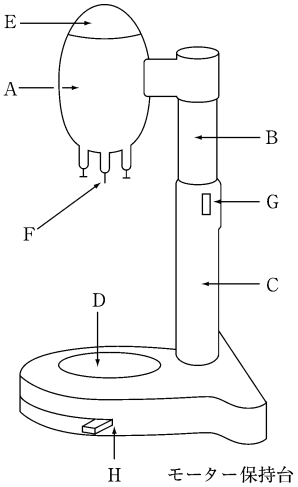
乳化液／オリブ油混液(3：1) 200 ～ 300 mLを乳化器(図4.03－2)の容器に入れ，10℃以下に冷却しながら，毎分12000 ～ 16000回転で10分間乳化する．この溶液は乳化後1時間冷所に放置し，油層の分離しないことを確認した後に使用する．

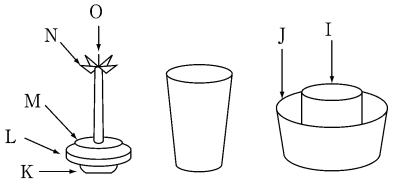
3.3.　乳化液の調製

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．

3.4.　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





A：モーター箱
B：内柱
C：外柱
D：冷却槽取付板
E：モーター頭部
F：モーター軸
G：モーター上下レバー
H：回転調節レバー
I：コップ保持器
J：冷却槽
K：ツマミ
L：コップの蓋
M：吹上げ止め
N：刃
O：ねじ

図4.03－2　乳化器

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).

$$\text{脂肪消化力(単位/g)} = 50 \times (a - b) \times \frac{1}{20} \times \frac{1}{M}$$

M: 試料溶液1 mL中の試料の量(g)

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．

1. 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．

2. 装置及び器具

(ⅰ) 温度計：測定精度±0.1℃以内の直腸体温計又は体温測定装置を用いる．

(ⅱ) 注射筒及び注射針：発熱性物質除去処理として，通例250℃で30分間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．

3. 操作法

3.1. 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．

3.2. 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かせ固定器に固定する．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℃を超える差がある動物，又は対照体温が39.8℃を超える動物は試験に用いない．

試料は37±2℃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℃とする．

4. 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℃以下のとき発熱性物質陰性，2.5℃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℃と2.5℃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℃以下のとき発熱性物質陰性，4.2℃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℃と4.2℃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℃未満のとき発熱性物質陰性，5.0℃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

微生物限度試験法には生菌数試験及び特定微生物試験が含まれる．原料又は製品の任意の異なる数箇所(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．

Ⅰ． 非無菌製品の微生物学的試験：生菌数試験

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

本試験は，好気的条件下で発育可能な中温性の細菌及び真菌を定量的に測定する方法である．

本試験は，原料や製剤が既定の微生物学的品質規格に適合するか否かを判定することを主目的としたものである．採取試料数も含めて指示どおりに試験を実施し，結果を判定する．

有効成分として生菌を含む製品には，本試験を適用しない．

本試験法との同等性が示されている場合は，自動化法を含む別の微生物学的方法を用いてもよい．

1. 基本手順

生菌数測定は，被験製品への外部からの微生物汚染を回避するように設計された条件下で行う．汚染を回避するための予防措置は，試験で検出しようとしているいかなる微生物に対しても影響を与えてはならない．

被験製品が抗菌活性を有する場合は，この抗菌活性を可能な限り除去又は中和する．この目的のために不活化剤を用いる場合は，その有効性と微生物に対する毒性がないことを確認する．

試料の調製に界面活性剤を使用する場合は，微生物に対する毒性がないこと，及び用いる不活化剤との間に相互作用がないことを確認する．

2. 生菌数測定法

通常はメンブランフィルター法又はカンテン平板法を用いる．最確数(MPN)法は概して精度に欠ける菌数測定法ではあるが，バイオバーデン(汚染菌数)が非常に少ない製品群に対しては最適な方法となることもある．

製品の特性や要求される微生物限度値などに基づいて測定法を選択するが，選択した測定法は，規格に適合していることを判断するのに十分な試料量を試験できるものでなければならない．また，選択した方法の適合性を確認する．

3. 培地性能，測定法の適合性及び陰性対照

被験製品存在下における微生物検出能力を確認する．

また，試験結果に影響を及ぼすような試験法の変更や製品の処方変更があった場合には，再度，適合性を確認する．

3.1. 試験菌の調製

試験菌は標準化された安定な懸濁液を使用するか，又は次に示す手順で調製する．

なお，試験に用いる微生物は，最初のマスターシードロットからの継代数5回を超えないように，シードロット培養管理手法(シードロットシステム)を用いて管理する．細菌及び真菌の各試験菌について，表4.05－Ⅰ－1に示す条件でそれぞれ個別に培養する．

表4.05－Ⅰ－1 試験菌の調製と使用法

微生物	試験菌の調製	培地性能		製品存在下での生菌数測定法の適合性	
		総好気性微生物数	総真菌数	総好気性微生物数	総真菌数
Staphylococcus aureus 例えば，ATCC 6538，NCIMB 9518，CIP 4.83 又は NBRC 13276	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 30 ～ 35℃ 18 ～ 24時間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦3日間		ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地／MPNソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦3日間	
Pseudomonas aeruginosa 例えば，ATCC 9027，NCIMB 8626，CIP 82.118 又は NBRC 13275	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 30 ～ 35℃ 18 ～ 24時間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦3日間		ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地／MPNソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦3日間	

微生物	試験菌の調製	培地性能		製品存在下での生菌数測定法の適合性	
		総好気性微生物数	総真菌数	総好気性微生物数	総真菌数
Bacillus subtilis 例えば，ATCC 6633，NCIMB 8054，CIP 52.62 又は NBRC 3134	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 30 ～ 35℃ 18 ～ 24時間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦3日間		ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地／MPNソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦3日間	
Candida albicans 例えば，ATCC 10231，NCPF 3179，IP 48.72 又は NBRC 1594	サブロー・ブドウ糖カンテン培地又はサブロー・ブドウ糖液体培地 20 ～ 25℃ 2 ～ 3日間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5日間	サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20 ～ 25℃ ≦5日間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5日間 MPN：適用せず	サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20 ～ 25℃ ≦5日間
Aspergillus brasiliensis 例えば，ATCC 16404，IMI 149007，IP 1431.83 又は NBRC 9455	サブロー・ブドウ糖カンテン培地又はポテト・デキストロースカンテン培地 20 ～ 25℃ 5 ～ 7日間，又は良好な胞子形成が認められるまで	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5日間	サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20 ～ 25℃ ≦5日間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5日間 MPN：適用せず	サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20 ～ 25℃ ≦5日間

試験菌懸濁液の調製には，pH 7.0のペプトン食塩緩衝液又はpH 7.2のリン酸緩衝液を用いる．*Aspergillus brasiliensis*の胞子を懸濁させるために，緩衝液にポリソルベート80を0.05%加えてもよい．懸濁液は2時間以内，又は2 ～ 8℃に保存する場合は24時間以内に用いる．*Aspergillus brasiliensis*又は*Bacillus subtilis*の栄養型細胞の新鮮懸濁液を調製して希釈する代わりに，胞子懸濁液又は芽胞懸濁液を調製し，接種菌液として使用できる．それぞれの懸濁液は，保証された期間内は2 ～ 8℃で保存できる．

3.2. 陰性対照

試験状態を確認するために，試料液の代わりに使用した希釈液を用いて陰性対照試験を実施する．微生物の発育があってはならない．微生物の発育が認められた場合には，原因調査が必要である．また，陰性対照試験は「4.製品の試験」に記載の製品の試験においても実施する．

3.3. 培地性能

市販生培地についてはバッチごとに試験する．また，乾燥粉末培地又は各成分より調製した培地については，調製バッチごとに試験する．

表4.05－Ⅰ－1に示す微生物の少数(100 CFU以下)をソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の一部，ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地及びサブロー・ブドウ糖カンテン培地の平板に接種する．菌株ごとに別個の液体培地の一部又は平板を用い，表4.05－Ⅰ－1に示した条件でそれぞれ培養する．

カンテン培地では，接種菌の出現集落数は標準化された菌液の計測値の1／2から2倍以内でなければならない．新鮮培養菌を用いて試験する場合は，有効性が確認された培地バッチで以前に得られた発育と同等の発育を示さなければならない．

液体培地では，有効性が確認された培地バッチで以前に得られた発育と同等の発育が認められなければならない．

3.4. 製品存在下での測定法の適合性

3.4.1. 試料の調製

試料の調製法は，被験製品の物理学的特性に依存する．以下に記載したいずれの方法も満足できるものでない場合は，別な方法を確立する．

(ⅰ) 水溶性製品：被験製品を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ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地で溶解又は希釈する(通常は10倍希釈液を調製する)．必要ならば，pH 6 ～ 8に調整する．さらなる希釈が必要な場合は同じ希釈液で調製する．

(ⅱ) 水に不溶の非脂質製品：被験製品を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ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に懸濁させる(通常は10倍希釈液を調製する)．分散しやすくするために，例えばポリソルベート80(濃度：1 g/L)のような界面活性剤を加えることができる．必要ならば，pH 6 ～ 8に調整する．さらなる希釈が必要な場合は同じ希釈液で調製する．

(ⅲ) 脂質製品：被験製品をろ過滅菌したミリスチン酸イソプロピルに溶解するか，又は，必要ならば40℃以下(例外的な場合でも45℃以下)に加温した最少必要量のポリソルベート80又は他の非阻害性の界面活性剤を用いて混合する．必要ならば水浴中で温度を保ちながら注意深く混和する．選定した希釈液をあらかじめ加温して加え，被験製品の10倍希釈液を調製する．乳化に必要な最短の時間で温度を保ちながら注意深く混和する．適切な濃度のポリソルベート80，又は他の非阻害性の界面活性剤を含む同じ希釈液を用いて，更に10倍段階希釈系列を調製してもよい．

(ⅳ) エアゾール状の液体又は固体：製品を無菌的にメンブランフィルター装置内又はさらなる試料採取のために滅菌容器内に移す．各被験容器から，全量あるいは定量噴霧の一定量のいずれかを用いる．

(ⅴ) 経皮吸収パッチ：経皮吸収パッチの保護被覆(“剝離ライナー”)を取り除き，粘着面を上向きにして滅菌ガラス又は滅菌プラスチックトレーの上に置く．パッチ同士が付着するのを防ぐために，滅菌した多孔性物質(例えば滅菌ガーゼ)で粘着面を覆う．ポリソルベート80及び／又はレシチンなどの不活化剤を含む適当量の選定した希釈液にパッチを移し，少なくとも30分間激しく振とうする．

3.4.2. 接種及び希釈

100 CFU以下の接種菌を得るのに十分な量の試験菌懸濁液を3.4.1.で調製した試料液及び対照(試料を含まない)に加える．接種する試験菌懸濁液の量は，試料液量の1%を超えてはならない．

製品からの許容可能な微生物回収結果を得るために，最も低い希釈率の試料液を用いて試験する．抗菌活性又は低溶解度のために，最も低い希釈率の試験法を使えない場合は，更に適切な試験手順を確立する．

試料による発育阻止が避けられない場合には，中和，希釈又はろ過の後に試験菌懸濁液を加えてもよい．

3.4.3. 抗菌活性の中和／除去

3.4.2.及び3.4.4.に示した手順に従って試験を行い，試料液から回収された菌数と，対照から回収された菌数とを比較する．

発育が阻害される場合(試料液からの回収菌数が，対照からの回収菌数の1／2未満の場合)は，正しい結果を得るために，生菌数測定の方法を変更する．方法の変更には，例えば(1)希釈液又は培地の増量，(2)特異的又は一般的な中和剤の希釈液への添加，(3)膜ろ過，又は(4)上記の手段の組合せが含まれる．中和剤：抗菌剤の活性を中和するため，中和剤を用いることができる(表4.05－Ⅰ－2)．中和剤は，選定した希釈液又は培地に，可能な限り滅菌前に添加する．中和剤を用いた場合は，その有効性と微生物に対する毒性がないことを，製品を含まずに中和剤のみを加えたブランク試験で確認する．

適切な中和法が確立できない場合には，その製品の持つ殺菌活性のために，接種菌が分離できないとみなす．したがって，その製品が接種菌と同種の菌やその近縁種によって汚染されている可能性は低いと考える．しかし，その製品がこれらの微生物の一部を阻害するだけで，試験菌株以外の菌株は阻害しない可能性もあるので，微生物の発育とその許容基準に見合った最も低い濃度で試験を行う．

表4.05－Ⅰ－2 阻害物質に対する一般的な中和剤／中和法

阻害物質	中和剤／中和法
グルタルアルデヒド，水銀剤	亜硫酸水素ナトリウム(重亜硫酸ナトリウム)
フェノール類，アルコール，アルデヒド類，ソルビン酸塩	希釈
アルデヒド類	グリシン
四級アンモニウム化合物，パラオキシ安息香酸エステル類，ビスービグアニド類	レシチン
四級アンモニウム化合物，パラオキシ安息香酸エステル類，ヨウ素	ポリソルベート
水銀剤	チオグリコール酸塩
水銀剤，ハロゲン類，アルデヒド類	チオ硫酸塩
エデト酸塩(EDTA)	マグネシウム又はカルシウムイオン

3.4.4. 製品存在下での微生物回収

表4.05－Ⅰ－1に記載されている微生物ごとに個別に試験する．添加した微生物のみを対象に測定する．

3.4.4.1. メンブランフィルター法

メンブランフィルターは，孔径0.45 μm以下のものを使用する．フィルターの材質は，被験試料の成分によって細菌捕集能力が影響されないように注意して選択する．表4.05－Ⅰ－1の微生物ごとに1枚のメンブランフィルターを用いる．

3.4.1. ～ 3.4.3.の記載どおりに調製した試料の適量(可能であれば製品の1 g相当量，又は多数の集落の形成が予測される場合はそれ以下)をメンブランフィルターに移して直ちにろ過し，適量の希釈液でメンブランフィルターを洗浄する．

メンブランフィルターを，総好気性微生物数(total aerobic microbial count；TAMC)測定用としてソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の表面に，総真菌数(total combined yeasts／moulds count；TYMC)測定用としてサブロー・ブドウ糖カンテン培地の表面に移す．表4.05－Ⅰ－1に示した条件で平板を培養後，集落数を測定する．

3.4.4.2. カンテン平板法

カンテン平板法は，各培地に対して少なくとも2枚の平板を用いて実施し，結果はそれぞれの平板の測定菌数の平均値を用いる．

(ⅰ) カンテン平板混釈法：直径9 cmのペトリ皿を使用する場合，3.4.1. ～ 3.4.3.の記載どおりに調製した試料を1 mL分注する．これにあらかじめ45℃以下に保温した15 ～ 20 mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はサブロー・ブドウ糖カンテン培地で混和する．より大きなペトリ皿を用いる場合は，それに応じてカンテン培地量を増加する．表4.05－Ⅰ－1に挙げた微生物ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用いる．

表4.05－Ⅰ－1に示した条件で平板培地を培養する．培地ごとに菌数の算術平均をとり，集落数を算出する．

(ⅱ) カンテン平板表面塗抹法：直径9 cmのペトリ皿を使用する場合は，15 ～ 20 mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はサブロー・ブドウ糖カンテン培地を約45℃で加えて固化させ，例えば，層流式キャビネット又は恒温器の中で平板培地の表面を乾燥させる．より大きなペトリ皿を用いる場合は，それに応じてカンテン培地量を増加する．表4.05－Ⅰ－1に挙げた微生物ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用いる．3.4.1. ～ 3.4.3.の記載どおりに試料を調製し，その0.1 mL以上を正確に測定して培地表面全体に広げる．3.4.4.2.(ⅰ)の規定どおりに培養し，測定する．

3.4.4.3. 最確数(MPN)法

MPN法の精度及び正確さは，メンブランフィルター法又はカンテン平板法よりも劣っている．特にかびの測定に対しては信頼性が低い．これらの理由のために，MPN法は他に利用できる方法がない状況下でのTAMCの測定に用いられる．本法を適用する場合は，以下のように行う．

3.4.1. ～ 3.4.3.の記載どおりに，製品の少なくとも3連続の10倍段階希釈系列を調製する．各希釈段階からそれぞれ1 g又は1 mLずつをとり，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地が9 ～ 10 mL入っている3本の試験管にそれぞれ接種する．必要ならば，ポリソルベート80のような界面活性剤，又は抗菌剤の不活化剤を培地に添加することができる．したがって，3段階の希釈系列を調製した場合には，9本の試験管に接種することになる．

全ての試験管を30 ～ 35℃で3日間を超えない期間培養する．被験製品の性質によって結果の判定が困難あるいは不確かな場合は，同じ培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地に移植後，同じ温度で1 ～ 2日間培養し，これらの結果を用いる．表4.05－Ⅰ－3から被験製品1 g又は1 mL当たりの微生物の最確数を求める．

3.5. 結果及び判定

メンブランフィルター法又はカンテン平板法の適合性を確認するとき，いずれの試験菌の平均計測値も，3.4.2.で定義した製品が存在しない対照の計測値の1／2 ～ 2倍以内でなければならない．MPN法の適合性を確認するとき，試験菌の計測値

表4.05－Ⅰ－3 微生物の最確数

各セットにおける微生物増殖を示す試験管数の組合せ			製品1 g又は1 mL当たりの最確数	95%信頼限界
試験管当たりの製品のg又はmL数				
0.1	0.01	0.001		
0	0	0	＜3	0 ～ 9.4
0	0	1	3	0.1 ～ 9.5
0	1	0	3	0.1 ～ 10
0	1	1	6.1	1.2 ～ 17
0	2	0	6.2	1.2 ～ 17
0	3	0	9.4	3.5 ～ 35
1	0	0	3.6	0.2 ～ 17
1	0	1	7.2	1.2 ～ 17
1	0	2	11	4 ～ 35
1	1	0	7.4	1.3 ～ 20
1	1	1	11	4 ～ 35
1	2	0	11	4 ～ 35
1	2	1	15	5 ～ 38
1	3	0	16	5 ～ 38
2	0	0	9.2	1.5 ～ 35
2	0	1	14	4 ～ 35
2	0	2	20	5 ～ 38
2	1	0	15	4 ～ 38
2	1	1	20	5 ～ 38
2	1	2	27	9 ～ 94
2	2	0	21	5 ～ 40
2	2	1	28	9 ～ 94
2	2	2	35	9 ～ 94
2	3	0	29	9 ～ 94
2	3	1	36	9 ～ 94
3	0	0	23	5 ～ 94
3	0	1	38	9 ～ 104
3	0	2	64	16 ～ 181
3	1	0	43	9 ～ 181
3	1	1	75	17 ～ 199
3	1	2	120	30 ～ 360
3	1	3	160	30 ～ 380
3	2	0	93	18 ～ 360
3	2	1	150	30 ～ 380
3	2	2	210	30 ～ 400
3	2	3	290	90 ～ 990
3	3	0	240	40 ～ 990
3	3	1	460	90 ～1980
3	3	2	1100	200 ～4000
3	3	3	＞1100	

は，対照から得られる結果の95%信頼限界の範囲内でなければならない．

記述したいずれの方法においても，試験菌のうち1菌種でも上記の基準に満たない場合には，基準に最も近くなる方法と試験条件で製品を試験する．

4. 製品の試験

4.1. 試験量

別に規定するもののほか，上記の注意を払って採取した被験製品の10 g又は10 mLを用いる．エアゾール形式の液体又は固体は，10容器を抜き取る．経皮吸収パッチは，10パッチを抜き取る．

次のような条件で処方される原薬は，試験量を減らすことができる：投与単位(例えば錠剤，カプセル剤，注射剤)当たりの原薬量が1 mg以下，又は1 gあるいは1 mL (投与単位では表示されていない製剤)当たりの原薬量が1 mg未満．これらの場合，被験試料の採取量は，製品の10投与単位又は10 gあるいは10 mLに存在する量よりも少なくないようにする．

原薬として使用される物質では，試料の量に限りがあるか又はロットサイズが極度に小さい(すなわち，1000 mL又は1000 g未満)場合には，より小さな量が規定されているか又は正当な理由がない限り，試験量をロットの1%とする．

ロットを構成しているものの総数が200未満(例えば臨床試験で使われる試料)のような製品では，試験量は2単位に，又は数量が100未満の場合は1単位に減らすことができる．

バルク原料又は製剤の収納容器から，無作為に試料を選び出す．必要量の試料を得るために，十分な数の容器の内容物を混合する．

4.2. 製品の試験

4.2.1. メンブランフィルター法

フィルターを培地に移すことができるように設計されているろ過装置を用いる．3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製し，適量を2枚のメンブランフィルターの各々に移して直ちにろ過する．適合性が確認された方法に従って，各フィルターを洗浄する．

1枚のメンブランフィルターは，TAMCの測定のためにソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の表面に，他の1枚のメンブランフィルターは，TYMCの測定のためにサブロー・ブドウ糖カンテン培地の表面に移す．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を30 ～ 35℃で3 ～ 5日間，サブロー・ブドウ糖カンテン培地を20 ～ 25℃で5 ～ 7日間培養する．製品1 g又は1 mL当たりの集落数を算出する．

経皮吸収パッチを試験するときは，3.4.1.に記載されている調製液の10%量ずつを2枚の滅菌メンブランフィルターで別々にろ過する．1枚のメンブランフィルターはTAMCの計測のためにソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地に移し，他のメンブランフィルターはTYMCの計測のためにサブロー・ブドウ糖カンテン培地に移す．

4.2.2. カンテン平板法

(ⅰ) カンテン平板混釈法：3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製する．それぞれの培地に対し，希釈段階ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用意する．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地は30 ～ 35℃で3 ～ 5日間培養し，サブロー・ブドウ糖カンテン培地は20 ～ 25℃で5 ～ 7日間培養する．集落数がTAMCでは250未満，TYMCでは50未満で，かつ最も多い集落数を示す希釈度のカンテン培地を選び出す．培地ごとに菌数の算術平均をとり，製品1 g又は1 mL当たりの集落数を算出する．

(ⅱ) カンテン平板表面塗抹法：3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製する．それぞれの培地に対し，希釈段階ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用意する．培養及び集落数の算出は，カンテン平板混釈法に記載されているとおりに行う．

4.2.3. 最確数法

3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製し，希釈する．全ての試験管を30 ～ 35℃で3 ～ 5日間培養する．必要ならば，適合性が示された方法で移植培養する．希釈段階ごとに，微生物の増殖が認められる試験管数を記録する．表4.05－Ⅰ－3から被験製品1 g又は1 mL当たりの微生物の最確数を求める．

4.3. 結果の判定

ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を使用して測定される集落数を，総好気性微生物数(TAMC)とする．この培地上に真菌の集落が検出されても，TAMCとして測定する．サブロー・ブドウ糖カンテン培地を使用して測定される集落数を，総真菌数(TYMC)とする．この培地上に細菌の集落が検出されても，TYMCとして測定する．細菌の発育のためにTYMCが許容基準を超えることが予測される場合には，抗生物質を含むサブロー・ブドウ糖カンテン培地を使用しても良い．MPN法で計測を行う場合は，算出値はTAMCとする．

微生物学的品質の許容基準が規定されているときは，以下のように判定する．

10^1 CFU：最大許容数＝20,

10^2 CFU：最大許容数＝200,

10^3 CFU：最大許容数＝2000，以下同様．

推奨される溶液及び培地は，「特定微生物試験」に記載されている．

Ⅱ. 非無菌製品の微生物学的試験：特定微生物試験

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

本試験は，規定の条件下で検出可能な特定微生物が存在しないか，又はその存在が限られているかを判定する方法である．

本試験は，原料や製剤が既定の微生物学的品質規格に適合するか否かを判定することを主目的にしたものである．採取試料数も含めて指示どおりに試験を実施し，結果を判定する．

本試験法との同等性が示されている場合は，自動化法を含む別の微生物学的方法を用いてもよい．

1. 基本手順

試料の調製は，「Ⅰ.生菌数試験」に記載されているとおりに行う．

被験製品が抗菌活性を有する場合は，「Ⅰ.生菌数試験」に記載されているように可能な限りこの抗菌活性を除去又は中和する．

試料の調製に界面活性剤を使用する場合は，「Ⅰ.生菌数試験」に記載されているように，微生物に対する毒性がないこと，及び用いる不活化剤との間に相互作用がないことを確認する．

2. 培地性能，試験法の適合性及び陰性対照

被験製品存在下においても微生物を検出する能力があることを確認する．また，試験結果に影響を及ぼすような試験法の変更や製品の処方変更があった場合には，再度，適合性を確認する．

2.1. 試験菌の調製

試験菌は標準化された安定な懸濁液を使用するか，又は次に示す手順で調製する．

なお，試験に用いる微生物は，最初のマスターシードロットからの継代数5回を超えないように，シードロット培養管理手法(シードロットシステム)を用いて管理する．

2.1.1. 好気性微生物

各細菌試験用菌株を，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地中，又はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地上で，それぞれ30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．カンジダ・アルビカンス用の試験菌株は，サブロー・ブドウ糖カンテン培地上，又はサブロー・ブドウ糖液体培地中で，それぞれ20 ～ 25℃で2 ～ 3日間培養する．

Staphylococcus aureus (黄色ブドウ球菌)：例えば，ATCC 6538，NCIMB 9518，CIP 4.83又はNBRC 13276,

Pseudomonas aeruginosa (緑膿菌)：例えば，ATCC 9027，NCIMB 8626，CIP 82.118又はNBRC 13275,

Escherichia coli (大腸菌)：例えば，ATCC 8739，NCIMB 8545，CIP 53.126又はNBRC 3972,

Salmonella enterica subsp.*enterica* serovar Typhimurium (サルモネラ)：例えば，ATCC 14028

又は代替として

Salmonella enterica subsp.*enterica* serovar Abony (サルモネラ)：例えば，NBRC 100797，NCTC 6017又はCIP 80.39,

Candida albicans (カンジダ・アルビカンス)：例えば，ATCC 10231，NCPF 3179，IP 48.72又はNBRC 1594

試験菌懸濁液の調製には，pH 7.0のペプトン食塩緩衝液又はpH 7.2のリン酸緩衝液を用いる．懸濁液は2時間以内，又は2 ～ 8℃に保存する場合は24時間以内に用いる．

2.1.2. クロストリジア

Clostridium sporogenes：例えばATCC 11437 (NBRC 14293，NCIMB 12343，CIP 100651)又はATCC 19404 (NCTC 532又はCIP 79.3)を用いる．クロストリジアの試験菌株を強化クロストリジア培地中に接種し，30 ～ 35℃で24 ～ 48時間嫌気的条件下で培養する．*Cl. sporogenes*の栄養型細胞の新鮮懸濁液を調製して希釈する代わりに，芽胞懸濁液を接種菌液として使用できる．芽胞懸濁液は，保証された期間内は2 ～ 8℃で保存できる．

2.2. 陰性対照

試験状態を確認するために，試料液の代わりに使用した希釈液を用いて陰性対照試験を実施する．微生物の発育があってはならない．微生物の発育が認められた場合には，原因調査が必要である．また，陰性対照試験は「3.製品の試験」においても実施する．

2.3. 培地の性能試験

市販生培地についてはバッチごとに試験する．また，乾燥培地又は成分から調製した培地については，調製バッチごとに試験する．

表4.05－Ⅱ－1に記載したように，関連培地について適切な特性を確認する．

(ⅰ) 液体培地の発育促進特性試験：適切な培地の一部に適切な少数の微生物(100 CFU以下)を接種する．規定された温度で培養し，培養時間は，試験法で規定されている培養期間の最短時間以内とする．有効性が確認された培地バッチで，以前に得られた発育と同等の発育が認められる．

(ⅱ) 固体培地の発育促進特性試験：各平板培地に適切な少数の微生物(100 CFU以下)を接種し，カンテン平板表面塗抹法で行う．規定された温度で培養し，培養時間は，試験法で規定されている培養期間の最短時間以内とする．有効性が確認された培地バッチで，以前に得られた発育と同等の発育が認められる．

(ⅲ) 液体又は固体培地の選択特性試験：適切な培地に適切な微生物を少なくとも100 CFU接種する．規定された温度で培

養し，培養時間は試験法で規定されている培養期間の最長時間以上とする．試験菌の発育を認めない．

表4.05－Ⅱ－1 培地の発育促進，選択及び鑑別特性

培地	特性	試験菌株
胆汁酸抵抗性グラム陰性菌試験		
モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地	発育促進	*E.coli* *P.aeruginosa*
	選択	*S.aureus*
バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地	発育促進及び鑑別	*E.coli*及び *P.aeruginosa*
大腸菌試験		
マッコンキー液体培地	発育促進	*E.coli*
	選択	*S.aureus*
マッコンキーカンテン培地	発育促進及び鑑別	*E.coli*
サルモネラ試験		
ラパポート・バシリアジス・サルモネラ増菌液体培地	発育促進	*Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Typhimurium 又は *Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Abony
	選択	*S.aureus*
XLD (キシロース・リシン・デソキシコール酸)カンテン培地	発育促進及び鑑別	*Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Typhimurium 又は *Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Abony
緑膿菌試験		
セトリミドカンテン培地	発育促進	*P.aeruginosa*
	選択	*E.coli*
黄色ブドウ球菌試験		
マンニット・食塩カンテン培地	発育促進及び鑑別	*S.aureus*
	選択	*E.coli*
クロストリジア試験		
強化クロストリジア培地	発育促進	*Cl.sporogenes*
コロンビアカンテン培地	発育促進	*Cl.sporogenes*
カンジダ・アルビカンス試験		
サブロー・ブドウ糖液体培地	発育促進	*C.albicans*
サブロー・ブドウ糖カンテン培地	発育促進及び鑑別	*C.albicans*

(ⅳ) 鑑別特性試験：各平板培地に適切な少数の微生物(100 CFU以下)を接種し，カンテン平板表面塗抹法で行う．規定された温度で培養し，培養時間は試験法で規定されている培養期間の範囲内とする．集落の形状と鑑別反応は，有効性が確認された培地バッチで以前に得られたものと同等である．

2.4. 試験法の適合性

被験製品ごとに，3.の関連段落に記載されたとおりに試料調製する．規定の増菌培地に混合する時に各試験菌を添加する．試験菌は個別に接種する．また，接種した試験液中の菌数が100 CFU以下相当となるような数の微生物を使用する．

3.の関連段落に記載されたとおりに試験する．ただし，規定された最短培養期間で試験する．

特定微生物は，3.に記載された鑑別反応と共に検出されなければならない．

製品に抗菌活性が認められる場合には，試験方法の変更が必要になる(「Ⅰ.生菌数試験」の3.4.3.を参照)．

ある特定の製品において，規定された方法ではその微生物に対する抗菌活性を中和することができない場合には，抑制された微生物はその製品中には存在しないとみなしてよい．

3. 製品の試験

3.1. 胆汁酸抵抗性グラム陰性菌

3.1.1. 試料調製及び前培養

被験製品を1 g以上採り，その10倍希釈液を「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製するが，希釈液としてはソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を用い，混合後，菌を蘇生させるために20 ～ 25℃で培養する．ただし，増菌を促すほどの時間であってはならない(通例2時間であり，5時間を超えないこと)．

3.1.2. 否定試験

他に規定されない限り，3.1.1.で調製した製品1 gに相当する量をモーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地に接種する．30 ～ 35℃で24 ～ 48時間培養後，バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地に移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．

集落の発育が見られない場合は，その製品は本試験に適合する．

3.1.3. 定量試験

3.1.3.1. 選択培養

3.1.1.に記載されている調製液及び／又はその希釈液であって，それぞれ被験製品の0.1 g，0.01 g，0.001 g (又は0.1 mL，0.01 mL，0.001 mL)相当量を，適量のモーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地に接種する．30 ～ 35℃で24 ～ 48時間培養後，バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地に各培養液を移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．

3.1.3.2. 判定

集落の発育が認められた場合は，陽性と判定する．陽性結果を与える製品の最小量と陰性結果を与える最大量に注目し，表4.05－Ⅱ－2から細菌の推定数を求める．

表4.05－Ⅱ－2 結果の判定

製品の各量に対する結果			製品1 g又は1 mL当たりの細菌の推定数
0.1 g又は0.1 mL	0.01 g又は0.01 mL	0.001 g又は0.001 mL	
＋	＋	＋	10^3より大きい
＋	＋	－	10^3より小さく，10^2より大きい
＋	－	－	10^2より小さく，10より大きい
－	－	－	10より小さい

3.2. 大腸菌

3.2.1. 試料調製及び前培養

被験製品を1 g以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製した10倍希釈液の10 mL，あるいは1 g又は1 mL相当量を(2.4.で決定した)適切な量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種し，混合後，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．

3.2.2. 選択培養

容器を振り，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の1 mLをマッコンキー液体培地100 mLに接種する．42 ～ 44℃で24 ～ 48時間培養後，マッコンキーカンテン培地に移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 72時間培養する．

3.2.3. 判定

集落の発育が認められた場合は陽性を疑い，同定試験により確認する．

集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.3. サルモネラ

3.3.1. 試料調製及び前培養

被験製品を10 g又は10 mL採り，(2.4.で決定した)適量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種し，混合後，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．

3.3.2. 選択培養

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地0.1 mLをラパポート・バシリアジス・サルモネラ増菌液体培地10 mLに接種する．30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養後，XLDカンテン培地に移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 48時間培養する．

3.3.3. 判定

十分に発育した赤色集落が認められた場合は，中心部の黒点の有無に関わらず陽性を疑い，同定試験により確認する．

記載されている種類の集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.4. 緑膿菌

3.4.1. 試料調製及び前培養

被験製品を1 g以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製した10倍希釈液の10 mL，あるいは1 g又は1 mL相当量を(2.4.で決定した)適量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種して混合し，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．経皮吸収パッチを試験するときは，「Ⅰ.生菌数試験」の3.4.1.に記載したように調製し，1パッチ相当量を滅菌メンブランフィルターでろ過し，そのメンブランフィルターを100 mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地中に投入する．

3.4.2. 選択培養

セトリミドカンテン培地に移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 72時間培養する．

3.4.3. 判定

集落の発育が認められた場合は陽性を疑い，同定試験により確認する．

集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.5. 黄色ブドウ球菌

3.5.1. 試料調製及び前培養

被験製品を1 g以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製した10倍希釈液の10 mL，あるいは1 g又は1 mL相当量を(2.4.で決定した)適量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種して混合し，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．経皮吸収パッチを試験するときは，「Ⅰ.生菌数試験」の3.4.1.に記載したように調製した1パッチ相当量を滅菌メンブランフィルターでろ過し，そのメンブランフィルターを100 mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地中に投入する．

3.5.2. 選択培養

マンニット・食塩カンテン培地に移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 72時間培養する．

3.5.3. 判定

黄色の帯に囲まれた黄色又は白色集落の発育が認められた場合は陽性を疑い，同定試験により確認する．

記載されている種類の集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.6. クロストリジア

3.6.1. 試料調製及び加熱処理

被験製品を2 g又は2 mL以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように10倍希釈試料液(最低20 mL以上)を調製する．調製した試料液を少なくとも10 mLずつ2本の容器に分注し，1本は80℃で10分間加熱後，速やかに冷却し，他の1本は加熱しない．

3.6.2. 選択培養

それぞれから10 mL又は被験製品1 g若しくは1 mL相当量を2.4.で決定した適量の強化クロストリジア培地に接種し，嫌気的条件下で30 ～ 35℃で48時間培養する．培養後，コロンビアカンテン培地に各容器から移植し，嫌気的条件下で30 ～ 35℃で48 ～ 72時間培養する．

3.6.3. 判定

カタラーゼ反応陰性の桿菌(芽胞を有するか又は有しない)の嫌気的発育が認められた場合は，陽性が示唆される．この場合は同定試験を行い確認する．

コロンビアカンテン培地に定型集落の発育が見られないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.7. カンジダ・アルビカンス

3.7.1. 試料調製及び前培養

被験製品を「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製する．その10 mL，あるいは1 g又は1 mL以上に相当する量を100 mLのサブロー・ブドウ糖液体培地に接種して混合し，30 ～ 35℃で3 ～ 5日間培養する．

3.7.2. 選択培養

サブロー・ブドウ糖カンテン培地に移植し，30 ～ 35℃で24 ～ 48時間培養する．

3.7.3. 判定

白色集落の発育が認められた場合は陽性を疑い，同定試験により確認する．

そのような集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

なお，以下のセクションは情報提供を目的に記載する．

4. 推奨される溶液及び培地

以下の溶液及び培地は，薬局方の微生物試験で規定されている目的にかなったものである．適合性が確認されれば，他の培地を用いてもよい．

(ⅰ) リン酸緩衝液，pH 7.2

水と保存緩衝液を混合(800：1)して調製し，滅菌する．

保存緩衝液：リン酸二水素カリウム34 gを500 mLの水で溶解し，水酸化ナトリウム試液でpH 7.0 ～ 7.4に調整後，

水を加えて1000 mLとし，混合する．容器に分注して滅菌する．2 ～ 8℃で保存する．

(ii) ペプトン食塩緩衝液，pH 7.0

リン酸二水素カリウム	3.6 g
リン酸水素二ナトリウム二水和物	7.2 g
(リン酸塩0.067 molに相当する)	
塩化ナトリウム	4.3 g
ペプトン(肉製又はカゼイン製)	1.0 g
水	1000 mL

確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(iii) 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
ブドウ糖一水和物	2.5 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で7.1 ～ 7.5になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(iv) 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

滅菌後のpHが25℃で7.1 ～ 7.5になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(v) サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ブドウ糖	40.0 g
ペプトン(肉製及びカゼイン製1：1)	10.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で5.4 ～ 5.8になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(vi) ポテト・デキストロースカンテン培地

ジャガイモ浸出液	200 g
ブドウ糖	20.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で5.4 ～ 5.8になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(vii) サブロー・ブドウ糖液体培地

ブドウ糖	20.0 g
ペプトン(肉製及びカゼイン製1：1)	10.0 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で5.4 ～ 5.8になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(viii) 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
ブドウ糖一水和物	5.0 g
乾燥ウシ胆汁	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二水和物	8.0 g
ブリリアントグリン	15 mg
水	1000 mL

加熱後のpHが25℃で7.0 ～ 7.4になるようにpHを調整する．
100℃で30分間加熱し，直ちに冷却する．

(ix) バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地

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
塩化ナトリウム	5.0 g
ブドウ糖一水和物	10.0 g
カンテン	15.0 g
ニュートラルレッド	30 mg
クリスタルバイオレット	2 mg
水	1000 mL

加熱後のpHが25℃で7.2 ～ 7.6になるようにpHを調整する．
煮沸するまで加熱する．オートクレーブで加熱してはならない．

(x) マッコンキー液体培地

ゼラチン製ペプトン	20.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
乾燥ウシ胆汁	5.0 g
ブロモクレゾールパープル	10 mg
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で7.1 ～ 7.5になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xi) マッコンキーカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	17.0 g
ペプトン(肉製及びカゼイン製)	3.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
胆汁酸塩	1.5 g
カンテン	13.5 g
ニュートラルレッド	30 mg
クリスタルバイオレット	1 mg
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で6.9 ～ 7.3になるようにpHを調整する．
絶えず振り混ぜながら1分間煮沸させてから，確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xii) ラパポート・バシリアジス・サルモネラ増菌液体培地

ダイズ製ペプトン	4.5 g
塩化マグネシウム六水和物	29.0 g
塩化ナトリウム	8.0 g
リン酸水素二カリウム	0.4 g
リン酸二水素カリウム	0.6 g
マラカイトグリーン	36 mg
水	1000 mL

若干加温しながら溶かし，115℃を超えない温度で，確認さ

れたサイクルで高圧蒸気滅菌する．加熱及び高圧蒸気滅菌後のpHが25℃で5.0 ～ 5.4になるようにする．

(xiii) XLD (キシロース・リシン・デソキシコール酸)カンテン培地

キシロース	3.5 g
Lーリシン	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	80 mg
カンテン	13.5 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	6.8 g
クエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)	0.8 g
水	1000 mL

加熱後のpHが25℃で7.2 ～ 7.6になるようにpHを調整する．煮沸するまで加熱し，50℃まで冷却してからペトリ皿に注ぎ込む．オートクレーブで加熱してはならない．

(xiv) 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	1.4 g
硫酸カリウム	10.0 g
セトリミド	0.3 g
カンテン	13.6 g
水	1000 mL
グリセリン	10.0 mL

振り混ぜながら加熱して1分間煮沸する．滅菌後のpHが25℃で7.0 ～ 7.4になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xv) 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
牛肉エキス	1.0 g
Dーマンニトール	10.0 g
塩化ナトリウム	75.0 g
カンテン	15.0 g
フェノールレッド	25 mg
水	1000 mL

振り混ぜながら加熱して1分間煮沸する．滅菌後のpHが25℃で7.2 ～ 7.6になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xvi) 強化クロストリジア培地

牛肉エキス	10.0 g
ペプトン	10.0 g
酵母エキス	3.0 g
溶性デンプン	1.0 g
ブドウ糖一水和物	5.0 g
システイン塩酸塩	0.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
酢酸ナトリウム	3.0 g
カンテン	0.5 g
水	1000 mL

カンテンを水和させ，絶えずかき混ぜながら煮沸するまで加熱して溶かす．必要ならば，滅菌後のpHが25℃でおよそ6.6 ～ 7.0になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xvii) コロンビアカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉浸出物のペプシン消化物	5.0 g
心筋浸出物のパンクレアチン消化物	3.0 g
酵母エキス	5.0 g
トウモロコシデンプン	1.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
カンテン(ゲル強度に従って)	10.0 ～ 15.0 g
水	1000 mL

カンテンを水和させ，絶えずかき混ぜながら煮沸するまで加熱して溶かす．必要ならば，滅菌後のpHが25℃で7.1 ～ 7.5になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．45 ～ 50℃まで冷却後，必要に応じ，ゲンタマイシン塩基20 mgに相当する量のゲンタマイシン硫酸塩を加えてペトリ皿に注ぎ込む．

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のうち，調和合意において，調和の対象とされた項中非調和となっている項の該当箇所は「◆ ◆」で，調和の対象とされた項以外に日本薬局方が独自に規定することとした項は「◇ ◇」で囲むことにより示す．
三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

無菌試験法は，無菌であることが求められている原薬又は製剤に適用される．本試験に適合する結果が得られても，それは単に本試験条件下で調べた検体中に汚染微生物が検出されなかったことを示しているだけである．

1. 微生物汚染に対する予防措置

無菌試験は無菌条件下で行われる．このため，試験環境は無菌試験の実施に適したものでなければならない．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てはならない．作業区域の適切な環境モニタリング及び適切な汚染防止措置の実施によって，本試験の実施状態が適切であることを定期的に監視する．

2. 培地及び培養温度

培地は，次のように調製するか，又は培地性能試験に適合する場合は同等の市販培地も使用できる．無菌試験用として適している培地は次のとおりである．液状チオグリコール酸培地は，嫌気性細菌の培養を主目的としているが，好気性細菌も検出できる．ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地は，真菌及び好気性細菌の培養に適している．

(i) 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(一水和物／無水)	5.5／5.0 g
酵母エキス(水溶性)	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(水溶性)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加えて溶かし，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，溶液を煮沸しないように加熱し，温かいうちに湿らせたろ紙を用いてろ過する．レザズリン溶液(1→1000)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，バリデートされた条件下で滅菌する．培地を保存する必要がある場合にはあらかじめ気密容器に入れて滅菌し，2 ～ 25℃で保存する．培地がその上部1／3を超えて淡赤色となった場合は，その淡赤色が消失するまで培地容器を水浴中又は流通蒸気中で加熱し，容器中への汚染空気の侵入を防ぎながら急速に冷却することで1回だけ使用できる．バリデートされた期間を超えて，保存した培地を使用してはならない．

液状チオグリコール酸培地は，30 ～ 35℃で培養する．メンブランフィルター法を適用できない水銀系の防腐剤を含む製品に対しては，培地性能試験に適合するなら，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℃で培養することができる．

別に規定する場合は，次のように調製した変法チオグリコール酸培地を用いることができる．カンテンとレザズリン溶液(1→1000)を除き，液状チオグリコール酸培地と同じ成分で調製し，バリデートされた条件下で滅菌する．滅菌後のpHが7.1±0.2になるように調整し，使用直前に水浴中で加熱する．変法チオグリコール酸培地は嫌気条件下で30 ～ 35℃で培養する．

(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(一水和物／無水)	2.5／2.3 g
水	1000 mL
(滅菌後のpH 7.3±0.2)	

全成分を水に溶かし，若干加温して溶液にする．溶液を室温に冷却し，必要ならば水酸化ナトリウム試液を加え，滅菌後のpHが7.3±0.2になるように調整する．必要ならばろ過をし，適当な容器に所定量ずつ分注し，バリデートされた条件下で滅菌する．直ちに使用しない場合は，あらかじめ気密容器に入れて滅菌し，2 ～ 25℃で保存する．バリデートされた期間を超えて保存した培地を使用してはならない．

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地は，20 ～ 25℃で培養する．

3. 培地の適合性

培地は，次の試験に適合すること．この試験は，製品の無菌試験実施前に，又は並行して行うことができる．

3.1. 無菌性

培地の一部を14日間培養するとき，微生物の増殖を認めない．

3.2. 好気性菌，嫌気性菌及び真菌に対する培地性能試験

市販液体培地及び粉末培地又は各成分から調製した培地の各バッチについて試験を行うこと．適切な微生物株を表4.06－1に示す．

液状チオグリコール酸培地には，次に示す少数(100 CFU以下)の微生物を接種する．それぞれの微生物に対しては別々の培地容器を用いる．

Clostridium sporogenes
Pseudomonas aeruginosa
Staphylococcus aureus

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地には，次に示す少数(100 CFU以下)の微生物を接種する．それぞれの微生物に対しては別々の培地容器を用いる．

Aspergillus brasiliensis

Bacillus subtilis
Candida albicans

細菌の場合は3日間，真菌の場合は5日間をそれぞれ超えないで培養する．

接種菌の継代数は，シードロット培養管理手法(シードロットシステム)を採用することにより，マスターシードロットから5代を超えないようにする．

微生物の増殖が肉眼で明らかに観察された場合には，当該培地は基準に適合している．

表4.06－1 培地性能試験及び手法の適合性試験に適している試験用菌株

好気性細菌	
Staphylococcus aureus	ATCC 6538，CIP 4.83，NCTC 10788，NCIMB 9518，NBRC 13276
Bacillus subtilis	ATCC 6633，CIP 52.62，NCIMB 8054，NBRC 3134
Pseudomonas aeruginosa	ATCC 9027，NCIMB 8626，CIP 82.118，NBRC 13275
嫌気性細菌	
Clostridium sporogenes	ATCC 19404，CIP 79.3，NCTC 532 又は ATCC 11437，NBRC 14293
真菌	
Candida albicans	ATCC 10231，IP 48.72，NCPF 3179，NBRC 1594
Aspergillus brasiliensis	ATCC 16404，IP 1431.83，IMI 149007，NBRC 9455

4. 手法の適合性試験

次に述べる変更点以外は，「5.製品の無菌試験」に示した方法と，厳密に同じ方法で試験を行う．

(ⅰ) メンブランフィルター法：試験に供された容器の内容物をろ過した後，最終回の洗浄液に試験用菌株を100 CFU以下加えたものをろ過する．

(ⅱ) 直接法：試験に供された容器の内容物を培地に加えた後，試験用菌株100 CFU以下をその培地に接種する．

どちらの接種方法においても，「3.2.好気性菌，嫌気性菌及び真菌に対する培地性能試験」に示した菌株を用いる．陽性対照として培地性能試験を行う．培地を含む全ての容器は規定の温度で最長5日間培養する．

培養後，陽性対照に匹敵する肉眼的に明瞭な増殖が得られれば，被験製品は本試験条件下で抗菌活性を持たないか，又は抗菌活性が十分に除去されたものとみなす．当該手法は適切であり，試験条件を変更する必要はない．

被験製品の存在下で陽性対照に匹敵する肉眼的に明瞭な増殖が得られなければ，被験製品は当該試験条件下では十分除去できない抗菌活性を有している．この場合，抗菌活性を除去するために条件を変えて手法の適合性試験を繰り返す．

手法の適合性試験を行うのは，新しい製品に無菌試験を行う場合及び試験の実施条件に変更があった場合である．

手法の適合性試験は被験製品の無菌試験と同時に行うこともできる．

5. 製品の無菌試験

試験はメンブランフィルター法又は直接法によって行われる．試験には適切な陰性対照を置くこと．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及び本試験条件下で抗菌力を有し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用いる．

5.1. メンブランフィルター法

メンブランフィルターは，微生物の捕集効率が確立されている公称孔径が0.45 μm以下のものを用いる．例えば，水溶性，油性又は低濃度のアルコール性溶液にはセルロースナイトレートフィルターを用い，高濃度のアルコール性溶液にはセルロースアセテートフィルターを用いる．抗生物質のような医薬品には，別途適切なフィルターが必要な場合もある．

次に示す手法は，直径約50 mmのメンブランフィルターの使用を想定している．もし異なる直径のフィルターを用いる場合には，希釈及び洗浄液の容量はそれに応じて調製すべきである．ろ過器やメンブランフィルターは適切な方法で滅菌する．ろ過装置は，無菌条件下で被験溶液を導入・ろ過でき，メンブランフィルターの無菌的取り外しと培地への移植ができるか，又はろ過器そのものに培地を加えて培養するのに適するように設計されていなければならない．

(ⅰ) 水性液剤：1 g/Lの肉製又はカゼイン製ペプトン溶液(pH 7.1±0.2)のような無菌希釈液の少量をろ過器中のメンブランフィルター上に注ぎろ過する．希釈液には，例えば抗生物質が試験対象の場合には，適切な中和剤や不活化剤を加えることができる．

試験すべき容器の内容物を必要なら手法の適合性試験で選んだ無菌希釈液の量で希釈後，表4.06－2に示した量より少なくならないように，1枚又は複数のメンブランフィルター上に移し，直ちにろ過する．当該製品が抗菌活性を有している場合には，手法の適合性試験で用いた無菌希釈液の量でメンブランフィルターを3回以上洗浄する．手法の適合性試験において抗菌活性を十分に除去できないことが立証されていても，メンブランフィルター当たり100 mLの洗浄液で5回を超えては洗浄しないこと．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二等分し，それぞれにつき同一の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．各培地の量は，手法の適合性試験で確立した量を用いる．又は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二等分にろ過後，それぞれの培地を加える．培地を14日間以上培養する．

(ⅱ) 水溶性固形剤：各培地に対し，表4.06－2に規定する量以上を用いる．添付の溶剤，注射用水，生理食塩液又は1 g/L肉製若しくはカゼイン製ペプトン中性溶液のような適切な溶剤に溶解し，選んだ溶剤に適したメンブランフィルターを用いて「5.1.(ⅰ)水性液剤」に示したように試験を行う．

(ⅲ) 油及び油性液剤：各培地に対し，表4.06－2に規定する量以上を用いる．粘度の低い油及び油性液剤は，希釈せずに乾いたメンブランフィルターでろ過する．粘稠性の油は，当該試験条件下で抗菌性がないことが立証されたミリスチン酸イソプロピルのような適切な無菌溶剤で希釈できる．油が自重によりメンブランフィルターに浸透した後，徐々に加圧又は吸引することによってろ過する．手法の適合性試験で適切であることが証明されている濃度の適切な乳化剤(例えば10 g/Lポリソルベート80)を含む1 g/L肉製又はカゼイン製ペプトン中性溶液のような適切な無菌溶液を用い，メンブランフィルター当たり約100 mLずつで少なくとも3回洗浄する．「5.1.(ⅰ)水性液剤」

に示したようにメンブランフィルターを培地に移す，又はろ過器に培地を加え，同じ温度で同じ期間培養する．

(iv) 軟膏剤及びクリーム：各培地に対し，表4.06－2に規定する量以上を用いる．脂肪基剤の軟膏剤や油中水型の乳剤は上述のようにミリスチン酸イソプロピルで1%に希釈する．必要ならば40℃以下で加温する．例外的な場合で44℃以下までの加温が必要なこともある．できるだけ迅速にろ過した後，「5.1.(iii)油及び油性液剤」に示したように操作を進める．

表4.06－2 各培地当たりの最少試料採取量

容器の内容量	他に規定されていない限り，それぞれの培地に接種する最少量
液剤	
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
抗生物質の液剤	1 mL
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

5.2. 直接法

別に規定するほか，表4.06－2に示す量の製品を，その容量が培地容量の10%を超えないように培地に直接接種する．被験製品が抗菌活性を有する場合は，適切な中和剤で中和した後に，又は十分な量の培地で希釈することによって試験を行う．大容量の製品を使用する必要があるとき，接種による希釈影響を考慮に入れて高濃度の培地を用いる方が好ましい場合もある．適切な場合は，高濃度培地を容器内の製品に直接加えることも可能である．

(i) 油性液剤：手法の適合性試験において適切であることが証明された適切な乳化剤を適切な濃度に加えた(例えば10 g/Lポリソルベート80)培地を用いる．

(ii) 軟膏剤及びクリーム：1 g/L肉製又はカゼイン製ペプトン中性溶液のような適切な無菌希釈液中で，選択された乳化剤で乳化することにより約1：10に希釈する．この希釈物を乳化剤を含まない培地に移植する．

接種した培地は14日間以上培養する．培養を培養期間中に数回観察する．油性製品を含む培養は観察日ごとに穏やかに振る．ただし，嫌気性菌の検出のために液状チオグリコール酸培地を用いている場合は，嫌気条件を維持するために振とうや混合は最小限に保つ．

6. 観察と結果の判定

培養期間中及び最終日に，培地に肉眼的な微生物の増殖があるかどうかを調べる．被験材料が培地を混濁させ，微生物増殖の有無を肉眼的に容易に判定できない場合には，培養開始から14日後に当該培地の一部(1 mL以上)を同じ培地の新たな容器に移し，元の培地と移植した培地の両方を4日間以上培養する．

微生物の増殖が観察されない場合は，被験製品は無菌試験に適合する．微生物の増殖が観察された場合は，当該被験製品に無関係な原因により試験が無効であったことを明確に証明できなければ，被験製品は無菌試験に適合しない．以下の条件のうち一つ以上を満たした場合のみ当該試験は無効と考えられる．

(i) 無菌試験施設の微生物学的モニタリングデータに問題が認められた場合

(ii) 無菌試験中に用いた試験方法を調査した結果，問題が認められた場合

(iii) 陰性対照中に微生物の増殖が認められた場合

(iv) 当該無菌試験から分離された微生物の同定後，この菌種の増殖が無菌試験実施中に用いた材料及び手技又はそのいずれかに問題があると明らかに判断される場合

試験が無効であることが判明したら，初回試験と同じ数の容器を用いて再試験を行う．再試験において微生物の増殖が観察されない場合は，被験製品は無菌試験に適合する．再試験において微生物の増殖が観察された場合には，被験製品は無菌試験に適合しない．

7. 無菌試験への適合が要求される注射剤及び眼軟膏剤，点眼剤等の非注射剤への試験の適用

メンブランフィルター法を用いる場合は，可能ならいつでも容器内の全量を用いる．ただし，表4.06－2に示す量以上を用いる．必要ならば1 g/L肉製又はカゼイン製ペプトン中性溶液のような適切な無菌溶液で約100 mLになるよう希釈する．

直接法を用いる場合は，他に規定されていなければ表4.06－2に示す量を用いる．被験製品の同じ試料について細菌及び真菌に対する無菌試験を行う．1容器中の内容量が両試験を行うのに不十分な場合は，異なる培地に接種するのに2容器以上の内容物を用いる．

8. 最少供試個数

最少供試個数は，ロット当たりの製造個数に応じて，表4.06－3に示す個数を用いる．

表4.06－3 最少供試個数

ロット当たりの製造個数[*1]	他に規定されていない限り，それぞれの培地当たりの最少供試個数[*2]
注射剤	
100容器以下	10%又は4容器のうち多い方
101容器以上500容器以下	10容器
501容器以上	2%又は20容器◇(表示量が100 mL以上の製剤の場合は，10容器)◇のうち少ない方
眼軟膏剤，点眼剤等の非注射剤	
200容器以下	5%又は2容器のうち多い方
201容器以上	10容器
単回使用製品の場合は，上欄の注射剤についての規定を適用する	
固形バルク製品	
4容器以下	各容器
5容器以上50容器以下	20%又は4容器のうち多い方
51容器以上	2%又は10容器のうち多い方

[*1] ロット当たりの製造個数が不明の場合には，本欄に示した最大数を用いること．

[*2] 1容器の内容量が二つの培地に接種するのに十分な場合は，本欄は両培地合わせて必要な供試容器数を示す．

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．

1. 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．

(ⅰ) 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．

(ⅱ) 大形の生薬はよくかき混ぜた後，試料250 ～ 500 gを採取する．

(ⅲ) 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．

2. 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とり，分析用試料とする．必要ならば気密容器に保存する．

3. 鏡検

3.1. 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．

3.2. 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滴を滴下し，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滴を滴下した後，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，抱水クロラール試液1 ～ 2滴を滴下した後，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滴を滴下し，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．

3.3. 生薬の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．

4. 純度試験

4.1. 重金属

重金属を規定する方法には，総量を規定する方法と特定の金属を規定する方法がある．生薬の重金属は，通例，各条に規定する重金属試験法〈*1.07*〉で総量を求める．しかし，まれに調製した液の混濁等で試験が実施できないことがある．このような場合は，原子吸光光度法〈*2.23*〉又は誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合プラズマ質量分析法〈*2.63*〉により個別の重金属の量を測定し，適否を判断することができる．

4.2. 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．

4.3. 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，共栓遠心沈殿管にとり，生薬純度試験用アセトン／水混液(5：2) 30 mLを加えて密栓して15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物に生薬純度試験用アセトン／水混液(5：2) 30 mLを加えて同様に操作し，これを2回繰り返す．全抽出液を合わせ，アセトン臭がほとんどなくなるまで，低圧(真空)，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，低圧(真空)，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．全流出液を低圧(真空)，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．さらにこの液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 μL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)

$$= \frac{\text{α－BHCの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TA}}{A_{SA}} \times 50$$

β－BHCの量(ppm)

$$= \frac{\text{β－BHCの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TB}}{A_{SB}} \times 50$$

γ－BHCの量(ppm)

$$= \frac{\text{γ－BHCの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TC}}{A_{SC}} \times 50$$

δ－BHCの量(ppm)

$$= \frac{\text{δ－BHCの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TD}}{A_{SD}} \times 50$$

o,p′－DDTの量(ppm)

$$= \frac{\text{*o,p′*－DDTの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TE}}{A_{SE}} \times 50$$

p,p′－DDTの量(ppm)

$$= \frac{\text{*p,p′*－DDTの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TF}}{A_{SF}} \times 50$$

p,p′－DDDの量(ppm)

$$= \frac{\text{*p,p′*－DDDの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TG}}{A_{SG}} \times 50$$

p,p′－DDEの量(ppm)

$$= \frac{\text{*p,p′*－DDEの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TH}}{A_{SH}} \times 50$$

M: 本品の粉末の秤取量(g)

総BHCの量(ppm)
＝α－BHCの量(ppm) ＋ β－BHCの量(ppm)
＋ γ－BHCの量(ppm) ＋ δ－BHCの量(ppm)

総DDTの量(ppm)
＝*o,p′*－DDTの量(ppm) ＋ *p,p′*－DDTの量(ppm)
＋ *p,p′*－DDDの量(ppm) ＋ *p,p′*－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 μm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．
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：全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，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に10 mLとする．この液1 μL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．

5. 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とり，その質量を精密に量り，105℃で5時間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)で放冷した後，その質量を精密に量る．再びこれを105℃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．

6. 灰分

あらかじめ白金製，石英製又は磁製のるつぼを500 ～ 550℃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蓋をとるか，又はずらし，初めは弱く加熱し，徐々に温度を上げて500 ～ 550℃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，灰分の量(%)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，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，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，灰分の量(%)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．

7. 酸不溶性灰分

灰分に希塩酸25 mLを注意して加えて5分間穏やかに煮沸し，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，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，酸不溶性灰分の量(%)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．

8. 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．

8.1. 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，適当なフラスコにとり，希エタノール70 mLを加えて時々振り

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℃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．

8.2. 水製エキス定量法

8.1.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．

8.3. 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，適当なフラスコにとり，ジエチルエーテル70 mLを加えて還流冷却器を付け，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．

9. 精油含量

精油含量の試験は次の精油定量法により行う．

9.1. 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とり，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℃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．

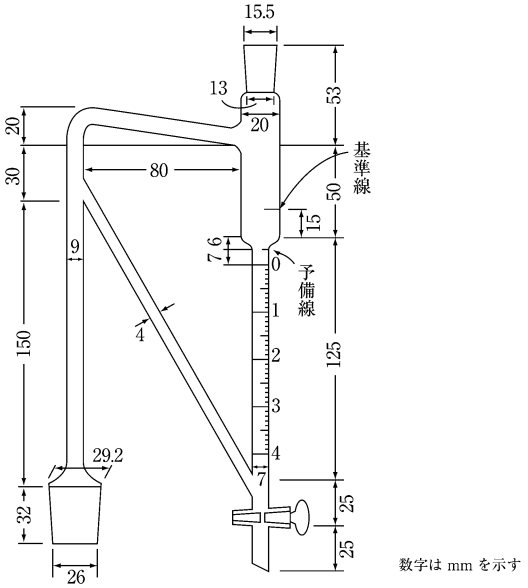


図5.01－1

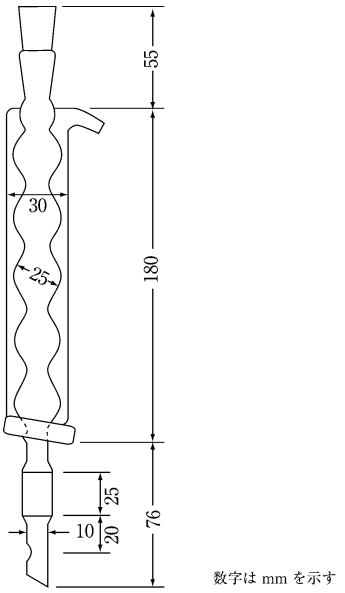


図5.01－2

10. 核磁気共鳴(NMR)法を利用した生薬及び漢方処方エキスの定量指標成分の定量

10.1. 核磁気共鳴(NMR)法を利用した定量技術の原理

物質を溶媒に溶解し，水素核検出核磁気共鳴(^{1}H NMR)を測定して得られるスペクトルは，測定した物質の化学構造によって異なる化学シフトに共鳴ピークを与えること，化学結合を通して隣接する炭素に結合する^{1}Hの数などに応じてピークが分裂を示すこと，信号強度(面積)が共鳴する^{1}Hの数に比例することなどから，物質の化学構造の決定に強力な分析法として多く利用されてきた．

NMRスペクトルでは，同一分子内の異なる環境にある水素核が，共鳴周波数に応じて異なる化学シフトを持つ分離したピークとして観測されるため，化学シフトが異なる二つのピーク強度を比較することが可能となり，それぞれのピークの面積S_iは，共鳴する^{1}H核の数N_i，溶液体積V，試料の質量m，分子量Mと純度p，励起パルス角β，信号を与える核の縦緩和時間T_{1i}，繰り返し積算を行う際の遅延時間T_rと平衡磁化M_0から

$$S_i \propto N_i \frac{m}{VM} p \sin\beta \frac{1 - e^{-T_r/T_{1i}}}{1 - e^{-T_r/T_{1i}}\cos\beta} M_0 \quad (1)$$

で示されることになる．ここで，添え字のiは異なるピークを示し，緩和時間は^{1}Hの環境によって異なる．NMRは一般に測定感度が良くないことからスペクトルを取得する際に積算して信号雑音比(SN比)を向上させる．このとき，測定対象物質の中で最も長いT_1より十分長い遅延時間T_rで積算すると，測定対象となる化合物の全てのピークに対して$1-e^{-T_r/T_1} \approx 1$の条件を

満たすことが可能である．構造解析に利用する場合には，遅延時間を十分長く取らず，SN比を向上するために積算回数を多くする条件，すなわち，検出感度優先の測定が行われているため，分子内のピーク面積と^{1}Hの数の比は精密に求められていない．しかしながら，定量性が確保される条件下で測定を行い，この関係を分子間に対して応用すれば，それぞれの分子数に応答した面積比が得られることになる．

この定量性を確保できる条件下で分子内の異なる化学シフトを示す共鳴ピーク(i，j)の面積を比較すると，

$$\frac{S_i}{S_j}=\frac{N_i}{N_j} \quad (2)$$

となり，ピーク面積が共鳴する^{1}Hの数に比例することが示される．

このようなピーク面積と^{1}Hの数の比例関係は，異なる2分子間に由来するピークにも適用することができる．この場合，試料溶液を測定する際の励起パルス角や溶液の体積は化合物によらず一定と考えられるので，得られる面積Sが測定対象の分子の純度，分子量，質量など測定する化合物のみに依存する値に比例した式(3)が得られることになる(a，sは，それぞれ測定対象物質と仲介物質(内標準物質)を示す)．

$$P_a=\frac{S_a}{S_s}\frac{N_s}{N_a}\frac{M_a}{M_s}\frac{m_s}{m_a}P_s \quad (3)$$

それぞれの分子が溶液中で反応などの相互作用を起こさないこと，異なる化学シフトに分離したピークを有することなど必要な条件はあるものの，この条件下で^{1}H NMR測定を行うことで，純度既知の標準物質があれば，測定対象物質の純度を評価できることになる．言い換えれば，正確な純度が付与された，分子量が既知の基準物質が上位標準として用意されれば，溶液^{1}H NMRを用いることで，同時に測定された同一溶液内の他の化合物の純度が決定できることを示している．この場合，基準物質が国際単位系(The International System of Units：SI)への計量トレーサビリティを確保している場合には，これを上位標準物質として測定対象化合物の純度をSIにトレーサブルな値として間接的に算出することができる．このような測定の場合，それぞれの試料を同じ溶媒中に溶解することになるが，現実の作業として，二つの化合物の質量をそれぞれ精密に量り取り，NMR測定溶媒に溶解させることが精度の高い測定のための重要な要素となる．

10.2. 定量NMR用基準物質と定量ソフトの供給

前述した原理による定量を定量NMR(qNMR)と呼ぶ．qNMR用基準物質は，公的な機関より供給される認証標準物質(NMIJ CRM)からSIトレーサブルな値付けをされたものが市販されている．取り扱いの容易な固体化合物として，^{1}H NMRで特異的な化学シフトに鋭い1本のピークを示す有機溶媒用の1,4－ビス(トリメチルシリル)ベンゼン－d_4 (1,4－BTMSB－d_4)，メタノール，ジメチルスルホキシド及び水系用の3－(トリメチルシリル)－1－プロパンスルホン酸－d_6－ナトリウム塩(DSS－d_6)，マレイン酸，ジメチルスルホンがある．また，NMRメーカーより，qNMRが容易に実施できるような測定ソフトも供給されている．

10.3. 日本薬局方における生薬・漢方処方エキス中の定量指標成分と定量分析用標品の設定

前述した原理に基づき，生薬中の定量指標成分として使用される試薬に対してqNMRを用いて正しい含量を値付けすることができれば，その試薬を計量トレーサビリティが保証された分析用標品として利用することが可能となる．バリデーション実験によれば，分子量300程度の測定対象化合物の場合，測定に10 mg程度使用すれば，使用機器間誤差を含めても通常の実験室レベルで，有効数字2桁を保証しながら値付けが可能である．通常，生薬中の定量指標成分の含量は最大でも数%であり，規制値も0.1%が最小単位であることから，天然物である生薬ごとのばらつきを考慮すれば，定量分析用標品の含量精度は有効数字2桁の保証で十分と考えられる．

qNMRによりSIトレーサブルな定量値(純度)が値付けされ，試薬・試液の項に規定された試薬は，定量分析用日本薬局方試薬として利用可能である．さらに，qNMRによって値付けされた試薬をHPLCなどの定量分析用標品として利用し，値付けされた試薬の純度(%)を換算し，対象化合物の定量値の算出に組み込んだ場合には，得られた定量値は，SIトレーサブルな値として扱うことが可能となる．なお，qNMRにより値付けされた試薬をHPLCによる定量分析用の標準物質として利用する場合は，定量分析の条件において，試薬の定量対象成分のピークに不純物が認められないことが前提であり，別途，フォトダイオードアレイ検出器，質量分析計などで確認しておく必要がある．

10.4. qNMR実施の際の注意事項

qNMRを実施するには，不純物のピークとの分離に要する分解能，更には検出感度を考慮して，少なくとも^{1}H核で400 MHz以上の共鳴周波数を持つ磁場で，^{13}C核について精度良くゲート付きデカップリングできる機器が必要である．また，プローブのチューニングとシムが最適に調整され，受信機の受信感度が適正な条件で測定する必要がある．

qNMRの実施対象となる定量用試薬については，9.41試薬・試液の項に試薬とqNMR用基準物質の採取量が規定されている．両者の秤量には高い精度が求められることから，採取量は，天びんの最小計量値以上でなければならない．規定された両者の採取量は，ウルトラミクロ化学はかりを使用してバリデートされた現実的な最低量を記載したものである．したがって，両者が完全に溶解できる場合には，量比を保った上，増量して測定した方が，スペクトルのSN比が改善され，ほとんどの場合より精度が高い測定となる．また，なるべく多い積算回数で測定する方が，スペクトルのSN比が改善され，より精度が高い測定となるが，数時間以上の測定となる場合には，磁場と機器の安定性を考慮する必要がある．また，重水素化率が高い重溶媒を使用する方が，若干ではあるが感度が向上する．さらにSN比が改善されると，スペクトル上これまで見えていなかった不純物シグナルが検出される場合がある．このような不純物に由来するシグナルの存在が明確になったときは，そのシグナルが存在する化学シフトの範囲は，絶対に積分対象としてはならない．また，NMR測定用重水素化溶媒やqNMR用基準物質の1,4－BTMSB－d_4やDSS－d_6においても，僅かな不純物のシグナルが観測されており，これらの不純物シグナルの範囲を，qNMRの測定の前に把握しておくことが重要である．さらに，測定溶媒中に長時間保存すると，僅かずつではあるが不純物シ

グナルが増えることが確認されており，qNMRの測定は，試料調製後，直ちに実施すべきである．なお，不純物シグナルの確認にはqNMR条件でNMRを測定する必要はないが，スピニングを行わず，^{13}C核のデカップリング条件下で測定した方が，サテライトシグナルとの区別が容易である．また，qNMRで使用するqNMR用基準物質1,4－BTMSB－d_4やDSS－d_6は，テトラメチルシラン(有機溶媒中)やDSS (重水中)を化学シフト(δ)の基準としたとき，それぞれ0.2 ppm，0.1 ppm程度の化学シフト値を持つが，qNMRを測定する際には，便宜上，これらのqNMR用基準物質の化学シフトを0 ppmとして，他のシグナルの化学シフトを示している．

なお，NMRで用いられる信号のSN比計算は信号強度／(2×雑音強度)の式で行われ，この雑音強度はノイズ領域の個々のノイズ強度を二乗平均平方根で求めた値である．

5.02 生薬及び生薬を主たる原料とする製剤の微生物限度試験法

生薬及び生薬を主たる原料とする製剤(生薬製剤)の微生物限度試験法には生菌数試験及び特定微生物試験が含まれる．原料又は製剤の任意の異なる数箇所(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．

Ⅰ． 生菌数試験

本試験は，好気的条件下で発育可能な中温性の細菌及び真菌を定量的に測定する方法である．

本試験は，原料や製剤が既定の微生物学的品質規格に適合するか否かを判定することを主目的としたものである．採取試料数も含めて指示どおりに試験を実施し，結果を判定する．

本試験法と同等以上であれば，微生物迅速法などを用いてもよい．

1. 基本手順

生菌数測定は，被験製品への外部からの微生物汚染を回避するように設計された条件下で行う．汚染を回避するための予防措置は，試験で検出しようとしているいかなる微生物に対しても影響を与えてはならない．

被験製品が抗菌活性を有する場合は，この抗菌活性を可能な限り除去又は中和する．この目的のために不活化剤を用いる場合は，その有効性と微生物に対する毒性がないことを確認する．

試料の調製に界面活性剤を使用する場合は，微生物に対する毒性がないこと，及び用いる不活化剤との間に相互作用がないことを確認する．

2. 生菌数測定法

製品の特性や要求される微生物限度値などに基づいて測定法を選択するが，選択した測定法は，規格に適合していることを判断するのに十分な試料量を試験できるものでなければならない．また，選択した方法の適合性を確認する．

3. 培地性能，測定法の適合性及び陰性対照

被験製品存在下における微生物検出能力を確認する．

また，試験結果に影響を及ぼすような試験法の変更や製品の処方変更があった場合には，再度，適合性を確認する．

3.1. 試験菌の調製

試験菌は標準化された安定な懸濁液を使用するか，又は次に示す手順で調製する．

なお，試験に用いる微生物は，最初のマスターシードロットからの継代数5回を超えないように，シードロット培養管理手法(シードロットシステム)を用いて管理する．細菌及び真菌の各試験菌について，表5.02－Ⅰ－1に示す条件でそれぞれ個別に培養する．

試験菌懸濁液の調製には，pH 7.0のペプトン食塩緩衝液又はpH 7.2のリン酸緩衝液を用いる．*Aspergillus brasiliensis*の胞子を懸濁させるために，緩衝液にポリソルベート80を0.05%加えてもよい．懸濁液は2時間以内，又は2 ～ 8℃に保存する場合は24時間以内に用いる．*Aspergillus brasiliensis*又は*Bacillus subtilis*の栄養型細胞の新鮮懸濁液を調製して希釈する代わりに，胞子懸濁液又は芽胞懸濁液を調製し，接種菌液として使用できる．それぞれの懸濁液は，保証された期間内は2 ～ 8℃で保存できる．

3.2. 陰性対照

試験状態を確認するために，試料液の代わりに使用した希釈液を用いて陰性対照試験を実施する．微生物の発育があってはならない．微生物の発育が認められた場合には，原因調査が必要である．また，陰性対照試験は「4.製品の試験」に記載の製品の試験においても実施する．

3.3. 培地性能

市販生培地についてはバッチごとに試験する．また，乾燥粉末培地又は各成分より調製した培地については，調製バッチごとに試験する．

表5.02－Ⅰ－1に示す微生物の少数(100 CFU以下)をソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の一部，ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地及びサブロー・ブドウ糖カンテン培地の平板に接種する．菌株ごとに別個の液体培地の一部又は平板を用い，表5.02－Ⅰ－1に示した条件でそれぞれ培養する．

カンテン培地では，接種菌の出現集落数は標準化された菌液の計測値の1／2から2倍以内でなければならない．新鮮培養菌を用いて試験する場合は，有効性が確認された培地バッチで以前に得られた発育と同等の発育が認められる．

液体培地では，有効性が確認された培地バッチで以前に得られた発育と同等の発育が認められる．

3.4. 製品存在下での測定法の適合性

3.4.1. 試料の調製

試料の調製法は，被験製品の物理学的特性に依存する．以下に記載した方法が満足できるものでない場合は，別な方法を確立する．

試料の分散又は希釈には，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ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を用いる．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中に分散又は溶解する．分散又は溶解した試料は，更に，10分間混和する．なお，付着菌の回収率の低い被験製品については同様の操作を繰り返し，試料液とする．試料の性質によっては，規定

表5.02－Ⅰ－1 試験菌の調製と使用法

微生物	試験菌の調製	培地性能		製品存在下での生菌数測定法の適合性	
		総好気性微生物数	総真菌数	総好気性微生物数	総真菌数
Staphylococcus aureus 例えば，ATCC 6538，NCIMB 9518，CIP 4.83 又は NBRC 13276	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 30 ～ 35℃ 18 ～ 24 時間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地* 及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦3 日間		ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地／MPN ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5 日間	
Pseudomonas aeruginosa 例えば，ATCC 9027，NCIMB 8626，CIP 82.118 又は NBRC 13275	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 30 ～ 35℃ 18 ～ 24 時間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地* 及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦3 日間		ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地／MPN ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5 日間	
Bacillus subtilis 例えば，ATCC 6633，NCIMB 8054，CIP 52.62 又は NBRC 3134	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 30 ～ 35℃ 18 ～ 24 時間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地* 及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦3 日間		ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地／MPN ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5 日間	
Candida albicans 例えば，ATCC 10231，NCPF 3179，IP 48.72 又は NBRC 1594	サブロー・ブドウ糖カンテン培地又はサブロー・ブドウ糖液体培地 20 ～ 25℃ 2 ～ 3 日間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地* ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5 日間	抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20 ～ 25℃ ≦5 日間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5 日間 MPN：適用せず	抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20 ～ 25℃ ≦5 日間

微生物	試験菌の調製	培地性能		製品存在下での生菌数測定法の適合性	
		総好気性微生物数	総真菌数	総好気性微生物数	総真菌数
Aspergillus brasiliensis 例えば，ATCC 16404，IMI 149007，IP 1431.83 又は NBRC 9455	サブロー・ブドウ糖カンテン培地又はポテト・デキストロースカンテン培地 20 ～ 25℃ 5 ～ 7 日間，又は良好な胞子形成が認められるまで	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地* ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5 日間	抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20 ～ 25℃ ≦5 日間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30 ～ 35℃ ≦5 日間 MPN：適用せず	抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20 ～ 25℃ ≦5 日間

* TTC試液又はアムホテリシンB試液を添加する場合は添加剤を加えた培地について確認する．アムホテリシンB試液を添加する場合は *C.albicans* 及び *A.brasiliensis* は実施不要．

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．分散しやすくするために，例えばポリソルベート80 (濃度：1 g/L)のような界面活性剤を加えることができる．必要ならば，pH 6 ～ 8に調整する．さらなる希釈が必要な場合は同じ希釈液で調製する．

3.4.2. 接種及び希釈

100 CFU以下の接種菌を得るのに十分な量の試験菌懸濁液を3.4.1.で調製した試料液及び対照(試料を含まない)に加える．

接種する試験菌懸濁液の量は，試料液量の1%を超えてはならない．

製品からの許容可能な微生物回収結果を得るために，最も低い希釈率の試料液を用いて試験する．抗菌活性又は低溶解度のために，最も低い希釈率の試験法を使えない場合は，更に適切な試験手順を確立する．

試料による発育阻止が避けられない場合には，中和，希釈又はろ過の後に試験菌懸濁液を加えてもよい．

3.4.3. 抗菌活性の中和／除去

3.4.2.及び3.4.4.に示した手順に従って試験を行い，試料液から回収された菌数と，対照から回収された菌数とを比較する．

発育が阻害される場合(試料液からの回収菌数が，対照からの回収菌数の1／2未満の場合)は，正しい結果を得るために，生菌数測定の方法を変更する．方法の変更には，例えば(1)希釈液又は培地の増量，(2)特異的又は一般的な中和剤の希釈液への添加，(3)膜ろ過，又は(4)上記の手段の組合せが含まれる．

中和剤：抗菌剤の活性を中和するため，中和剤を用いることができる．中和剤は，選定した希釈液又は培地に，可能な限り滅菌前に添加する．中和剤を用いた場合は，その有効性と微生物に対する毒性がないことを，製品を含まずに中和剤のみを加えたブランク試験で確認する．

適切な中和法が確立できない場合には，その製品の持つ殺菌活性のために，接種菌が分離できないとみなす．したがって，その製品が接種菌と同種の菌やその近縁種によって汚染されている可能性は低いと考える．しかし，その製品がこれらの微生物の一部を阻害するだけで，試験菌株以外の菌株は阻害しない可能性もあるので，微生物の発育とその許容基準に見合った最も低い濃度で試験を行う．

3.4.4. 製品存在下での微生物回収

表5.02－Ⅰ－1に記載されている微生物ごとに個別に試験する．添加した微生物のみを対象に測定する．

3.4.4.1. メンブランフィルター法

メンブランフィルターは，孔径0.45 μm以下のものを使用する．フィルターの材質は，被験試料の成分によって細菌捕集能力が影響されないように注意して選択する．表5.02－Ⅰ－1の微生物ごとに1枚のメンブランフィルターを用いる．

3.4.1. ～ 3.4.3.の記載どおりに調製した試料の適量(可能であれば製品の1 g相当量，又は多数の集落の形成が予測される場合はそれ以下)をメンブランフィルターに移し，直ちにろ過し，適量の希釈液でメンブランフィルターを洗浄する．

メンブランフィルターを，総好気性微生物数(total aerobic microbial count ; TAMC)測定用としてソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の表面に，総真菌数(total combined yeasts／moulds count ; TYMC)測定用として抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地の表面に移す．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地には，かびがカンテン培地上に拡散する場合や真菌の発育のためにTAMCの許容基準を超えることが予測される場合は，抗真菌剤アムホテリシンB試液を添加することができる．表5.02－Ⅰ－1に示した条件で平板を培養後，集落数を測定する．

3.4.4.2. カンテン平板法

カンテン平板法は，各培地に対して少なくとも2枚の平板を用いて実施し，結果はそれぞれの平板の測定菌数の平均値を用いる．

(ⅰ) カンテン平板混釈法：直径9 cmのペトリ皿を使用する場合，3.4.1. ～ 3.4.3.の記載どおりに調製した試料を1 mL分注する．これにあらかじめ45℃以下に保温した15 ～ 20 mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又は抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地で混和する．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地には，試料中に混在する生薬の組織片などと集落を識別するためにTTC試液を添加することができる．また，かびがカンテン培地上に拡散する場合や真菌の発育のためにTAMCの許容基準を超えることが予測される場合は，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．抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地においては，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添加することができる．より大きなペトリ皿を用いる場合は，それに応じてカンテン培地量を増加する．表5.02－Ⅰ－1に挙げた微生物ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用いる．

表5.02－Ⅰ－1に示した条件で平板培地を培養する．培地ごとに菌数の算術平均をとり，集落数を算出する．

(ⅱ) カンテン平板表面塗抹法：直径9 cmのペトリ皿を使用する場合は，15 ～ 20 mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又は抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地を約45℃で加えて固化させ，例えば，層流式キャビネット又は恒温器の中で平板培地の表面を乾燥させる．使用カンテン培地の添加試薬などは，カンテン平板混釈法と同様である．より大きなペトリ皿を用いる場合は，それに応じてカンテン培地量を増加する．表5.02－Ⅰ－1に挙げた微生物ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用いる．3.4.1. ～ 3.4.3.の記載どおりに

試料を調製し，その0.1 mL以上を正確に測定して培地表面全体に広げる．3.4.4.2.(ⅰ)の規定どおりに培養し，測定する．

3.4.4.3. 最確数(MPN)法

MPN法の精度及び正確さは，メンブランフィルター法又はカンテン平板法よりも劣っている．特にかびの測定に対しては信頼性が低い．これらの理由のために，MPN法は他に利用できる方法がない状況下でのTAMCの測定に用いられる．本法を適用する場合は，以下のように行う．

3.4.1. ～ 3.4.3.の記載どおりに，製品の少なくとも3連続の10倍段階希釈系列を調製する．各希釈段階からそれぞれ1 g又は1 mLずつをとり，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地が9 ～ 10 mL入っている3本の試験管にそれぞれ接種する．必要ならば，ポリソルベート80のような界面活性剤，又は抗菌剤の不活化剤を培地に添加することができる．したがって，3段階の希釈系列を調製した場合には，9本の試験管に接種することになる．

全ての試験管を30 ～ 35℃で3日間を超えない期間培養する．被験製品の性質によって結果の判定が困難あるいは不確かな場合は，同じ培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地に移植後，同じ温度で1 ～ 2日間培養し，これらの結果を用いる．表5.02－Ⅰ－2から被験製品1 g又は1 mL当たりの微生物の最確数を求める．

表5.02－Ⅰ－2 微生物の最確数

各セットにおける微生物増殖を示す試験管数の組合せ 試験管当たりの製品のg又はmL数			製品1 g又は1 mL当たりの最確数	95%信頼限界
0.1	0.01	0.001		
0	0	0	<3	0 ～ 9.4
0	0	1	3	0.1～ 9.5
0	1	0	3	0.1～ 10
0	1	1	6.1	1.2～ 17
0	2	0	6.2	1.2～ 17
0	3	0	9.4	3.5～ 35
1	0	0	3.6	0.2～ 17
1	0	1	7.2	1.2～ 17
1	0	2	11	4 ～ 35
1	1	0	7.4	1.3～ 20
1	1	1	11	4 ～ 35
1	2	0	11	4 ～ 35
1	2	1	15	5 ～ 38
1	3	0	16	5 ～ 38
2	0	0	9.2	1.5～ 35
2	0	1	14	4 ～ 35
2	0	2	20	5 ～ 38
2	1	0	15	4 ～ 38
2	1	1	20	5 ～ 38
2	1	2	27	9 ～ 94
2	2	0	21	5 ～ 40
2	2	1	28	9 ～ 94
2	2	2	35	9 ～ 94
2	3	0	29	9 ～ 94
2	3	1	36	9 ～ 94
3	0	0	23	5 ～ 94
3	0	1	38	9 ～ 104
3	0	2	64	16 ～ 181
3	1	0	43	9 ～ 181
3	1	1	75	17 ～ 199
3	1	2	120	30 ～ 360
3	1	3	160	30 ～ 380
3	2	0	93	18 ～ 360
3	2	1	150	30 ～ 380
3	2	2	210	30 ～ 400
3	2	3	290	90 ～ 990
3	3	0	240	40 ～ 990
3	3	1	460	90 ～1980
3	3	2	1100	200 ～4000
3	3	3	>1100	

3.5. 結果及び判定

メンブランフィルター法又はカンテン平板法の適合性を確認するとき，いずれの試験菌の平均計測値も，3.4.2.で定義した製品が存在しない対照の計測値の1／2 ～ 2倍以内でなければならない．MPN法の適合性を確認するとき，試験菌の計測値は，対照から得られる結果の95%信頼限界の範囲内でなければならない．

記述したいずれの方法においても，試験菌のうち1菌種でも上記の基準に満たない場合には，基準に最も近くなる方法と試験条件で製品を試験する．

4. 製品の試験

4.1. 試料の採取と調製

生薬又は製剤の収納容器から，無作為に選び出す．必要量の試料を得るために，十分な数の容器の内容物を混合する．別に規定するもののほか，次の方法によって採取し，測定用の試料を調製する．

(ⅰ) 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．

(ⅱ) 大形の生薬はよくかき混ぜた後，試料250 ～ 500 gを採取し，切断生薬を調製する．

(ⅲ) 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以上を採取し，必要に応じて切断生薬を調製する．

(ⅳ) 液状の生薬又は製剤，固形の生薬又は製剤は混和した後採取する．

4.2. 製品の試験

4.2.1. メンブランフィルター法

フィルターを培地に移すことができるように設計されているろ過装置を用いる．

3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製し，適量を2枚のメンブランフィルターの各々に移して直ちにろ過する．適合性が確認された方法に従って，各フィルターを洗浄する．

1枚のメンブランフィルターは，TAMCの測定のためにソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の表面に，他の1枚のメンブランフィルターは，TYMCの測定のために抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地の表面に移す．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を30 ～ 35℃で5 ～ 7日間，抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地を20 ～ 25℃で5 ～ 7日間培養する．

製品1 g又は1 mL当たりの集落数を算出する．

4.2.2. カンテン平板法

(ⅰ) カンテン平板混釈法：3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製する．それぞれの培地に対し，希釈段階ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用意する．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地は30 ～ 35℃で5 ～

7日間培養し，抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地は20 ～ 25℃で5 ～ 7日間培養する．集落数がTAMCでは250未満，TYMCでは50未満で，かつ最も多い集落数を示す希釈度のカンテン培地を選び出す．培地ごとに菌数の算術平均をとり，製品1 g又は1 mL当たりの集落数を算出する．

(ⅱ)　カンテン平板表面塗抹法：3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製する．それぞれの培地に対し，希釈段階ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用意する．培養及び集落数の算出は，カンテン平板混釈法に記載されているとおりに行う．

4.2.3.　最確数法

3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製し，希釈する．全ての試験管を30 ～ 35℃で3 ～ 5日間培養する．必要ならば，適合性が示された方法で移植培養する．希釈段階ごとに，微生物の増殖が認められる試験管数を記録する．

表5.02－Ⅰ－2から被験製品1 g又は1 mL当たりの微生物の最確数を求める．

4.3.　結果の判定

ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を使用して測定される集落数を，総好気性微生物数(TAMC)とする．この培地上に真菌の集落が検出されても，TAMCとして測定する．抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地を使用して測定される集落数を，総真菌数(TYMC)とする．この培地上に細菌の集落が検出されても，TYMCとして測定する．結果の判定に細菌の影響がないと予測される場合には，抗生物質を含まないサブロー・ブドウ糖カンテン培地を使用しても良い．

MPN法で計測を行う場合は，算出値はTAMCとする．

推奨される溶液及び培地は，「Ⅱ.特定微生物試験」に記載されている．

Ⅱ.　特定微生物試験

本試験は，規定の条件下で検出可能な特定微生物が存在しないか，又はその存在が限られているかを判定する方法である．

本試験は，原料や製剤が既定の微生物学的品質規格に適合するか否かを判定することを主目的にしたものである．採取試料数も含めて指示どおりに試験を実施し，結果を判定する．

本試験法と同等以上であれば，微生物迅速法などを用いてもよい．

1.　基本手順

試料の調製は，「Ⅰ.生菌数試験」に記載されているとおりに行う．

被験製品が抗菌活性を有する場合は，「Ⅰ.生菌数試験」に記載されているように可能な限りこの抗菌活性を除去又は中和する．

試料の調製に界面活性剤を使用する場合は，「Ⅰ.生菌数試験」に記載されているように，微生物に対する毒性がないこと，及び用いる不活化剤との間に相互作用がないことを確認する．なお，希少生薬及びその製剤については，リスク評価に基づき，試料量と培地量を適宜，調整することができる．

2.　培地性能，試験法の適合性及び陰性対照

被験製品存在下においても微生物を検出する能力があることを確認する．また，試験結果に影響を及ぼすような試験法の変更や製品の処方変更があった場合には，再度，適合性を確認する．

2.1.　試験菌の調製

試験菌は標準化された安定な懸濁液を使用するか，又は次に示す手順で調製する．

なお，試験に用いる微生物は，最初のマスターシードロットからの継代数5回を超えないように，シードロット培養管理手法(シードロットシステム)を用いて管理する．

各細菌試験用菌株を，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地中，又はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地上で，それぞれ30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．

Staphylococcus aureus (黄色ブドウ球菌)：例えば，ATCC 6538，NCIMB 9518，CIP 4.83又はNBRC 13276，

Pseudomonas aeruginosa (緑膿菌)：例えば，ATCC 9027，NCIMB 8626，CIP 82.118又はNBRC 13275，

Escherichia coli (大腸菌)：例えば，ATCC 8739，NCIMB 8545，CIP 53.126又はNBRC 3972，

Salmonella enterica subsp.*enterica* serovar Typhimurium (サルモネラ)：例えば，ATCC 14028

又は代替として

Salmonella enterica subsp.*enterica* serovar Abony (サルモネラ)：例えば，NBRC 100797，NCTC 6017又はCIP 80.39，

試験菌懸濁液の調製には，pH 7.0のペプトン食塩緩衝液又はpH 7.2のリン酸緩衝液を用いる．懸濁液は2時間以内，又は2 ～ 8℃に保存する場合は24時間以内に用いる．

2.2.　陰性対照

試験状態を確認するために，試料液の代わりに使用した希釈液を用いて陰性対照試験を実施する．微生物の発育があってはならない．微生物の発育が認められた場合には，原因調査が必要である．また，陰性対照試験は「3.製品の試験」においても実施する．

2.3.　培地性能

市販生培地についてはバッチごとに試験する．また，乾燥培地又は成分から調製した培地については，調製バッチごとに試験する．

表5.02－Ⅱ－1に記載したように，関連培地について適切な特性を確認する．

(ⅰ)　液体培地の発育促進特性試験：適切な培地の一部に適切な少数の微生物(100 CFU以下)を接種する．規定された温度で培養し，培養時間は，試験法で規定されている培養期間の最短時間以内とする．有効性が確認された培地バッチで，以前に得られた発育と同等の発育が認められる．

(ⅱ)　固体培地の発育促進特性試験：各平板培地に適切な少数の微生物(100 CFU以下)を接種し，カンテン平板表面塗抹法で行う．規定された温度で培養し，培養時間は，試験法で規定されている培養期間の最短時間以内とする．有効性が確認された培地バッチで，以前に得られた発育と同等の発育が認められる．

(ⅲ)　液体又は固体培地の選択特性試験：適切な培地に適切な微生物を少なくとも100 CFU接種する．規定された温度で培養し，培養時間は試験法で規定されている培養期間の最長時間以上とする．試験菌の発育を認めない．

(ⅳ)　固体培地の鑑別特性試験：各平板培地に適切な少数の微生物(100 CFU以下)を接種し，カンテン平板表面塗抹法で行う．規定された温度で培養し，培養時間は試験法で規定されている

培養期間の範囲内とする．鑑別反応は，有効性が確認された培地バッチで以前に得られたものと同等である．

(v) 液体培地の鑑別特性試験：適切な培地の一部に適切な少数の微生物(100 CFU以下)を接種する．規定された温度で培養し，培養時間は試験法で規定されている培養期間の範囲内とする．鑑別反応は，有効性が確認された培地バッチで以前に得られたものと同等である．

2.4. 試験法の適合性

被験製品ごとに，3.の関連段落に記載されたとおりに試料を調製する．規定の増菌培地に混合するときに各試験菌を添加する．試験菌は個別に接種する．また，接種した試験液中の菌数が100 CFU以下相当となるような数の微生物を使用する．

3.の関連段落に記載されたとおりに試験する．ただし，規定された最短培養期間で試験する．

特定微生物は，3.に記載された鑑別反応と共に検出されなければならない．

製品に抗菌活性が認められる場合には，試験方法の変更が必要になる(「Ⅰ.生菌数試験」の3.4.3.を参照)．

ある特定の製品において，規定された方法ではその微生物に対する抗菌活性を中和することができない場合には，抑制された微生物はその製品中には存在しないとみなしてよい．

表5.02－Ⅱ－1 培地の発育促進，選択及び鑑別特性

培地	特性	試験菌株
胆汁酸抵抗性グラム陰性菌試験		
モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地	発育促進	*E.coli* 及び *P.aeruginosa*
	選択	*S.aureus*
バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地	発育促進及び鑑別	*E.coli* 及び *P.aeruginosa*
大腸菌試験		
マッコンキー液体培地	発育促進	*E.coli*
	選択	*S.aureus*
マッコンキーカンテン培地	発育促進及び鑑別	*E.coli*
大腸菌用の酵素基質培地	発育促進及び鑑別	*E.coli*
サルモネラ試験		
ラパポート・バシリアジス・サルモネラ増菌液体培地	発育促進	*Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Typhimurium 又は *Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Abony
	選択	*S.aureus*
XLD (キシロース・リシン・デソキシコール酸)カンテン培地	発育促進及び鑑別	*Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Typhimurium 又は *Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Abony
サルモネラ用の酵素基質培地	発育促進及び鑑別	*Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Typhimurium 又は *Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Abony
黄色ブドウ球菌試験		
7.5%食塩加ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地	発育促進	*S.aureus*
フォーゲル・ジョンソンカンテン培地	発育促進及び鑑別	*S.aureus*
	選択	*E.coli*
ベアード・パーカーカンテン培地	発育促進及び鑑別	*S.aureus*
	選択	*E.coli*
マンニット・食塩カンテン培地	発育促進及び鑑別	*S.aureus*
	選択	*E.coli*

3. 製品の試験

3.1. 胆汁酸抵抗性グラム陰性菌

3.1.1. 試料調製及び前培養

被験製品を1 g以上採り，その10倍希釈液を「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製するが，希釈液としてはソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を用い，混合後，菌を蘇生させるために20 ～ 25℃で培養する．ただし，増菌を促すほどの時間であってはならない(通例2時間であり，5時間を超えないこと)．

3.1.2. 選択培養

3.1.1.に記載されている調製液及び／又はその希釈液であって，それぞれ被験製品の0.1 g，0.01 g，0.001 g，0.0001 g (又は0.1 mL，0.01 mL，0.001 mL，0.0001 mL)相当量を含む4濃度中連続する3濃度の希釈液を目標とする許容限度に応じて適量のモーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地に接種する．30 ～ 35℃で24 ～ 48時間培養後，バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地に各培養液を移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．

3.1.3. 判定

集落の発育が認められた場合は，陽性と判定する．陽性結果を与える製品の最小量と陰性結果を与える最大量に注目し，表5.02－Ⅱ－2から胆汁酸抵抗性グラム陰性菌の推定数を求める．

表5.02－Ⅱ－2 結果の判定

製品の各量に対する結果				製品 1 g 又は 1 mL 当たりの細菌の推定数
0.1 g 又は 0.1 mL	0.01 g 又は 0.01 mL	0.001 g 又は 0.001 mL	0.0001 g 又は 0.0001 mL	
＋	＋	＋	＋	10^4 より大きい
＋	＋	＋	－	10^4 より小さく，10^3 より大きい
＋	＋	－	－	10^3 より小さく，10^2 より大きい
＋	－	－	－	10^2 より小さく，10 より大きい
－	－	－	－	10 より小さい

3.2. 大腸菌

3.2.1. 定性試験

3.2.1.1. 試料調製及び前培養

被験製品を1 g以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製した10倍希釈液の10 mL，あるいは1 g又は1 mL相当量を(2.4.で決定した)適切な量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種し，混合後，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．

3.2.1.2.　**選択培養**

容器を振り，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の1 mLをマッコンキー液体培地10 mLに接種する．44±0.5℃で24 ～ 48時間培養後，マッコンキーカンテン培地に移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 72時間培養する．マッコンキーカンテン培地に代えて，CHEカンテン培地やESC培地などの適当な大腸菌試験用の酵素基質培地を用いることができる．酵素基質培地を用いる場合は，培地ごとに指定された条件で培養する．

3.2.1.3.　**判定**

マッコンキーカンテン培地で，周囲に赤みがかかった沈降線の帯を持つ赤レンガ色の集落の発育が認められた場合，又は酵素基質培地で大腸菌に該当する性状を示す集落又は反応が認められた場合は，陽性を疑い，同定試験により確認する．

大腸菌に該当する性状を示す集落又は反応が認められないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.2.2.　**定量試験**

3.2.2.1.　**試料調製及び前培養**

「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製した10倍希釈液よりそれぞれ被験製品の0.1 g，0.01 g，0.001 g (又は0.1 mL，0.01 mL，0.001 mL)相当量を，(2.4.で決定した)適切な量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種し，混合後，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．

3.2.2.2.　**選択培養**

容器を振り，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の1 mLをマッコンキー液体培地10 mLに接種する．44±0.5℃で24 ～ 48時間培養後，マッコンキーカンテン培地に移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 72時間培養する．マッコンキーカンテン培地に代えて，CHEカンテン培地やESC培地などの適当な大腸菌試験用の酵素基質培地を用いることができる．酵素基質培地を用いる場合は，培地ごとに指定された条件で培養する．

3.2.2.3.　**判定**

マッコンキーカンテン培地で周囲に赤みがかかった沈降線の帯を持つ赤レンガ色の集落の発育が認められた場合，又は酵素基質培地で大腸菌に該当する性状を示す集落又は反応が認められた場合は，陽性を疑い，同定試験により確認する．

陽性結果を与える製品の最小量と陰性結果を与える最大量に注目し，表5.02－Ⅱ－3から大腸菌の推定数を求める．

表5.02－Ⅱ－3　結果の判定

製品の各量に対する結果			
0.1 g 又は 0.1 mL	0.01 g 又は 0.01 mL	0.001 g 又は 0.001 mL	製品1 g又は1 mL 当たりの細菌の推定数
＋	＋	＋	10^3より大きい
＋	＋	－	10^3より小さく，10^2より大きい
＋	－	－	10^2より小さく，10より大きい
－	－	－	10より小さい

3.3.　**サルモネラ**

3.3.1.　**試料調製及び前培養**

被験製品を10 g又は10 mL採り，(2.4.で決定した)適量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種し，混合後，30 ～ 35℃で18 ～ 24時間培養する．

3.3.2.　**選択培養**

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地0.1 mLをラパポート・バシリアジス・サルモネラ増菌液体培地10 mLに接種する．42±0.5℃で18 ～ 24時間培養後，XLDカンテン培地に移植し，30 ～ 35℃で18 ～ 48時間培養する．XLDカンテン培地に代えて，CHSカンテン培地やESⅡカンテン培地などの適当な酵素基質培地を用いることができる．酵素基質培地を用いる場合は，培地ごとに指定された条件で培養する．

3.3.3.　**判定**

XLDカンテン培地で中心部の黒点の有無に関わらず十分に発育した赤色集落が認められた場合，又は酵素基質培地でサルモネラに該当する性状を示す集落の反応が認められた場合は，陽性を疑い同定試験により確認する．

記載されている種類の集落又は反応が認められないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.4.　**黄色ブドウ球菌**

3.4.1.　**試料調製及び前培養**

被験製品を1 g以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製した10倍希釈液の10 mL，あるいは1 g又は1 mL相当量を(2.4.で決定した)適量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種して混合し，30 ～ 35℃で24 ～ 48時間培養する．

3.4.2.　**選択増菌培養**

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地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℃で24 ～ 48時間培養する．

3.4.3.　**選択培養**

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．

3.4.4.　**判定**

表5.02－Ⅱ－4に示す特徴を持った集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

表5.02－Ⅱ－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

なお，以下のセクションは情報提供を目的に記載する．

4.　**推奨される溶液，培地及び試液**

以下の溶液，培地及び試液は，薬局方の微生物試験で規定されている目的にかなったものである．適合性が確認されれば，他の培地を用いてもよい．

(ⅰ)　リン酸緩衝液，pH 7.2

水と保存緩衝液を混合(800：1)して調製し，滅菌する．

保存緩衝液：リン酸二水素カリウム34 gを500 mLの水で溶解し，水酸化ナトリウム試液を加えてpH 7.0 ～ 7.4に調整後，水を加えて1000 mLとし，混合する．容器に分注して滅菌する．2 ～ 8℃で保存する．

(ⅱ) ペプトン食塩緩衝液，pH 7.0

リン酸二水素カリウム	3.6 g
リン酸水素二ナトリウム二水和物	7.2 g
(リン酸塩 0.067 mol に相当する)	
塩化ナトリウム	4.3 g
ペプトン(肉製又はカゼイン製)	1.0 g
水	1000 mL

確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅲ) 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
ブドウ糖一水和物	2.5 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で7.1 ～ 7.5になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅳ) 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

滅菌後のpHが25℃で7.1 ～ 7.5になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅴ) サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ブドウ糖	40.0 g
ペプトン(肉製及びカゼイン製 1 : 1)	10.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で5.4 ～ 5.8になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．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を高圧蒸気滅菌前に加えてもよい．

(ⅵ) ポテト・デキストロースカンテン培地

ジャガイモ浸出液	200 g
ブドウ糖	20.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で5.4 ～ 5.8になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅶ) サブロー・ブドウ糖液体培地

ブドウ糖	20.0 g
ペプトン(肉製及びカゼイン製 1 : 1)	10.0 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で5.4 ～ 5.8になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅷ) 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
ブドウ糖一水和物	5.0 g
乾燥ウシ胆汁	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二水和物	8.0 g
ブリリアントグリン	15 mg
水	1000 mL

加熱後のpHが25℃で7.0 ～ 7.4になるようにpHを調整する．
100℃で30分間加熱し，直ちに冷却する．

(ⅸ) バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地

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
塩化ナトリウム	5.0 g
ブドウ糖一水和物	10.0 g
カンテン	15.0 g
ニュートラルレッド	30 mg
クリスタルバイオレット	2 mg
水	1000 mL

加熱後のpHが25℃で7.2 ～ 7.6になるようにpHを調整する．
煮沸するまで加熱する．オートクレーブで加熱してはならない．

(ⅹ) マッコンキー液体培地

ゼラチン製ペプトン	20.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
乾燥ウシ胆汁	5.0 g
ブロモクレゾールパープル	10 mg
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で7.1 ～ 7.5になるようにpHを調整する．
確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅺ) マッコンキーカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	17.0 g
ペプトン(肉製及びカゼイン製)	3.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
胆汁酸塩	1.5 g
カンテン	13.5 g
ニュートラルレッド	30 mg
クリスタルバイオレット	1 mg
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で6.9 ～ 7.3になるようにpHを調整する．
絶えず振り混ぜながら1分間煮沸させてから，確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅻ) ラパポート・バシリアジス・サルモネラ増菌液体培地

ダイズ製ペプトン	4.5 g
塩化マグネシウム六水和物	29.0 g
塩化ナトリウム	8.0 g
リン酸水素二カリウム	0.4 g
リン酸二水素カリウム	0.6 g
マラカイトグリーン	36 mg
水	1000 mL

若干加温しながら溶かし，115℃を超えない温度で，確認さ

れたサイクルで高圧蒸気滅菌する．加熱及び高圧蒸気滅菌後のpHが25℃で5.0 ～ 5.4になるようにpHを調整する．

(xiii)　XLD (キシロース・リシン・デソキシコール酸)カンテン培地

キシロース	3.5 g
L－リシン	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	80 mg
カンテン	13.5 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	6.8 g
クエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)	0.8 g
水	1000 mL

加熱後のpHが25℃で7.2 ～ 7.6になるようにpHを調整する．煮沸するまで加熱し，50℃まで冷却してからペトリ皿に注ぎ込む．オートクレーブで加熱してはならない．

(xiv)　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
ブドウ糖一水和物	2.5 g
水	1000 mL

(iii)のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地(5.0 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，滅菌後にpH 7.1 ～ 7.5になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xv)　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	25 mg
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．滅菌後にpH 7.0 ～ 7.4になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌後，45 ～ 50℃に冷却する．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．

(xvi)　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．滅菌後にpH 6.6 ～ 7.0になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌後，45 ～ 50℃に冷却する．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．

(xvii)　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
牛肉エキス	1.0 g
D－マンニトール	10.0 g
塩化ナトリウム	75.0 g
カンテン	15.0 g
フェノールレッド	25 mg
水	1000 mL

振り混ぜながら加熱して1分間煮沸する．滅菌後のpHが25℃で7.2 ～ 7.6になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

大腸菌用の酵素基質培地

以下に例示するような酵素基質培地で，性能が確認されたものを使用する．

(xviii)　CHEカンテン培地

カゼイン製ペプトン	5.0 g
酵母エキス／肉エキス混合物	3.3 g
選択剤と特殊酵素基質混合物	9.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

加熱後のpHが25℃で5.8 ～ 6.2になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌，又は煮沸するまで加熱し，50℃まで冷却してからペトリ皿に注ぎ込む．

(xix)　ESC培地

ペプトン	5.0 g
硝酸カリウム	1.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
ラウリル硫酸ナトリウム	0.1 g
ピルビン酸ナトリウム	1.0 g
イソプロピル－β－チオガラクトピラノシド	0.1 g
リン酸二水素カリウム	1.0 g
リン酸水素二カリウム	4.0 g
5－ブロモ－4－クロロ－3－インドリル－β－D－ガラクトピラノシド	0.1 g
4－メチルウンベリフェリル－β－D－グルクロニド	0.1 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で6.9 ～ 7.3になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

サルモネラ用の酵素基質培地

以下に例示するような酵素基質培地で，性能が確認されたものを使用する．

(xx)　CHSカンテン培地

ペプトン	5.0 g
酵母エキス	2.0 g
塩化ナトリウム	0.8 g
その他塩類	7.2 g
選択剤と特殊酵素基質混合物	4.9 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

加熱後のpHが25℃で7.4 ～ 7.8になるようにpHを調整する．煮沸するまで加熱し，50℃まで冷却してからペトリ皿に注ぎ込む．オートクレーブで加熱してはならない．

(xxi)　ESII カンテン培地

ペプトン	10.0 g
酵母エキス	1.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
リン酸水素二ナトリウム	1.0 g
チオ硫酸ナトリウム	1.0 g
デオキシコール酸ナトリウム	1.0 g
D－マンニトール	15.0 g
ニュートラルレッド	0.03 g
合成酵素基質	0.45 g
ノボビオシン	0.02 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

滅菌後のpHが25℃で7.2 ～ 7.6になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．50℃まで冷却してからペトリ皿に注ぎ込む．

(xxii)　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を加え，γ線滅菌したもの．

(xxiii)　TTC試液

2,3,5－トリフェニル－2*H*－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，確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．遮光して保存する．

(xxiv)　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．

調製法

(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：確認されたサイクルで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，確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

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．

1. 試料の調製

本剤10個につき，できるだけ清潔な場所で，5 gずつを取り出し，それぞれを直径60 mmの平底ペトリ皿に入れる．平底ペトリ皿に蓋をし，85 ～ 110℃で2時間加熱して基剤を完全に溶かした後，揺り動かさないように注意しながら室温で放置し，固まらせる．内容量が5 g未満の場合には，全量をなるべく完全に取り出し，同様に操作する．

2. 操作法

平底ペトリ皿を反転し，ミクロメーターの付いた40倍以上の倍率の顕微鏡を用い，光源を上方45°の角度より照射し，それぞれの平底ペトリ皿の底の50 μm以上の金属性異物の数を数える．

試験に用いる平底ペトリ皿は，泡，傷などがなく，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．

3. 判定

本剤10個の50 μm以上の金属性異物の合計数は50個以下であり，かつ個々の平底ペトリ皿のうち金属性異物が8個を超えるものが1枚以下のときは適合とする．これに適合しないときは，更に20個について同様に試験し，本剤30個の金属性異物の合計が150個以下であり，かつ個々の平底ペトリ皿のうち金属性異物が8個を超えるものが3枚以下のときは適合とする．

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のうち，調和合意において，調和の対象とされた項中非調和となっている項の該当箇所は「◆ ◆」で，調和の対象とされた項以外に日本薬局方が独自に規定することとした項は「◇ ◇」で囲むことにより示す．
三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

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回服用量又は複数個で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，液剤，懸濁剤，乳剤又はゲルからなる局所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，全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．

(ⅰ) ◇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)．

(ⅱ) 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などの固形製剤を個別容器に封入したもの．

(ⅲ) ◇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などの固形製剤で，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．

(ⅳ) 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，(ⅳ)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．

(ⅰ) 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．

(ⅱ) 液剤又は半固形製剤：試料10個について，それぞれ定量する．個々の容器から通常の使用法に従って内容物を取り出し，よく混合し，表示量当たり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．

1.1. 判定値の計算

次の式に従って判定値を計算する．

$$|M-\overline{X}|+ks$$

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除したもの)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

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	含量／有効成分濃度 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－この表の上記の剤形に分類されない製剤のうち，坐剤，経皮吸収型製剤(貼付剤)，及び有効成分の全身作用を目的とした皮膚に適用する半固形製剤などを含む.			CU	CU

CU：含量均一性試験，MV：質量偏差試験

68 **表6.02－2**

変数	定義	条件	値
$\overline{X}$	表示量に対する%で表した個々の含量の平均 (x_1，x_2，…，x_n)		
x_1，x_2，…，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	2.4
		試料数nが30のとき	2.0
s	標準偏差		$\sqrt{\dfrac{\sum_{i=1}^{n}(x_i-\overline{X})^2}{n-1}}$
RSD	相対標準偏差(平均値に対し，%で表した標準偏差)		$\dfrac{100s}{\overline{X}}$
M(ケース1) $T \leqq 101.5$ の場合に適用	基準値	$98.5\% \leqq \overline{X} \leqq 101.5\%$	$M=\overline{X}$ ($AV=ks$)
		$\overline{X}<98.5\%$	$M=98.5\%$ ($AV=98.5-\overline{X}+ks$)
		$\overline{X}>101.5\%$	$M=101.5\%$ ($AV=\overline{X}-101.5+ks$)
M(ケース2) $T>101.5$ の場合に適用	基準値	$98.5\% \leqq \overline{X} \leqq T$	$M=\overline{X}$ ($AV=ks$)
		$\overline{X}<98.5\%$	$M=98.5\%$ ($AV=98.5-\overline{X}+ks$)
		$\overline{X}>T$	$M=T\%$ ($AV=\overline{X}-T+ks$)
判定値(AV)			一般式：$\lvert M-\overline{X}\rvert+ks$ (種々の場合の計算は上に示した)
$L1$	判定値の最大許容限度値		$L1=15.0$ 他に規定する場合を除く.
$L2$	個々の含量のMからの最大許容偏差	個々の含量の下限値は$0.75M$，上限値は$1.25M$($L2=25.0$とする)	$L2=25.0$ 他に規定する場合を除く.
T	表示量に対する%で表した製造時における個々の製剤中の目標含量．各条で別に規定する場合を除き，Tは100.0%とする．ただし，医薬品，医療機器等の品質，有効性及び安全性の確保等に関する法律に基づく承認の際に規定した場合はこの限りではない.		

69 項で示したように，表示量に対する%として表す．試料30個
70 以上をとり，下記に示す方法に従って試験する．
71 (i) 素錠又はフィルムコーティング錠：試料10個について
72 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，
73 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%
74 で表す．判定値を計算する．
75 (ii) 硬カプセル剤：試料10個について，試料と質量の対応性
76 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．

(iii) 軟カプセル剤：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．

(iv) 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．

(v) 液剤：試料10個について，通常の使用法に従って取り出した内容液の質量を正確に量る．必要ならば，密度を用いて容量に換算する．取り出した個々の内容液の質量又は容量と定量法により求めた含量から含量推定値を計算し，表示量に対する％で表す．判定値を計算する．

2.1. 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，$\overline{X}$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，…，x_n：試料1個に含まれる有効成分含量の推定値

$$x_i = w_i \times \frac{A}{\overline{W}}$$

w_1，w_2，…，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％)

$\overline{W}$：個々の質量(w_1，w_2，…，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．

(i) 固形製剤，半固形製剤及び液剤：初めの試料10個について判定値を計算し，その値が$L1$％を超えないときは適合とする．もし判定値が$L1$％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30個の試料の判定値が$L1$％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$(1-L2\times0.01)M$以上で，かつ$(1+L2\times0.01)M$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，$L1$を15.0，$L2$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．

1. **操作法**

18号(850 μm)及び30号(500 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．

試料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，上蓋をした後，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．

1. 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．

2. 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±2℃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±2℃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)

$$=(b-a)\times 2\times t/s$$

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)

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

◆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填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填されており，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℃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. カートリッジ剤又は充填済みシリンジ剤

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．

1. **第１法**

溶液，懸濁液又は乳濁液である注射剤，及び用時溶解又は用時懸濁して用いる注射剤の溶解液などはこの方法による．

容器の外部を清浄にし，白色光源の直下，2000 ～ 3750 lx の明るさの位置で，肉眼で白黒それぞれの色の背景において約5秒ずつ観察するとき，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．

なお，観察しにくい場合は適宜観察時間を延長するものとする．

2. **第２法**

用時溶解又は用時懸濁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，添付された溶解液など若しくは注射用水を用いて溶解又は懸濁し，白色光源の直下，2000 ～ 3750 lxの明るさの位置で，肉眼で白黒それぞれの色の背景において約5秒ずつ観察するとき，明らかに認められる不溶性異物を含んではならない．なお，観察しにくい場合は適宜観察時間を延長するものとする．

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

注射剤(輸液剤を含む)の不溶性微粒子とは，これら製剤中に意図することなく混入した，気泡ではない容易に動く外来性，不溶性の微粒子である．

不溶性微粒子を測定する方法は2種あり，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1法で試験し，次に第2法で試験する必要がある．全ての注射剤が両法で試験できるとは限らず，透明性が低い若しくは粘性の高い乳剤，コロイド，リポソーム，又は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．

1. 第1法 光遮蔽粒子計数法

1.1. 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．◆

1.1.1. ◆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水に分散させる．

1.1.1.1. 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±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．

1.1.1.2. 電気法

多チャンネル波高分析器を用い，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．

1.1.1.3. 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．

1.1.2. 試料容量精度

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．

1.1.3. 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．

1.1.4. 計数精度

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，閾値設定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±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．

1.1.4.1. 粒径分解能

次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%を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．

(ⅰ) 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

(ⅱ) 装置の応答信号を多チャンネル波高分析器を用いて分級し，そのヒストグラムの広がりを求める電気法

(ⅲ) 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

1.1.4.2. 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．

1.1.4.3. 閾値設定精度

5 μm以上の計数値の50%を計数する閾値粒径が試験粒子の平均粒径の±5%以内であること．◆

1.2. 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，水でよくす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水でろ過器の内外を上から下へ洗い流す．試験液の一部を，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，微粒子試験用水の微粒子数は規定内であるかなど，5 mLの微粒子試験用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，微粒子試験用水を再測定すると共に，ガラス器具及びろ過器の洗浄を繰り返す．

1.3. 操作法

容器を20回連続して，ゆっくり上下を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剝がす．容器開口部の外表面を微粒子試験用水で洗浄し，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，超音波を照射するなど適切な方法により，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個以上の容器の内容物を集め，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，微粒子試験用水で希釈し，25 mLとしてもよい．微粒子試験用水が適当でない場合，微粒子について微粒子試験用水と同等の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，微粒子試験用水に溶解する．微粒子試験用水が適当でない場合，微粒子について微粒子試験用水と同等の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て10容器以下とすることができる．

試験液を5 mL以上ずつ4画分採取し，10 μm以上及び25 μm以上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液の平均微粒子数を計算する．

1.4.　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．規定する値を超えたときは，第2法で試験する．

A：表示量が100 mL◆以上◆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．

2.　第2法　顕微鏡粒子計数法

2.1.　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，ろ過部位全てにわたって動かすことのできる可動ステージ及び照明装置を備えたもので，100±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倍の倍率で直径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，直線目盛りの相対誤差は±2%以内である．

照明装置は，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，適切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．

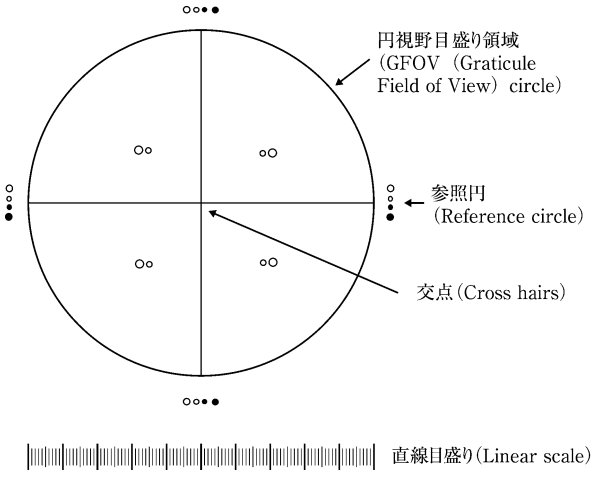


図6.07－1　円形直径目盛り

2.2.　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は，加温した洗剤液で十分に洗浄した後，水でよくす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水でメンブランフィルター及びろ過器の内外を上から下へ洗い流す．

ガラス器具やメンブランフィルターは清潔か，微粒子試験用水の微粒子数は規定内であるかなどについて，50 mLの微粒子試験用水を用いて下記の操作を行い，試験環境が適切であるかどうかを検査する．メンブランフィルターのろ過部分にある10 μm以上の微粒子数が20個を超える場合，又は25 μm以上の微粒子数が5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，微粒子試験用水を再測定すると共に，ガラス器具及びろ過器の洗浄を繰り返す．

2.3.　操作法

容器を20回連続して，ゆっくり上下を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剝がす．容器開口部の外表面を微粒子試験用水で洗浄し，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個以上の容器の内容物を集め，清潔な容器に移す．適当と判断できれば，微粒子試験用水で希釈し，25 mLとしてもよい．微粒子試験用水が適当でない場合，微粒子について微粒子試験用水と同等の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，微粒子試験用水に溶解する．微粒子試験用水が適当でない場合，微粒子について微粒子試験用水と同等の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て10容器以下とすることができる．

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の微粒子試験用水でぬらす．複数の容器から集めた試験液又は1容器中の試験液を，必要ならば漏斗に徐々に注いで，吸引ろ過する．ろ過後，微粒子試験用水を噴射し，フィルターホルダーの内壁を洗い込む．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

をペトリ皿に移し，覆いを僅かに開けてフィルターを風乾する．風乾後，ペトリ皿を顕微鏡のステージ上に置き，反射光下，メンブランフィルター上にある10 μm以上及び25 μm以上の微粒子を計数する．フィルターの一視野の微粒子を計数し，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の大きさを決める過程では，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，視野目盛り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，黒の参照円の外径を用いて測定する．

顕微鏡粒子計数法では無定形，半固形，又はメンブランフィルター上の汚れ若しくは変色したように見える形状が不明瞭なものについては，大きさや数が測定されない．これらの物質は表面の凹凸がほとんどなく，ゼラチン状又はフィルム様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．

2.4. 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◆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．

◆3. 試薬

微粒子試験用水：孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターを通した水で，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当たり10 μm以上のもの5個以下，25 μm以上のもの2個以下である．◆

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．

1. 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．

(ⅰ) 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．

(ⅱ) 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．

(ⅲ) 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水を用いて洗浄する．

2. 試薬

(ⅰ) 微粒子試験用水：用時，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターを用いてろ過して製した水で，10 μm以上の不溶性微粒子数は，100 mL当たり10個以下である．

3. 操作法

3.1. 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水で洗浄した後，微粒子試験用水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，蓋をずらして50℃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．さらに微粒子試験用水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，蓋をずらして50℃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．

3.2. 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，添付された溶解液に溶解した後，試料量は25 mLとする．

3.3. 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水で洗浄した容器に試料25 mLを量り，懸濁溶解用液又は適当な溶解用溶媒を適当量加えて，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．

3.4. 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．

4. 判定

本剤1 mL中の個数に換算するとき，300 μm以上の不溶性微粒子が1個以下であるときは適合とする．

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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

崩壊試験法は，錠剤，カプセル剤，◆顆粒剤，シロップ用剤，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．

1. 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±2℃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．

(ⅰ) 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個開けた直径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．

(ⅱ) 補助盤：補助盤は，各条にその使用が規定されている場合にのみ，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四つ等間隔にある．台形は対称形で，上下の平行線は，中心軸から6 mmにある隣接した二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1.5 ～ 1.8 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，表面は全て滑らかである．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限られる．

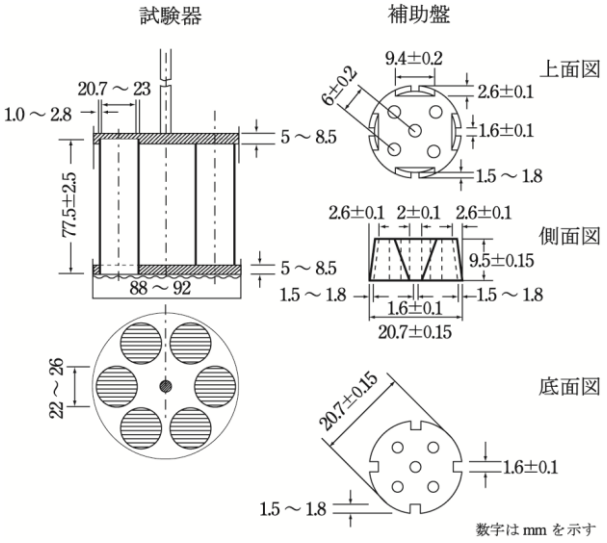


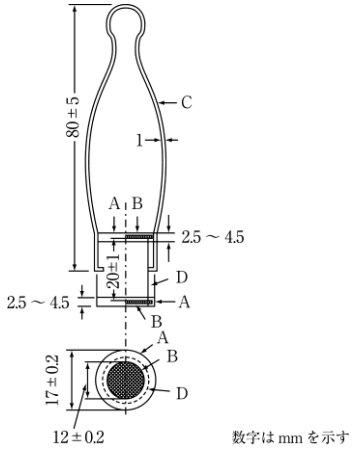
図6.09－1 崩壊試験装置

◆(ⅲ) 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塡したカプセル剤を試験するときに用いる．◆

2. 操作法

2.1. 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±2℃で試験器を作動させる．◆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る．◆ 全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



A及びD：プラスチック筒
B：網目の開き0.42 mm，線径0.29 mmの耐酸性の網
C：耐酸性針金の取手

◆図6.09－2 補助筒◆

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．◆

◆顆粒剤及びシロップ用剤については，30号ふるい(500 μm)を用いて製剤の粒度の試験法〈6.03〉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℃で試験器を作動させる．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，崩壊したものとする．全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個の試料のうち16個以上の試料が完全に崩壊した場合，適合とする．◆

◆2.2. 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液による二つの試験を別々に行う．

2.2.1. 腸溶錠及び腸溶性カプセル剤

(ⅰ) 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剤が壊れた場合，又は腸溶性皮膜が開口，破損した場合，崩壊したものとする．全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個の試料のうち16個以上の試料が崩壊しない場合，適合とする．

(ⅱ) 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．

2.2.2. 腸溶顆粒剤及び腸溶顆粒を充填したカプセル剤

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〈6.03〉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，次の試験を行う．

(ⅰ) 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．

(ⅱ) 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．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

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．

1. 装置

1.1. 回転バスケット法の装置（装置１）

装置は，蓋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℃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．撹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，試料及び撹拌状態を観察できるようにする．容器は底部が半円球の円筒形で，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，容器に蓋をする[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(SUS316)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．

1.2. 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，撹拌部には撹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，撹拌翼の垂直方向の軸が回転軸の中心を貫通し，撹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，容器の内底と撹拌翼の下端との距離は25±2 mmに固定する．撹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ものを用いる．試験中に撹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．撹拌翼と

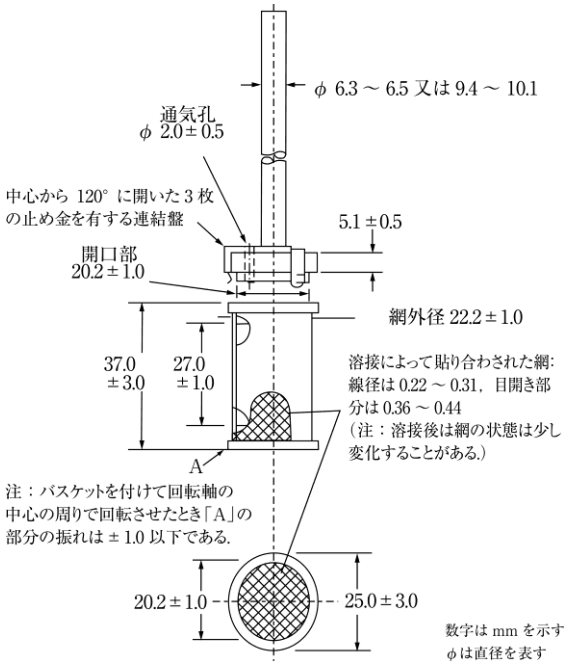


図6.10－1 装置１，回転軸及びバスケットの部分

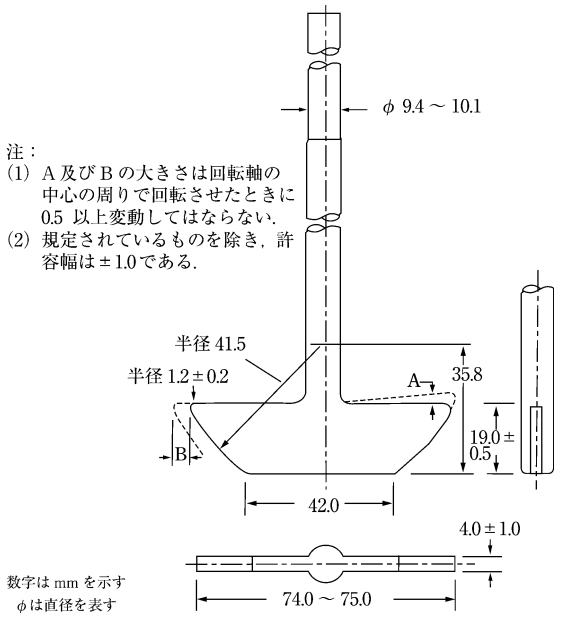
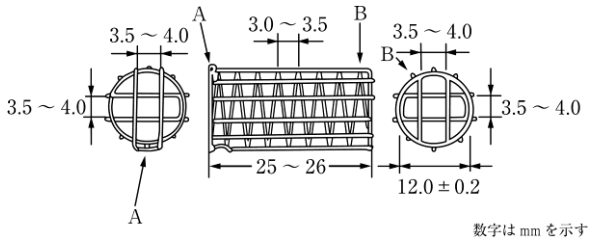


図6.10－2 装置２，回転軸及びパドルの撹拌翼部分

回転軸は，化学的に不活性にするために適当な被覆剤で覆うことができる．試料は，撹拌翼の回転を始める前に，◆通例，◆容器の底部に沈める．試料が浮く場合には，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ないシンカー又は例として図6.10－2aに示したシンカーを試料に取り付けることができる．また，それら以外のバリデートされたシンカーを用いることもできる．◆シンカーを使用することが規定されている場合，シンカーは別に規定するもののほか，図6.10－2aに示したものを用いる．◆



A：耐酸性針金の留め金
B：耐酸性針金の支柱

図6.10－2a シンカーの仕様例

1.3. フロースルーセル法の装置 （装置３）

装置は，試験液の貯槽と送液用ポンプ，フロースルーセル，試験液を37±0.5℃に保つための恒温水槽からなる．フロースル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，フロースル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 ～ 16 mLの送液が可能で標準的な毎分4，8，16 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±5%)で送液でき，脈流の波形は毎分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．フロースルーセル法による溶出試験では，送液速度と，脈流の有無が規定されなければならない．

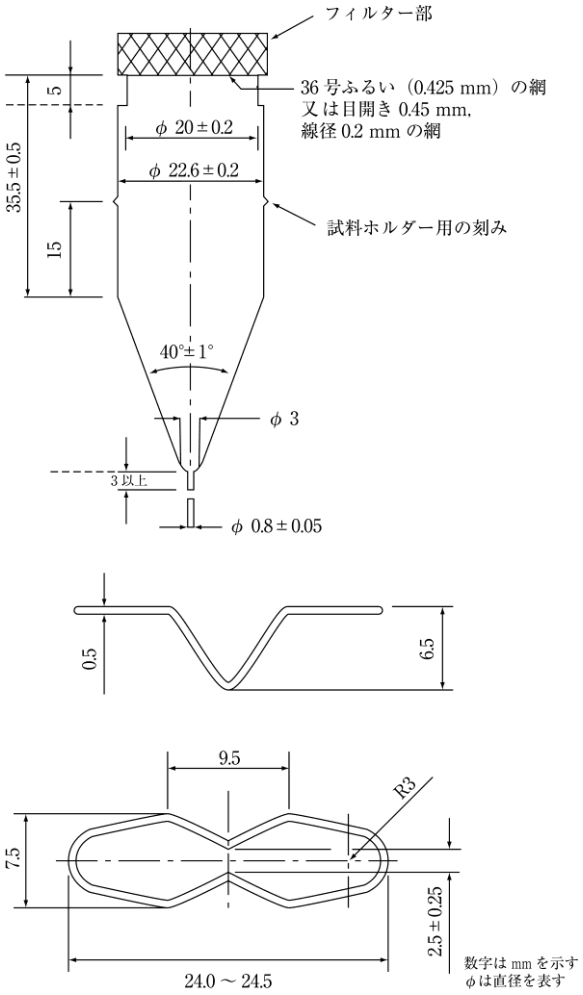
透明で化学的に不活性な材質でできたフロースルーセル(図6.10－3及び6.10－4参照)を垂直に設置し，セルの上部には，未溶解の粒子が流失するのを防ぐため，(医薬品各条で規定された)フィルターシステムを装着する．標準的なセルの直径は12及び22.6 mmで，セルの下部にある円錐の先端に試験液導入チューブを保護するために直径約5 mmのビーズを置き，その上に直径約1 mmのガラスビーズを入れ円錐内を満たす．特殊な剤形では，ホルダー(図6.10－3及び6.10－4参照)を使用して試料を保持することができる．フロースルーセルは恒温水槽に沈め，温度を37±0.5℃に保つ．

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スル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．接続チューブにはポリテトラフルオロエチレ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．

2. 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，(フロースルーセル法では)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．



(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.)

図6.10－3 装置３

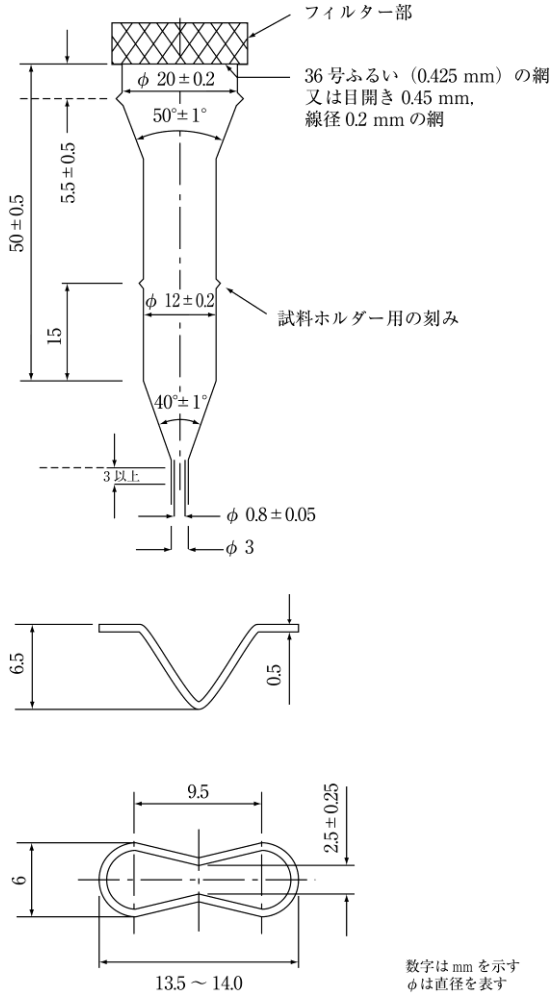
3. 操作

3.1. 回転バスケット法及びパドル法

3.1.1. 即放性製剤

(ⅰ) 操作：規定された容器に規定された容量(±1%)の試験液を入れ，装置にセットする．試験液を37±0.5℃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が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作動させる．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℃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，容器には蓋をし，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．



(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.)

図6.10−4 装置3

(ii) 試験液：適切な試験液を用いる．規定された液量は，20 ～ 25℃での計量値に相当する．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果に影響を及ぼす場合には，試験の前に脱気する[4].)

(iii) 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±2%以内で試験液を採取する．

3.1.2. 徐放性製剤

(i) 操作：即放性製剤の項と同じ．

(ii) 試験液：即放性製剤の項における指示と同じ．

(iii) 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．

3.1.3. 腸溶性製剤

(i) ◆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．◆

(ii) ◆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．◆

(iii) ◆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±2%以内に採取する．

3.2. フロースルーセル法

3.2.1. 即放性製剤

(i) 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±0.5℃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．

(ii) 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．

(iii) 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．

3.2.2. 徐放性製剤

(i) 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．

(ii) 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．

(iii) 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．

4. 判定

4.1. 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．◆

4.1.1. 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．S1又はS2を満たさない場合には，S3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
S1	6	個々試料からの溶出率がQ+5%以上.
S2	6	12個(S1+S2)の試料の平均溶出率≧Q, Q−15%未満のものがない.
S3	12	24個(S1+S2+S3)の試料の平均溶出率≧Q, Q−15%未満のものが2個以下, Q−25%未満のものがない.

4.1.2. ◆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全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．◆

4.2. 徐放性製剤

4.2.1. ◆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．L1又はL2を満たさない場合には，L3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
L1	6	全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，全ての個々の溶出率が規定された値以上である．
L2	6	12個(L1＋L2)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(L1＋L2)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±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．
L3	12	24個(L1＋L2＋L3)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(L1＋L2＋L3)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．さらに，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．

4.2.2. ◆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全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．◆

4.3. 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．

4.3.1. 判定法１

(ⅰ) 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．A2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，A3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
A1	6	個々の試料からの溶出率が10%以下.
A2	6	12個(A1＋A2)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.
A3	12	24個(A1＋A2＋A3)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.

(ⅱ) ◆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．B1又はB2を満たさない場合には，B3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
B1	6	個々試料からの溶出率がQ＋5%以上.
B2	6	12個(B1＋B2)の試料の平均溶出率≧Q， Q－15%未満のものがない.
B3	12	24個(B1＋B2＋B3)の試料の平均溶出率≧Q， Q－15%未満のものが2個以下， Q－25%未満のものがない.

4.3.2. ◆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全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) 蓋を用いる場合には，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，ろ過が不必要な場合を除いて，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：試験液をかき混ぜながら41℃に加温し，直ちに吸引下かき混ぜながら孔径0.45 μm以下のフィルターを用いてろ過し，更に，5分間減圧下でかき混ぜる．他のバリデーションされた脱気方法を用いてもよい.

6.11 点眼剤の不溶性異物検査法

点眼剤の不溶性異物検査法は，点眼剤中の不溶性異物の有無を調べる検査法である．

容器の外部を清浄にし，白色光源を用い，3000 ～ 5000 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ない．

6.12 粘着力試験法

本試験法は，貼付剤の粘着力を測定する方法である．貼付剤の粘着力を測定する粘着力試験法には，ピール粘着力試験法，傾斜式ボールタック試験法，ローリングボールタック試験法及びプローブタック試験法がある．

試験は，別に規定するもののほか24±2℃で行う．ただし，温度が24±2℃の許容範囲を維持できない場合は，できるだけ近い許容範囲を設定する．

1. 試料の調製

試料の調製は，別に規定するもののほか，以下の方法による．試料は，アルミ包材などの湿度の影響を受けない包装を用い，24±2℃で12時間以上放置する．なお，試料は，必要に応じて適切な大きさに裁断することができる．また，試料の粘着面には，ほこりが付着していないことを目視で確認し，素手で触れたり，他の異物が付着しないように注意する．

2. 試験用器具の洗浄方法

粘着力試験用の試験板，ボール及びプローブの洗浄には，アセトン，2－ブタノン，エタノール(99.5)，酢酸エチル，ヘプタン，水及びメタノールなどの洗浄溶剤を使用する．洗浄に用いる布などは，使用中に糸くず，ほこりが発生せず柔らかくて吸収性があり，洗浄溶剤に溶ける添加物を含まないガーゼ，脱脂綿やウエスなどを用いる．洗浄溶剤を清浄な布などにしみ込ませて表面を拭き，更に新しい布などで乾燥するまで繰り返し拭く．この操作は目視により清浄になったと判断されるまで繰り返す．仕上げに，アセトン，2－ブタノン又は他の適切な溶剤を布などにしみ込ませて表面を拭き，更に新しい布などで乾燥するまで繰り返し拭く．洗浄したものは10時間以内に試験に使用する．また，表面を指で触れないようにし，損傷又は汚染しないように保存する．汚れや変色，多数の傷が見られるものは使用してはならない．新しい試験板，ボール及びプローブは，洗浄溶剤をしみ込ませた布などで十分に拭き取り，更に，使用前に上記の洗浄方法で清浄にする．

3. 測定法

3.1. ピール粘着力試験法

ピール粘着力試験法は，試験板に試料を貼り付けた後，試料を180°又は90°方向に引き剝がすのに要する力を測定する方法である．

3.1.1. 装置

装置は圧着装置，引張試験機からなる．圧着装置(装置の例図6.12－1a及び図6.12－1b)は，試料を圧着する際にローラーの質量だけが圧力として試料にかかる構造とする．直径85±2.5 mm，幅45±1.5 mm，厚さ約6 mmの日本産業規格

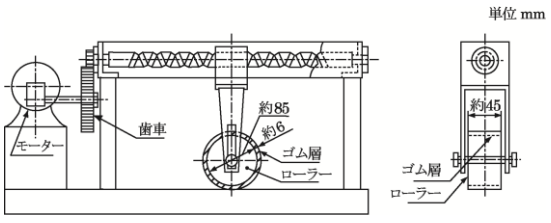


図6.12－1a 自動式圧着装置の例

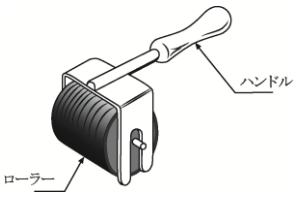


図6.12－1b 手動式圧着装置の例

Z 0237:2009に規定する材質の圧着ローラー用ゴムで被われた鋼のローラー，又はそれに準じたローラーであって，その形状は正確な円柱で，表面は凹凸のないものでなければならない．また，ローラーの質量は，2000±100 g又は1000±50 gとする．

粘着力試験用試験板は，別に規定するもののほか，日本産業規格Z 0237:2009に規定するもの又は同等のものを用いる．

引張試験機は，相対指示誤差±1.0%のものを用いる．測定値の表示方法は，アナログ式，デジタル式，デジタル記録式及びチャート記録式のいずれを用いてもよい．

3.1.2. 操作法

試料は，一端に掴みしろを設けられるように調製し，粘着面を出してから5分以内に試験板に圧着装置を用いて貼り付ける．貼付に際しては，貼付前に試験板と試料を接触させないように，試験板の上に試料をたるませて掴みしろを持ち，試料をローラーで長辺方向に圧着しながら試験板に貼付する．これによって試料と試験板との間に空気が入るのを防ぐ．空気が入った場合は，この試料は使用しない．圧着はローラーを毎秒約10 mmの速度で2往復させて行うか，毎秒約5 mmの速度で1往復行い，圧着は一定荷重で行う．試料はローラー圧着後，所定の時間(例えば，30±10分)にピール粘着力試験を行う．幅17 mm以上の試料は，質量2 kgの圧着ローラーを用い，17 mm未満の試料は，1 kgの圧着ローラーを使用することができる．

3.1.2.1. 180°ピール粘着力試験法

引張試験機の上部と下部に試験板と試料を固定する部品として上部チャックと下部チャックを準備する．図6.12－2aに180°ピール粘着力試験測定用装置の一例を示す．試料を剝がす時は，背面が重なるように試料の掴みしろを持って180°に折り返す．引張試験機の下部チャックに試験板の片端を固定し，上部チャックに試料の掴みしろを固定する．次に，引張試験機を，引張速度毎秒5.0±0.2 mmで動かし測定を開始する．測定開始後，最初の25%の長さの測定値は無視する．その後試験板から引き剝がされた50%の長さの粘着力測定値を平均し，ピール粘着力試験の値とする．単位はN/cmで表記する．

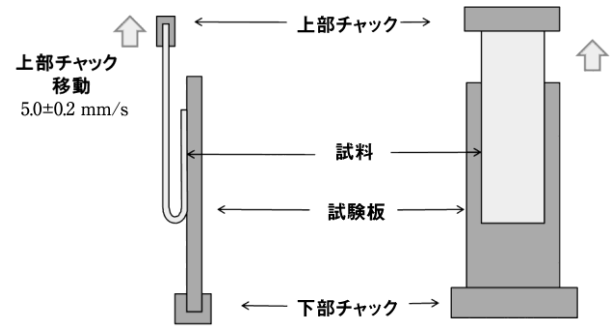


図6.12－2a 180°ピール粘着力測定装置の例

3.1.2.2. 90°ピール粘着力試験法

図6.12－2bに90°ピール粘着力試験測定用装置の一例を示す．

試料の掴みしろを上部チャックに固定し，試料を90°に折り返す以外は，180°ピール粘着力試験法と同一方法で試験を行う．

3.2.　傾斜式ボールタック試験法

傾斜式ボールタック試験法は，傾斜板でボールを転がし，停止するボールの最大の大きさを測定する方法である．

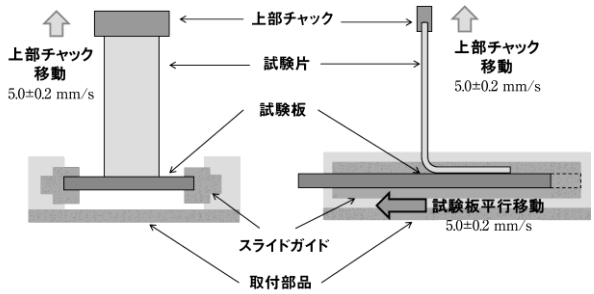


図6.12－2b　90°ピール粘着力測定装置の例

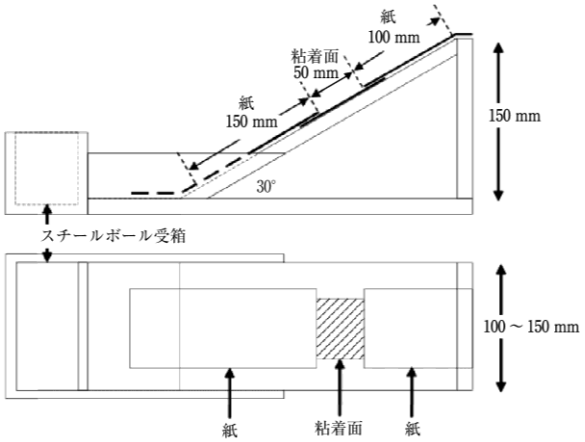


図6.12－3　傾斜式ボールタック試験用転球装置の例

3.2.1.　装置

3.2.1.1.　転球装置

傾斜角が30°で300 mm以上の傾斜面を有する傾斜板を用いる．図6.12－3にその一例を示す．

3.2.1.2.　ボール

粘着力試験用ボールは，No.2 ～ 32を用いる．粘着力試験用ボールは材質が日本産業規格G 4805:2008に規定する高炭素クロム軸受鋼鋼材のSUJ2，精度が日本産業規格B 1501:2009に規定する転がり軸受用の硬球の等級G40以上のものを用いる．ボールのNo.及び寸法を表6.12－1に示す．

3.2.2.　操作法

転球装置を測定台上に水準器を用いて水平に固定する．別に規定するもののほか，幅10 mm，長さ70 mm以上の大きさの試料とする．試料を傾斜板上の所定の位置に粘着面を上にして固定し，助走路用の紙などを，試料の上端の位置に貼り付ける．助走路の長さは100 mmとする．試料を固定するとき，浮いたり，しわになったり曲がったりしないように注意し，縁が湾曲し，浮いている場合には，その部分を他の粘着テープなどで板上に固定する．その後中央に50 ～ 100 mmの粘着面を残し，下端を適当な紙などで覆う．粘着面の上端と下端を覆う紙などはボールが滑らずに転がる適切な材質を用いる．

ボールを傾斜板の上端より転がし，粘着面で停止した最大のボールのナンバー(No.)を傾斜式ボールタック試験の測定値とする．

表6.12－1　ボールのNo.及び寸法　直径(mm)は参考値

No.	直径 (インチ)	直径 (mm)	No.	直径 (インチ)	直径 (mm)
1	1/32	0.8	17	17/32	13.5
2	1/16	1.6	18	9/16	14.3
3	3/32	2.4	19	19/32	15.1
4	1/8	3.2	20	5/8	15.9
5	5/32	4.0	21	21/32	16.7
6	3/16	4.8	22	11/16	17.5
7	7/32	5.6	23	23/32	18.3
8	1/4	6.4	24	3/4	19.1
9	9/32	7.1	25	25/32	19.8
10	5/16	7.9	26	13/16	20.6
11	11/32	8.7	27	27/32	21.4
12	3/8	9.5	28	7/8	22.2
13	13/32	10.3	29	29/32	23.0
14	7/16	11.1	30	15/16	23.8
15	15/32	11.9	31	31/32	24.6
16	1/2	12.7	32	1	25.4

3.3.　ローリングボールタック試験法

ローリングボールタック試験法は，傾斜板で一定の大きさのボールを試験開始位置から転がした後，ボールが停止するまでの距離を測定する方法である．

3.3.1.　装置

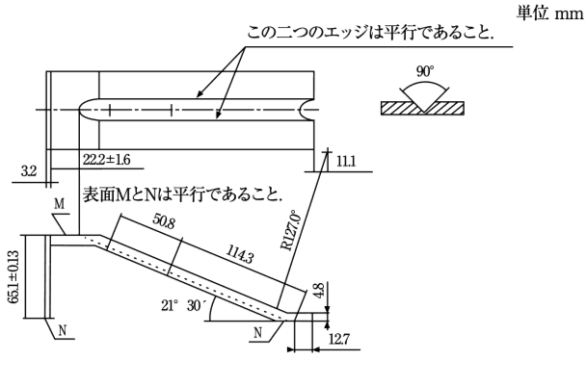
3.3.1.1.　転球装置

転球装置は，角度21.5°の傾斜をもつ構造のもので，図6.12－4にその一例を示す．

3.3.1.2.　ボール

試験のボールは，別に規定するもののほか3.2.1.2.に示す粘着力試験用ボールNo.14 (直径7／16インチ)を用いる．

単位 mm



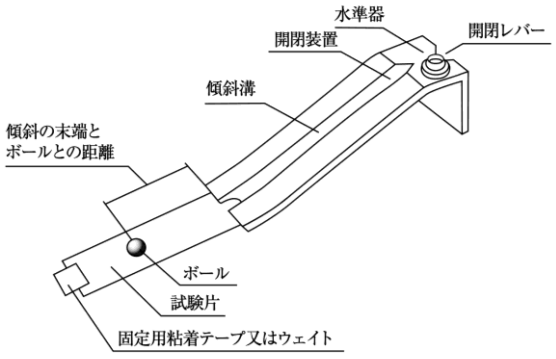


図6.12－4　ローリングボールタック試験用転球装置の例

3.3.2.　操作法

試料は平滑で硬い平面の測定板上に粘着テープなどを用いて固定する．試料を固定するとき，浮いたり，しわになったり又は曲がったりしないように注意し，縁が湾曲し，浮いている場合には，その部分を他の粘着テープなどで板上に固定する．試料が固定されている測定台上に水準器を用いて転球装置を水平に固定する．ボールを試験開始位置に置いて転がす．

ボールが粘着面で停止したときの距離を測定する．停止距離は，傾斜面の末端から粘着剤とボールが接触している中心までの長さを求め，ローリングボールタック試験の値とする．単位はmmで表記する．

3.4.　プローブタック試験法

プローブタック試験法は，貼付剤の粘着面に規定された円柱状のプローブを短時間接触させた後，引き剝がすときの力を測定する方法である．

3.4.1.　装置

装置は，プローブ，試料台，応力検出器からなり，ウエイトリングなどにより一定荷重を一定時間与えることができる機構を有する．粘着力試験用プローブは別に規定するもののほか，材質はSUS304，表面粗さは二乗平均平方根粗さ(*Rq*)が250 ～ 500 nm，直径5 mmのものを使用する．また，装置には，貼付剤の粘着面とプローブとの接触及び引き剝がしを一定速度で行えるように当該速度を制御できる機構を有する．図6.12－5に，ウエイトリングで荷重を与える装置の一例を示す．なお，ウエイトリングを使用しない装置を用いてもよい．

3.4.2.　操作法

試料をウエイトリングなどにたるみのないように貼り付け試料台に置く．次に，別に規定するもののほか毎秒10±0.01 mmの速度でプローブと試料の粘着面を接触させ，0.98±0.01 N/cm^{2}の接触荷重で1.0±0.1秒間保持する．その後直ちに，毎秒10±0.01 mmの速度でプローブを粘着面から垂直方向に引き剝がす．引き剝がす際に要する最大荷重を求め，プローブタック試験の値とする．単位はN/cm^{2}で表記する．

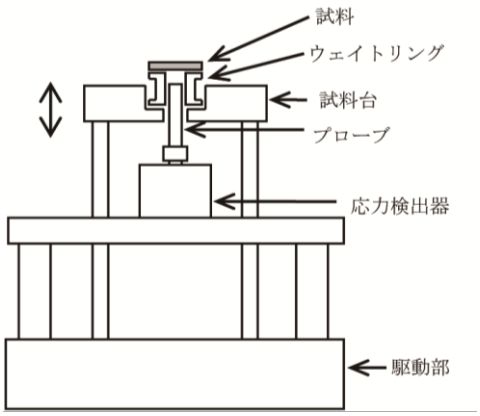


図6.12－5　プローブタック試験用装置の例

6.13 皮膚に適用する製剤の放出試験法

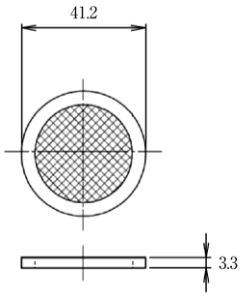
本試験法は，皮膚に適用する製剤からの医薬品の放出性を測定する方法を示し，放出試験規格に適合しているかどうかを判定するために使われるものである．これらの製剤では，医薬品の有効性と放出性の関係は個々の製剤特性に依存するため，本試験法は，製剤ごとの品質管理に有効な試験法である．特に，経皮吸収型製剤等では，有効成分の放出挙動の適切な維持管理が必要である．

1. パドルオーバーディスク法

1.1 装置

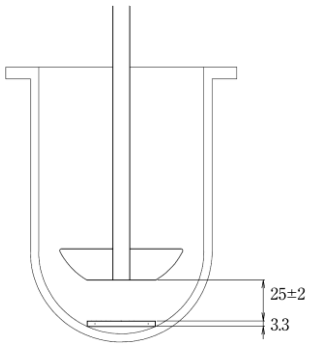
装置は，溶出試験法〈6.10〉のパドル法の装置を用い，パドルと容器の他に，試料を容器の底に沈めるために，通例，図6.13－1に示すようなステンレス(SUS316)製の125 μmの目開きの網でできたディスクを使用する．必要に応じて，図6.13－1に類似の異なるサイズのものや，その他の形状のものも使用することができる．化学的に不活性で，分析を妨害しないものであれば，ディスクの代わりに，その他の適切な部品を用いてもよい．試料を貼り付けたディスクは，パドルの攪拌翼の底部と平行に設置する．パドルの攪拌翼の底部とディスクの表面の距離は，別に規定するもののほか，25±2 mmとする(図6.13－2)．

その他，装置の適合性や試験液の取扱い等に関しては，原則として溶出試験法〈6.10〉に従う．



数字はmmを示す

図6.13－1 パドルオーバーディスクの仕様例



数字はmmを示す

図6.13－2 パドルと容器の状態

1.2 操作

ディスクを入れない状態で，規定された容量の試験液を容器に入れ，試験液の温度が32±0.5℃になるまで待つ．試料をできるだけ平らになるように，両面テープ等を用いた適切な方法で放出面が上になるようにディスクに固定する．試料は，裁断することにより試料の機能が損なわれない場合には，適切な大きさに正確に計って切った試料を，放出試験に使用してもよい．必要に応じて，製剤の形状変化を抑えるために多孔性の膜を放出面に貼り付けることができる．使用した膜に関しては，試験法に，疎水性，親水性の別や孔径等を明記する．膜を使用する場合には，膜と放出面の間に気泡が入らないように注意する．

容器の底部に，ディスクを試料の放出面が上になるように，パドル翼の底部や試験液面と平行に設置する．設置後速やかに，規定された回転数でパドルを回し，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32℃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，容器には蓋をし，適度な間隔で容器内の試験液の温度を確認する)．規定された分析法を用いて放出した有効成分量を測定する．

試料を沈めるための部品の形状や素材が図6.13－2と異なるものを使用し，ほぼ同様の操作を行う場合には，パドルオーバーディスク法とみなせるが，使用する部品に関する情報を明記する．

2. シリンダー法

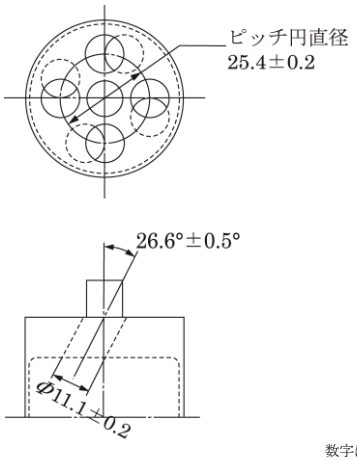
2.1 装置

装置は，溶出試験法〈6.10〉のパドル法の装置のうち，容器はそのまま使用し，パドルは図6.13－3－1及び図6.13－3－2に示すようなシリンダー回転部品に置き換えて試験を行う．シリンダーは，化学的に不活性なステンレス(SUS316)等を用い，表面を電解研磨する．図6.13－3－2 (A)に円筒形の追加部品を取り付けて図6.13－3－2 (B)と同じサイズになるようにしたものも用いることができる．容器底部とシリンダー下部の距離は，25±2 mmとする．その他，装置の適合性や試験液の取扱い等に関しては，溶出試験法〈6.10〉に従う．

2.2 操作

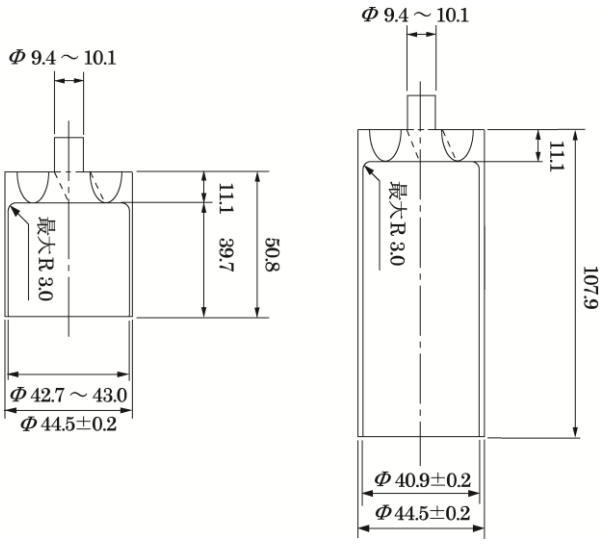
規定された容量の試験液を容器に入れ，試験液の温度が32±0.5℃になるまで待つ．試料から保護シートを取り除き，両面テープ等を用いた適切な方法で，放出面が外側を向くようにシリンダーに試料を固定する．必要に応じて，多孔性の膜を放出面に貼り付けることができる．使用した膜に関しては，試験法に疎水性，親水性の別や孔径等を明記する必要がある．

シリンダーを溶出試験装置に取り付け，速やかに，規定された回転数でシリンダーを回転させる．規定された間隔で又は規定された時間に，試験液の上面とシリンダーの底部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32℃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，容器には蓋をし，適度な間隔で容器内の試験液の温度を確認する)．規定された分析法を用いて放出した有効成分量を測定する．



数字はmmを示す

図6.13－3－1　シリンダー回転部品の上部構造の仕様例



(A)短いシリンダー　　(B)長いシリンダー

数字はmmを示す

図6.13－3－2　シリンダー回転部品の仕様例

3.　縦型拡散セル法

3.1　装置

装置は，二つのチャンバーに分かれた縦型の拡散セルから成り，二つのチャンバーはクランプによって固定されている．縦型拡散セルの例を図6.13－4に示す．これらのセルは，ガラス，プラスチック等の化学的に不活性で分析を妨害しない材質を使用する．

3.2　操作

規定された容量の試験液をあらかじめ回転子を入れたレセプターチャンバーに入れ，試験液の温度を32±1.0℃に保つ．必要に応じて多孔性の膜を放出面に貼り付けることができる．使用した膜に関しては，疎水性，親水性の別や孔径等を明記する必要がある．試料をドナー側に均一に設置し，速やかに一定の回転数でマグネチックスターラーにより回転子を回転させる．規定された間隔で又は規定された時間に，試験液を採取する．サンプリング時には試験液内に泡が入らないようにする．規定された分析法を用いて試験液中に放出した有効成分量を測定する．その他の試料についても同様の操作を行う．

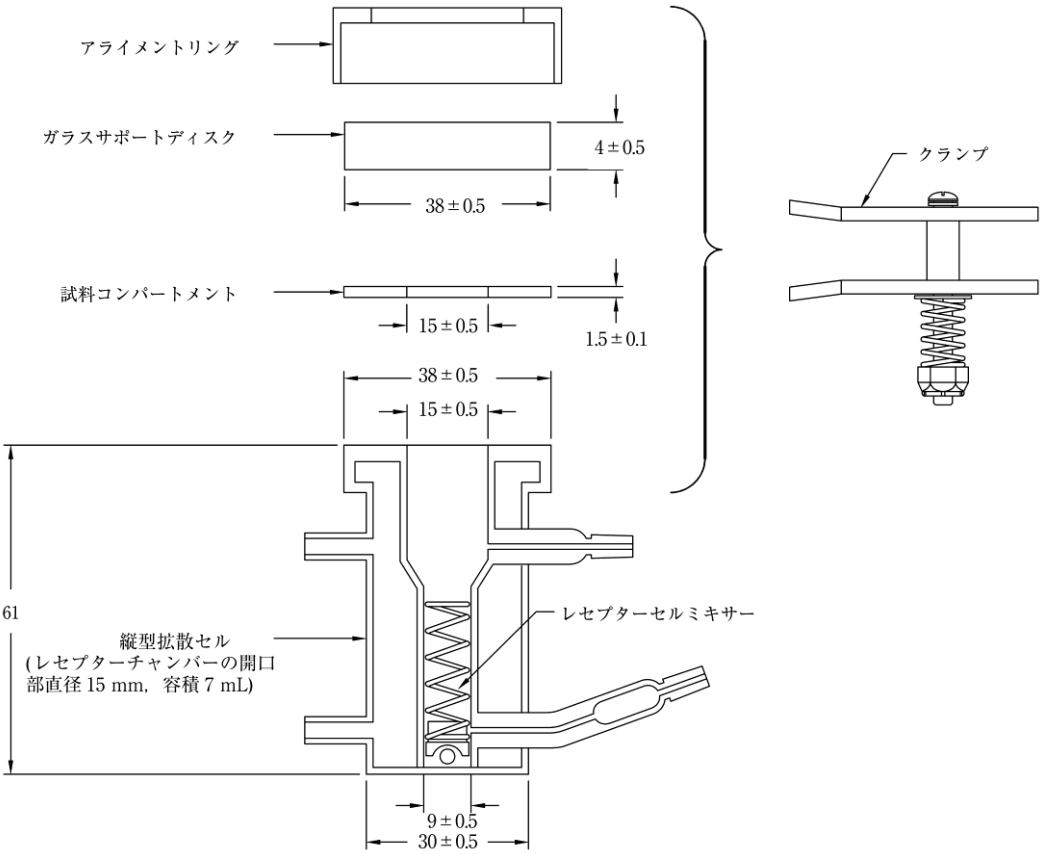
4.　試験液

試験液には，通常，pH 5 ～ 7の範囲における任意の緩衝液(イオン強度0.05程度)を用いる．必要に応じて，界面活性剤の添加，pHの変更，イオン強度の変更を行っても良い．試料の形状に影響を及ぼさなければ，水，水／アルコール混液，有機溶媒等を用いることができる．液量は，200 mL，500 mL，900 mLとするが，200 mLとする場合には特別な容器とミニパドル等を使用する．

5.　判定法

医薬品各条には，試験液採取時間における試料からの放出率の規格幅を記載する．

別に規定するもののほか，試料からの有効成分の放出率が表6.13－1の判定基準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．各時点の放出率の限度は，表示量に対する百分率で表されている．限度値は，規定された各試験液採取時間でのそれぞれの放出率の値である．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．



数字はmmを示す

図6.13－4　縦型拡散セルの例

表6.13－1　判定基準

水準	試験個数	判定基準
L_1	6	全ての個々の放出率が，規定範囲内(限度値も含む)である．
L_2	6	12個(L_1＋L_2)の試料の平均放出率が規定された範囲内(限度値も含む)であり，かつ，個々の試料からの放出率は規定された範囲から表示量の±10%を超えて外れるものがない．
L_3	12	24個(L_1＋L_2＋L_3)の試料の平均放出率が規定された範囲内(限度値も含む)であり，かつ，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，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い．

6.14 吸入剤の送達量均一性試験法

本試験法は吸入剤(吸入エアゾール剤や吸入粉末剤)から噴霧，放出される薬物量の均一性を定量的に評価するものである．これらの製剤から患者に投与される薬物量は均一であることが必要であり，本試験によって確認する．以下に評価のための例を示す．製剤の特性により，以下に示す試験法から適切なものを選択すること．ただし，吸入器内及び吸入器間の送達量均一性を合わせて評価できる試験法も含めて，独自のものを設定することも可能である．

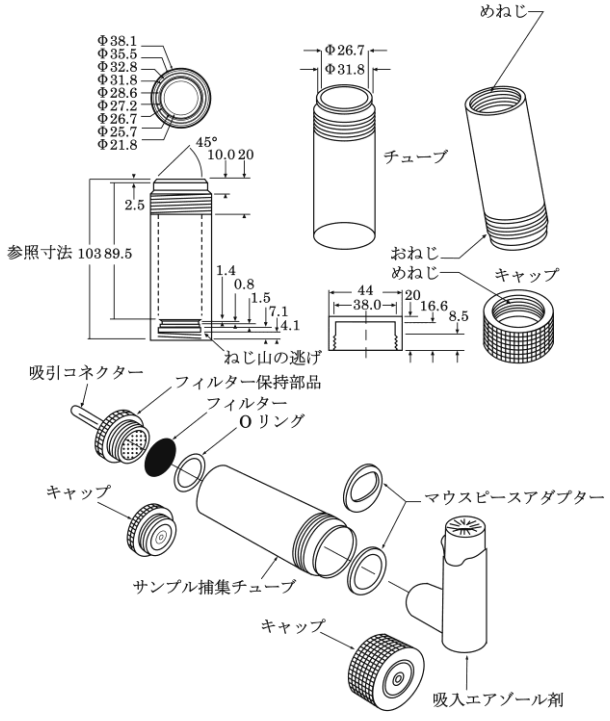
1. 吸入エアゾール剤の試験法

吸入エアゾール剤は，通例バルブを下向きにした状態で吸入する．バルブを上向きの状態で吸入する製剤には，送達する薬物を完全に捕集することが担保できる方法を用いて，同等の試験を適用する．

送達薬物捕集装置は，送達する薬物を定量的に捕集することができなければならない．

以下に示す装置(図6.14－1)及び測定法を用いることができる．

この装置は，ステンレス製の網のようにフィルターを固定することができる網目のあるフィルターサポートを取り付けたフィルター保持部品，フィルター保持部品に留め具で又はねじって取り付ける捕集チューブ，捕集チューブとマウスピースの間の気密性を確保できるマウスピースアダプターで構成される．必要に応じて，吸入器のマウスピースの前面がサンプル捕集チューブの前面又は2.5 mm下がった肩の面と同一平面であることが担保できるマウスピースアダプターを用いる．吸引コネクターを，吸引ポンプと流量調節装置で構成される装置系に接続する．ポンプは，フィルターと吸入器を接続し完全に組み立てた状態で，毎分28.3 L (±5%)の吸入流量が得られるように調節する．有効成分の大気中への損失を避けるため，絶えず吸引しておく．フィルター保持部品は，直径25 mmの円板フィルターを装着することができるように設計されている．装置の組立てに使用される円板フィルターや他の構成部品は，有効成分又はフィルターからの有効成分の抽出に使用される溶媒と適合性がよいことが求められる．捕集チューブの一方の端は，フィルター保持部品に円板フィルターを漏れなく装着することができるように設計されている．組み立てられた時に，フィルター保持部品から吸引ポンプで吸引する際に捕集チューブを通して吸引される空気の全量が吸入器を通過するように，装置の各構成部分の間の結合部分は気密性を確保する．



特に記載がない限り，数字は mm を示す．

図6.14－1 吸入エアゾール剤用の送達薬物捕集装置

1.1. 試験法1：吸入器内の送達量の均一性の評価

吸入器1個をとり，試験を行う．吸入剤の使用方法に特に記載がなければ，5秒間吸入器を振り混ぜた後，1回捨て噴霧を行う．倒置した吸入器から装置内に噴霧し，完全に噴霧させるため十分な時間バルブを押し続ける．この手順を，用法・用量に記載された最小の1回用量に対応する噴霧回数に達するまで繰り返す．装置への送達物を回収，定量し，送達量とする．

この手順で更に送達量測定を2回繰り返す．

残り(n／2)＋1の噴霧回数になるまで，5秒以上の噴霧間隔で吸入器の捨て噴霧を行う．nは表示されている吸入可能噴霧回数である．上記と同様の手順で送達量測定を4回繰り返す．

残り3回用量の噴霧回数になるまで，5秒以上の噴霧間隔で吸入器の捨て噴霧を行う．上記と同様の手順で送達量測定を3回繰り返す．以上の操作により，吸入器1個に対して，使用開始時の3回，中間期の4回，使用終了時の3回，合計10回の送達量測定を実施する．

2種類以上の有効成分を含む製剤では，各有効成分について送達量の均一性試験を行う．

平均送達量(試験した個々の送達量の平均値)又は表示した目標送達量のいずれかを判定の基準値とする．

送達量10個のうち9個が基準値の75 ～ 125%であり，全ての個々の送達量が基準値の65 ～ 135%であるとき適合とする．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が2個又は3個であるときは，10個の送達量を得る一連の操作を新たに2回実施し，合計30個の送達量値を得る．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が30個中3個以下であり，基準値の65 ～ 135%を満たさない送達量がないとき適合とする．

もし正当な理由があれば，規格の範囲を広げることができる．ただし，基準値の50 ～ 150%を満たさない送達量があってはならない．

また，平均送達量は表示した目標送達量の85 ～ 115%である．

1.2. 試験法2：吸入器間の送達量の均一性の評価

吸入器1個をとり試験を行う．吸入剤の使用方法に特に記載がなければ，5秒間吸入器を振り混ぜた後，1回捨て噴霧を行う．倒置した吸入器から装置内に噴霧し，完全に噴霧させるため十分な時間バルブを押し続ける．この手順を，用法・用量に記載された最小の1回用量に対応する噴霧回数に達するまで繰り返す．装置への送達物を回収，定量し，送達量とする．

この手順で更に吸入器9個につき送達量測定を繰り返す．以上の操作により，吸入器10個に対して，使用開始時の各１回

ずつ，合計10回の送達量測定を実施する．

2種類以上の有効成分を含む製剤では，各有効成分について送達量の均一性試験を行う．

平均送達量(試験した個々の送達量の平均値)又は表示した目標送達量のいずれかを判定の基準値とする．

送達量10個のうち9個が基準値の75 ～ 125%であり，全ての個々の送達量が基準値の65 ～ 135%であるとき適合とする．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が2個又は3個であるときは，送達量10個を得る一連の操作を新たに2回実施し，合計30個の送達量値を得る．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が30個中3個以下であり，基準値の65 ～ 135%を満たさない送達量がないとき適合とする．

もし正当な理由があれば，規格の範囲を広げることができる．ただし，基準値の50 ～ 150%を満たさない送達量があってはならない．

また，平均送達量は表示した目標送達量の85 ～ 115%である．

2. 吸入粉末剤の試験法

送達薬物捕集装置は，送達する薬物を定量的に捕集することができなければならない．吸入エアゾール剤の測定に用いる装置と同サイズの捕集チューブ及びフィルターで測定に必要な流量が得られる場合は，吸入エアゾールと同様の装置を用いることができる．適当なチューブは表6.14－1に示す．表6.14－1及び図6.14－2に示されたスキームに従い，捕集チューブを流路システムに接続する．

表6.14－1 図6.14－2の構成部分の規格

コード	部品	詳細
A	サンプル捕集チューブ	内径34.85 mm ×長さ12 cm
B	フィルター	47 mmガラス繊維フィルター
C	コネクター	内径≧8 mm (例，P3をつなぐ低直径分岐ノズルを有する短い金属製連結部)
D	吸引チューブ	内径≧8 mm，内容量25±5 mLの適切な長さのチューブ
E	二方ソレノイドバルブ	内径≧8 mmの最小気流抵抗オリフィスで，開口時間が100 ms以下の二方ソレノイドバルブ
F	吸引ポンプ	吸引ポンプは吸入器をマウスピースアダプターに接続した状態で所定流量で装置内を吸引できるものを用いる．吸引ポンプの必要能力を最小にするために，吸引ポンプを短く太い(内径≧10 mm)吸引チューブとコネクターで二方ソレノイドバルブに連結する．
G	タイマー	必要な時間二方ソレノイドバルブを駆動することができるタイマー
P1	圧力タップ	サンプル捕集チューブの内表面にある内径2.2 mm，外径3.1 mmのタップであり，中央にあり，バリがなく，吸入口から59 mmに位置する．圧力タップP1は，送達物を捕集している間は大気にさらされてはならない．大気圧との差圧はP1で測定する．
P2，P3	圧力計	絶対圧力
H	流量調節バルブ	最大Cv≧1で制御可能な調節バルブ

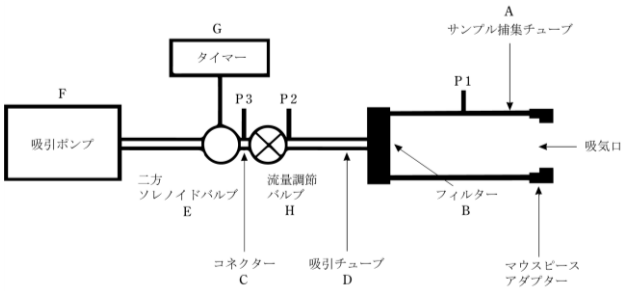


図6.14－2 吸入粉末剤用のサンプリング装置

別に規定するもののほか，次に示す手順に従って，捕集チューブ，関連する空気流路システム，適当な差圧計，流出する流量でキャリブレートされた適当な体積流量計を用いて，空気の流速及び吸引時間を決める．

吸入器を使用方法に従って準備し，気密性を確保できるマウスピースアダプターを用いて装置の入口に接続する．吸入器のマウスピースの前面がサンプル捕集チューブの前面と同一平面であることが担保できるマウスピースアダプターを用いる．差圧計の一方を図6.14－2に示す圧力読み取りポイントP1に接続し，他方を大気中に開放する．ポンプのスイッチを入れ，二方ソレノイドバルブを開き，差圧計により吸入器を通過する際の圧力低下が4.0 kPa (40.8 cm H_2O)を示すまで，流量調節バルブを調節する．マウスピースアダプターから吸入器を取り外し，流量調節バルブに触れずに流量計をサンプリング装置の入口に接続する．流出する体積流量について校正されている流量計を用いるか，又は流出する体積流量(Q_{out})を理想気体の法則を用いて計算する．用いる流量計が流入する体積流量(Q_{in})について校正されている場合は，以下の式を用いて計算する．

$$Q_{out} = \frac{Q_{in} \times P_0}{P_0 - \Delta P}$$

P_0：大気圧

ΔP：流量計を通過する際に低下した圧力

流量が毎分100 Lを超える場合は，毎分100 L (±5%)の流量となるように流量調節バルブを調節する．流出する体積流量を記録し，1分間の試験流量Q_{out} (L)とする．試験流量Q_{out}で空気4 Lが吸入器のマウスピースから吸引されるように吸引時間T (秒)を決める．次に示す手順により，流量調節バルブ内に臨界気流が発生していることを確認する．吸入器を取り付け，試験流量Q_{out}になったら調節バルブの両側での絶対圧力を測定する(図6.14－2の圧力読み取りポイントP2，P3)．$P3/P2$比が0.5以下ならば，臨界気流が発生していることを示す．臨界気流の発生が示されない場合は，より強力なポンプに換え，試験流量を再度測定する．

吸入粉末剤には，1吸入量の粉末がカプセル剤又は他の適切な剤形にあらかじめ秤量されている吸入剤及び1吸入量の粉末が吸入器内で秤量される吸入剤があり，それぞれの機能に応じて以下の試験法により試験を行う．

2.1. 1吸入量の粉末があらかじめ秤量されている吸入剤

吸入器を気密性を確保できるアダプターを用いて装置に取り付ける．規定された条件で吸入器を通して空気を吸引する．用法・用量に記載された最小の1回用量に対応する放出回数の検体をサンプリングできるまでこの操作を繰り返す．装置への送達物を回収，定量し，送達量とする．

この手順で更に送達量測定を9回繰り返す．合計10回の送達量測定値を得るための検体のサンプリング手順については，各製剤の放出機構を考慮して個別に定める．

2種類以上の有効成分を含む製剤では，各有効成分について送達量の均一性試験を行う．

平均送達量(試験した個々の送達量の平均値)又は表示した目標送達量のいずれかを判定の基準値とする．

送達量10個のうち9個が基準値の75 ～ 125%であり，全ての個々の送達量が基準値の65 ～ 135%であるとき適合とする．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が2個又は3個であるときは，10個の送達量を得る一連の操作を新たに2回実施し，合計30個の送達量値を得る．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が30個中3個以下であり，基準値の65 ～ 135%を満たさない送達量がないとき適合とする．

もし正当な理由があれば，規格の範囲を広げることができる．ただし，基準値の50 ～ 150%を満たさない送達量があってはならない．

また，平均送達量は表示した目標送達量の85 ～ 115%である．

2.2. 1吸入量の粉末が吸入器内で秤量される吸入剤

2.2.1. 試験法1：吸入器内の送達量の均一性の評価

吸入器1個をとり試験を行う．吸入器を気密性を確保できるアダプターを用いて装置に取り付ける．規定された条件で吸入器を通して空気を吸引する．用法・用量に記載された最小の1回用量に対応する放出回数の検体をサンプリングできるまでこの操作を繰り返す．装置への送達物を回収，定量し，送達量とする．

この手順で更に送達量測定を2回繰り返す．

残り(n／2)＋1の放出回数になるまで，吸入器の捨て放出を行う．nは表示されている吸入可能放出回数である．必要に応じて，吸入器を保存し静電気を放電する．上記と同様の手順で送達量測定を4回繰り返す．

残り3回用量の放出回数になるまで，吸入器の捨て放出を行う．必要に応じて，吸入器を保存し静電気を放電する．上記と同様の手順で送達量測定を3回繰り返す．以上の操作により，吸入器1個に対して，使用開始時の3回，中間期の4回，使用終了時の3回，合計10回の送達量測定を実施する．

2種類以上の有効成分を含む製剤では，各有効成分について送達量の均一性試験を行う．

平均送達量(試験した個々の送達量の平均値)又は表示した目標送達量のいずれかを判定の基準値とする．

送達量10個のうち9個が基準値の75 ～ 125%であり，全ての個々の送達量が基準値の65 ～ 135%であるとき適合とする．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が2個又は3個であるときは，10個の送達量を得る一連の操作を新たに2回実施し，合計30個の送達量値を得る．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が30個中3個以下であり，基準値の65 ～ 135%を満たさない送達量がないとき適合とする．

もし正当な理由があれば，規格の範囲を広げることができる．ただし，基準値の50 ～ 150%を満たさない送達量があってはならない．

また，平均送達量は表示した目標送達量の85 ～ 115%である．

2.2.2. 試験法2：吸入器間の送達量の均一性の評価

吸入器1個をとり試験を行う．吸入器を気密性を確保できるアダプターを用いて装置に取り付ける．規定された条件で吸入器を通して空気を吸引する．用法・用量に記載された最小の1回用量に対応する放出回数の検体をサンプリングできるまでこの操作を繰り返す．装置への送達物を回収，定量し，送達量とする．

この手順で更に吸入器9個につき送達量測定を繰り返す．以上の操作により，吸入器10個に対して，使用開始時の各1回ずつ，合計10回の送達量測定を実施する．

2種類以上の有効成分を含む製剤では，各有効成分について送達量の均一性試験を行う．

平均送達量(試験した個々の送達量の平均値)又は表示した目標送達量のいずれかを判定の基準値とする．

送達量10個のうち9個が基準値の75 ～ 125%であり，全ての個々の送達量が基準値の65 ～ 135%であるとき適合とする．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が2個又は3個であるときは，10個の送達量を得る一連の操作を新たに2回実施し，合計30個の送達量値を得る．基準値の75 ～ 125%を満たさない送達量が30個中3個以下であり，基準値の65 ～ 135%を満たさない送達量がないとき適合とする．

もし正当な理由があれば，規格の範囲を広げることができる．ただし，基準値の50 ～ 150%を満たさない送達量があってはならない．

また，平均送達量は表示した目標送達量の85 ～ 115%である．

6.15 吸入剤の空気力学的粒度測定法

本測定法は吸入剤から生成するエアゾールの微粒子特性を評価するもので，以下のいずれかの装置又は測定手順に従って行われる．もし正当な理由があれば，修正された装置又は測定手順を使用することができる．

1. 分級ステージの測量

各々の分級ステージの分級特性の最も信頼のおけるキャリブレーションは，エアゾールとしてインパクターを通過する粒子や液滴の空気力学的粒子径と，分級ステージの捕集効率の関係に基づいて行われる．

通常のキャリブレーションは，ジェットノズルの寸法，ジェットノズルとその捕集部分の空間的配置及びインパクターを流れる空気流量といった特性を調べることにより行う．

ジェットノズルは時間と共に腐食又はすり減りがあるので，分級ステージの限界寸法が規定内にあることを定期的に確認する必要がある．

規格に適合した分級ステージを装着した測定装置のみが吸入剤の空気力学的粒度測定法に使用できる．その他のキャリブレーション方法も正当にバリデーションされれば使用できる．

2. 再飛散

装置2及び装置3においては，薬物の回収量に影響を与える粒子の再飛散(上部から下部の分級ステージへの)を最小化する方法を選択する必要がある．例えば，再飛散を最小化するために，試料の噴射回数を最小としたり，粒子を捕集する捕集板の表面をコーティングしたりする．捕集板の表面のコーティングには，グリセロール，シリコーン油又は類似した高粘度の液体を使用する．このコーティングはバリデーションの一部であるが，コーティングの有無により，空気力学的粒度が影響を受けないことを実証すれば，捕集板へのコーティングは省略することができる．

3. 分級ステージ間の薬物損失(ウォールロス)

測定方法の設定やバリデーションではウォールロスを考慮すべきである．ウォールロスが薬物の回収率(マスバランス)に影響を与える量であれば，コントロールしなければならない．ウォールロスには，インパクターの種類，測定条件，製剤のタイプ，インパクターへの噴射量などの多くの要因が影響する．空気力学的粒子径の計算にウォールロスをどのように反映させるかは，ウォールロスの程度と変動に基づいて判断すべきである．例えば，ウォールロスが少ない，又は変動が小さい場合は，捕集板から回収された薬物量の定量結果から，空気力学的粒子径を算出することができる．ウォールロスが多い，又は変動が大きい場合は，ウォールロスを別途回収し，空気力学的粒子径を算出する際に考慮する必要がある．

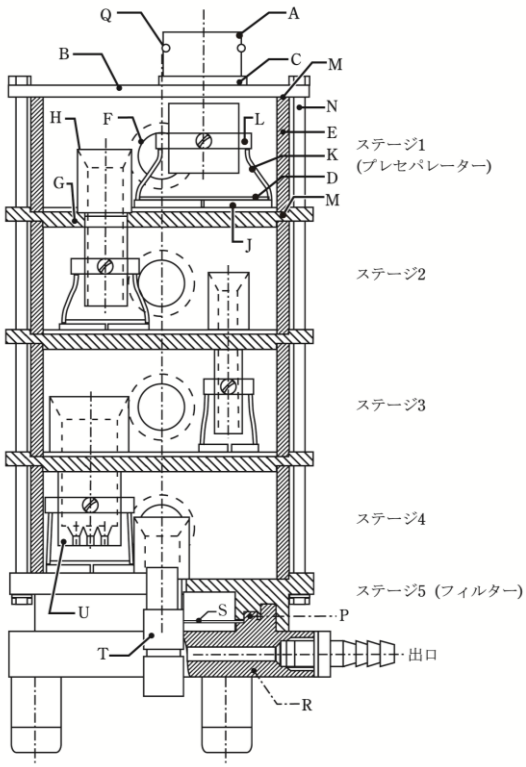
4. 薬物の回収率(マスバランス)

粒度分布に加え，良好な分析が行われたことを示すためには，吸入器から噴射された量，すなわちマウスピースアダプターと測定装置で回収された薬物量が期待値に対して許容範囲内であることを確認するため，マスバランスをとることが必要である．マウスピースアダプター及び測定装置の全ての構成部分から回収された総薬物量を，用法・用量に記載された最小用量当たりの量に換算した値が，吸入剤の送達量均一性試験法〈*6.14*〉で測定された平均送達量の75%以上，かつ125%以下でなければならない．このマスバランスは粒度分布の測定結果の妥当性を保証するために必要である．

5. 微粒子量と粒子径分布の測定

5.1. マルチステージリキッドインピンジャー法(装置1)

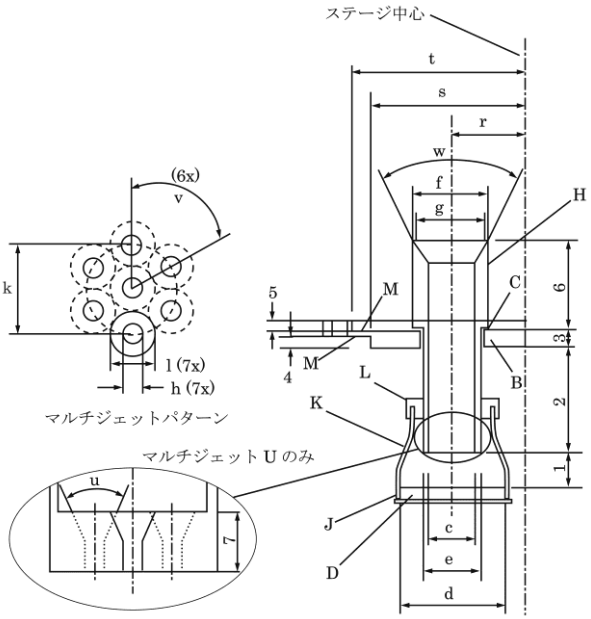
マルチステージリキッドインピンジャー法に用いる測定装置(装置1)を図6.15－1に示す．装置1は，図6.15－1 ～ 3に示すように分級ステージ1 (プレセパレーター)，2，3，4及び組み立てられたフィルターステージ(ステージ5)から構成されている．分級ステージは，捕集板(D)付きの金属製インレットジェットチューブ(A)が上部の水平金属製隔壁(B)を貫き，突き出た構造となっている．サンプリングポート(F)付きガラスシリンダー(E)はステージの垂直壁を形成し，そして下部の水平金属製隔壁(G)を貫くチューブ(H)により次の下部ステージと繋がれる．ステージ4に入るチューブ(U)の終端部はマルチジェット構造となっている．捕集板(D)は，ジェットチューブ上に固定されたスリーブ(L)に二本のワイヤー(K)で留められた金属フレーム(J)に固定されている．捕集板の水平面はジェットチューブの軸に対して垂直で，かつチューブの中心軸が捕集板の中心に来るように設置される．捕集板の上部表面は，金属製フレームの縁より僅かに上に出ている．水平隔壁の周辺部の窪みに合わせてガラスシリンダーの設置位置を決める．水平隔壁とガラスシリンダーはガスケット(M)でシールされており，6本のボルト(N)で一緒に留められる．サンプリングポートにはストッパーで栓をする．ステージ4の下部隔壁の下面(裏側)には，フィルターホルダーに置かれたフィルターの端をシールするためのゴム製のOリング(P)を取り付けるための同心円の突起部がある．



アルファベット大文字は表6.15－1を参照．

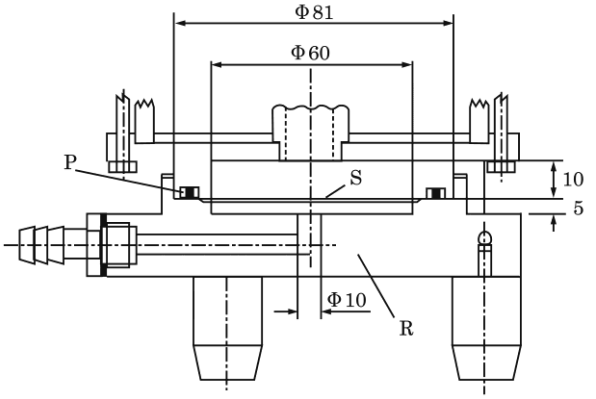
図6.15−1 マルチステージリキッドインピンジャー測定装置(装置1)

フィルターホルダー(R)は同心円の凹部(窪み)を有する鉢状になっており，そこに穴の開いたフィルターサポート(S)をはみ出さないように取り付ける．フィルターホルダーは，直径76 mmフィルター用の寸法になっている．組み立てられた分級ステージ部分は，2個のスナップロック(T)によりフィルターホルダーの上に固定される．インダクションポート(図6.15−4参照)をインピンジャーのステージ1のインレットジェットチューブの上に接続する．ジェットチューブのゴム製Oリングは，インダクションポートと接続部の気密性を確保する．吸入器とインダクションポートとの間の気密性を確保するために適切なマウスピースアダプターを用いる．



挿入図はステージ4へ誘導するマルチジェットチューブ(U)の終端部を示す．(数字とアルファベット小文字は表6.15−2を参照，アルファベット大文字は表6.15−1を参照．)

図6.15−2 装置1：ジェットチューブと捕集板の詳細



数値は寸法を示す(ϕ：直径)．アルファベット大文字は表6.15−1を参照．数字はmmを示す．

図6.15−3 装置1：フィルターステージ(ステージ5)の詳細

表6.15−1 図6.15−1〜3に示した装置1の構成部品の規格

コード*	部品	詳細	寸法**
A, H	ジェットチューブ	金属チューブはガスケット(C)でシールされた隔壁上にねじで固定し，内部表面は研磨してある	図 6.15−2 参照
B, G	隔壁	金属円盤	
		- 直径	120
		- 厚さ	図 6.15−2 参照
C	ガスケット	例えばポリテトラフルオロエチレンなど	ジェットチューブに合わせる
D	捕集板	無孔性の焼結ガラス盤	
		- 直径	図 6.15−2 参照
E	ガラスシリンダー	切断面を平らに研磨したガラスチューブ	
		- ガスケットを含んだ高さ	46
		- 外径	100
		- 壁の厚さ	3.5
		- サンプリングポート(F)の直径	18
		- サンプリングポートのストッパー	ISO24/25
J	金属フレーム	スリット付きの L 字型輪郭の円型フレーム	
		- 内径	捕集板に合わせる
		- 高さ	4
		- 水平部分の厚さ	0.5
		- 垂直部分の厚さ	2
K	ワイヤー	金属フレームとスリーブを連結するスチール製のワイヤー(各フレームにつき二つ)	
		-直径	1
L	スリーブ	ねじでジェットチューブに固定された金属スリーブ	
		- 内径	ジェットチューブに合わせる
		- 高さ	6
		- 厚さ	5
M	ガスケット	例えばシリコーンなど	ガラスシリンダーに合わせる
N	ボルト	ナット付きの金属ボルト(6 対)	
		- 長さ	205
		- 直径	4
P	O リング	ゴム製の O リング	
		- 直径×厚さ	66.34×2.62
Q	O リング	ゴム製の O リング	
		- 直径×厚さ	29.1×1.6
R	フィルターホルダー	スタンド及び出口付きの金属ハウジング	図 6.15−3 参照
S	フィルターサポート	穴の開いた金属シート	
		- 直径	65
		- 孔径	3
		- 孔の間隔(中心点)	4
T	スナップロック		
U	マルチジェットチューブ	マルチジェット構造末端のジェットチューブ(H)	図 6.15−2 参照

* 図6.15−1参照.

** 他に記載がない場合にはJIS B 0405に従った公差で，数字はmmを示す.

表6.15－2 装置1の捕集板付きジェットチューブの寸法[1]

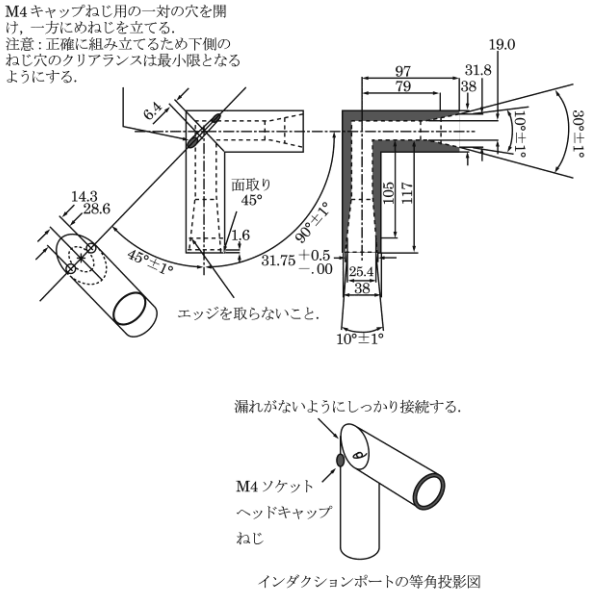
種類	コード[2]	ステージ 1	ステージ 2	ステージ 3	ステージ 4	フィルター (ステージ 5)
長さ (幅)	1	9.5 (-.0+.5)	5.5 (-.0+.5)	4.0 (-.0+.5)	6.0 (-.0+.5)	n.a.
長さ (幅)	2	26	31	33	30.5	0
長さ (幅)	3	8	5	5	5	5
長さ (幅)	4	3	3	3	3	n.a.
長さ (幅)	5	0	3	3	3	3
長さ (幅)	6[3]	20	25	25	25	25
長さ (幅)	7	n.a.	n.a.	n.a.	8.5	n.a.
直径	c	25	14	8.0 (±.1)	21	14
直径	d	50	30	20	30	n.a.
直径	e	27.9	16.5	10.5	23.9	n.a.
直径	f	31.75 (-.0+.5)	22	14	31	22
直径	g	25.4	21	13	30	21
直径	h	n.a.	n.a.	n.a	2.70 (±.5)	n.a.
直径	l	n.a.	n.a.	n.a	6.3	n.a.
直径	k	n.a.	n.a.	n.a	12.6	n.a.
半径[4]	r	16	22	27	28.5	0
半径	s	46	46	46	46	n.a.
半径	t	n.a.	50	50	50	50
角度	w	10°	53°	53°	53°	53°
角度	u	n.a.	n.a.	n.a.	45°	n.a.
角度	v	n.a.	n.a.	n.a.	60°	n.a.

(1) 他に記載がない場合にはJIS B 0405に従った交差で，寸法はmmを示す.
(2) 図6.15－2を参照.
(3) ガスケットを含む.
(4) ステージ部分の相対的中心線.
n.a.：該当なし

5.1.1. 吸入エアゾール剤の測定手順

有効成分を溶解することができる溶媒20 mLを1から4の各ステージに入れ，ストッパーで栓をする．装置を傾けて栓を濡らし，これにより静電気を取り除く．有効成分を定量的に捕集できる適切なフィルターをステージ5に置き，装置を組み立てる．適切なマウスピースアダプターをインダクションポートの端に取り付ける．マウスピースアダプターに吸入器のマウスピースの端を挿入するとき，吸入器のマウスピースの端はインダクションポートの水平軸に並ばなければならない．吸入器のマウスピースの前面は，インダクションポートの前面と同一平面でなければならない．吸入器をマウスピースアダプターに取り付けるとき，実際の使用時と同じ向きにする．適切な吸引ポンプを装置の出口に接続し，インダクションポートの入口で測定した吸入流量が毎分30 L (±5%)となるように調整する．吸引ポンプのスイッチを切る．

吸入剤の使用方法に特に記載がなければ，5秒間吸入器を振り混ぜた後，1回捨て噴霧を行う．装置に接続した吸引ポンプのスイッチを入れ，吸入器のマウスピースの端をアダプターに挿入し，装置内に噴霧する．完全に噴霧するため，十分な時間吸入器を作動させる．噴霧後5秒間待ち，取り付けられている吸入器をアダプターから外す．この手順を繰り返す．噴霧回数はできる限り少なく，通例，10回を超えない回数とし，微粒子量が正確かつ精密に定量できる十分な回数とする．最後の噴霧が終了した後，5秒間待ち吸引ポンプのスイッチを切る．



インダクションポートの等角投影図

他に記載がない場合には数字はmmを示す.

注意点
(1) 材質はアルミニウム，ステンレススチール又はその他適切な素材を用いる.
(2) 38 mmの棒材から機械加工する.
(3) 棒材に19 mmの中ぐり加工する.
(4) 示されるように正確に45度にチューブを切断する.
(5) 中ぐり管の内腔とテーパー部は滑面で，表面粗さRaは約0.4 μmにする.
(6) 液体が漏れないように接合部分を研磨加工する.
(7) 加工素材を固定し，内径19 mmの内腔を一致させ，M4×0.7ねじ山用の穴をあけ，めねじを立てる．接合する際に，実質的に内腔の継ぎ目の不一致があってはならない.

図6.15－4 インダクションポート

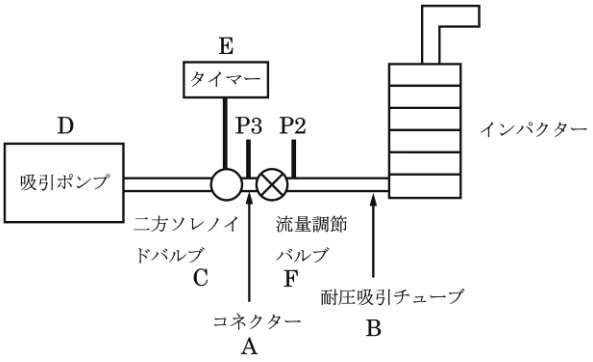
装置からフィルターステージを取り外す．注意してフィルターを取り出し，有効成分を適量の溶媒中に抽出する．装置からインダクションポートとマウスピースアダプターを取り外し，有効成分を適量の溶媒中に抽出する．必要であれば，ステージ1へのインレットジェットチューブ内を溶媒で洗浄しステージ1内に洗い流す．各ステージ間で液体の移動がないよう注意しながら装置を傾けたり，回転させたりして，上部4段のステージそれぞれの内壁及び捕集板から有効成分を各ステージの溶媒中に抽出する．

適切な分析法を用いて，各溶媒中に含まれる有効成分を測定し，微粒子量を計算する(6. 計算の項を参照).

5.1.2. 吸入粉末剤の測定手順

有効成分を定量的に捕集できる抵抗の小さい適切なフィルターをステージ5に置き，装置を組み立てる．図6.15－5及び表6.15－3に示されたスキームに従い装置を流路システムに接続する．別に規定するもののほか，吸入剤の送達量均一性試験法〈*6.14*〉で用いられる吸入流量Q_{out}で測定を行う．吸入器のマウスピースから装置を通過する空気量は4 Lとする．

流量計をインダクションポートに接続する．流出する体積流量について校正されている流量計を用いるか，又は流出する体積流量(Q_{out})を理想気体の法則を用いて計算する．用いる流量計が流入する体積流量(Q_{in})について校正されている場合は，以下の式を用いて計算する．



アルファベット大文字は表6.15－3を参照.

図6.15－5 吸入粉末剤評価用測定装置の構成

表6.15－3 図6.15－5の構成部分の規格

コード*	部品	詳細
A	コネクター	内径≧8 mm (例，低直径ノズルと P3 をつなぐ短い金属製)
B	吸引チューブ	内径≧8 mm，内容量 25±5 mL の適切な長さのチューブ
C	二方ソレノイドバルブ	内径≧8 mm の最小気流抵抗オリフィスで，開口時間が 100 ms 以下の二方ソレノイドバルブ
D	吸引ポンプ	吸引ポンプは吸入器をマウスピースアダプターに接続した状態で所定流量で装置内を吸引できるものを用いる．吸引ポンプの必要能力を最小にするために，吸引ポンプを短く太い(内径≧10 mm)吸引チューブとコネクターで二方ソレノイドバルブに連結する.
E	タイマー	必要な時間二方ソレノイドバルブを駆動することができるタイマー
P2，P3	圧力計	絶対圧力変換機によって定常流量状態で測定する
F	流量調節バルブ	最大 C_v≧1 で制御可能な調節バルブ

* 図6.15－5参照.

$$Q_{out} = \frac{Q_{in} \times P_0}{P_0 - \Delta P}$$

P_0：大気圧

ΔP: 流量計を通過する際に低下した圧力

系内を通過する空気量が所定流量Q_{out} (±5%)で定常状態になるように流量調節バルブを調節する．流量調節バルブ内で臨界気流が発生していることを次の手順に従って確認する．吸引ポンプのスイッチを切る．

吸入器を取り付け，所定流量になったら調節バルブの両側での絶対圧力を測定する(図6.15－5の圧力読み取りポイントP2, P3)．*P3*／*P2*比が0.5以下ならば，臨界気流が発生していることを示す．臨界気流の発生が示されない場合は，より強力な吸引ポンプに換え，所定流量を再度測定する．

有効成分を溶解することのできる溶媒20 mLを装置の上部4段の各ステージに入れ，ストッパーで栓をする．装置を傾けてストッパーを濡らし，これにより静電気を取り除く．適切なマウスピースアダプターをインダクションポートの端に取り付ける．マウスピースアダプターに吸入器のマウスピースの端を挿入するとき，吸入器のマウスピースの端はインダクションポートの水平軸に並ばなければならない．吸入器のマウスピースの前面は，インダクションポートの前面と同一平面でなければならない．吸入器をマウスピースアダプターに取り付けるとき，実際の使用時と同じ向きにする．

吸入剤を使用方法に従って準備する．二方ソレノイドバルブは閉じた状態で吸引ポンプを作動させる．吸入器のマウスピースをマウスピースアダプターに取り付ける．所定の時間T(±5%)バルブを開け，装置内に粉末を放出させる．この放出手順を繰り返し行う．放出回数はできる限り少なく，通例，10回を超えない回数とし，微粒子量が正確かつ精密に定量できる十分な回数とする．

装置からフィルターステージを取り外す．注意してフィルターを取り出し，有効成分を適量の溶媒中に抽出する．装置からインダクションポートとマウスピースアダプターを取り外し，有効成分を適量の溶媒中に抽出する．必要であれば，ステージ1へのインレットジェットチューブ内を溶媒で洗浄しステージ1内に洗い流す．各ステージ間で溶媒の移動がないよう注意しながら装置を傾けたり，回転させたりして，上部4段のステージそれぞれの内壁及び捕集板から有効成分を各ステージの溶媒中に抽出する．

適切な分析法を用い，各溶媒中に含まれる有効成分を測定し，微粒子量を計算する(6. 計算の項を参照).

5.2. アンダーセンカスケードインパクター法(装置2)

アンダーセンカスケードインパクター法に用いる測定装置(装置2)を図6.15－6に示す．装置2は，八つのステージとその後ろに設けられたフィルターで構成されている．装置の材質には，アルミニウム，ステンレススチール又はその他の適した素材が使用されている．各ステージは留め具で固定され，またO

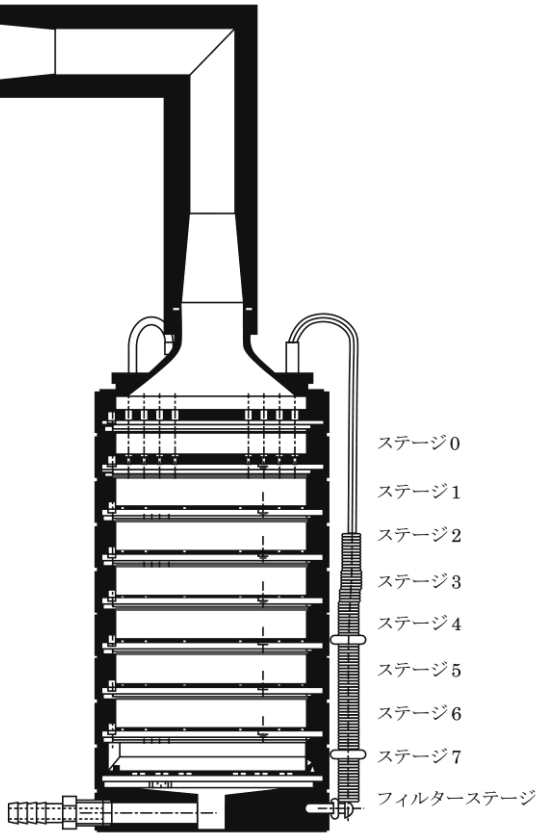


図6.15－6 吸入エアゾール剤用アンダーセンカスケードインパクター測定装置(装置2)

リングによってシールされている．装置2の限界寸法を表6.15－4に示す．使用時はノズルの閉塞又は摩耗が起こる可能性がある．したがって，使用時におけるノズル寸法の許容できる範囲を明らかにしておく必要がある．

吸入エアゾール剤に用いる装置の構成を図6.15－6に示す．インパクターのエントリーコーン(図6.15－7bを参照)は，インダクションポート(図6.15－4を参照)に接続する．吸入器とインダクションポートとの間の気密性を確保するために適切なマウスピースアダプターを用いる．

吸入粉末剤の評価の場合には，吸入できない大きな粉体の塊を捕集するためのプレセパレーターをトップステージの上に取り付ける．このとき，プレセパレーターをインダクションポートに接続するために，図6.15－7aに示すプレセパレーターのトップを用いる．インパクター内の流量を高流量で使用する場合には，インパクターを吸引システムに連結するために使用する出口のニップルの内径が8 mm又はそれ以上のものを用いる．

5.2.1.　吸入エアゾール剤の測定手順

適切なフィルターを装着してアンダーセンカスケードインパクターを組み立てる．適切な方法により，系が気密であることを確認する．適切なマウスピースアダプターをインダクションポートの端に取り付ける．マウスピースアダプターに吸入器のマウスピースの端を挿入するとき，吸入器のマウスピースの端はインダクションポートの水平軸に並ばなければならない．吸入器のマウスピースの前面は，インダクションポートの前面と同一平面でなければならない．吸入器をマウスピースアダプターに取り付けるとき，実際の使用時と同じ向きにする．適切な吸引ポンプを装置の出口に接続し，インダクションポートのインレットで測定した吸入流量が毎分28.3 L (±5%)となるように調整する．吸引ポンプのスイッチを切る．

吸入剤の使用方法に特に記載が無ければ，5秒間吸入器を振り混ぜた後，1回捨て噴霧を行う．装置に接続した吸引ポンプのスイッチを入れ，吸入器のマウスピースの端をアダプターに挿入し，装置内に噴霧する．完全に噴霧するため，十分な時間吸入器を作動させる．噴霧後5秒間待ち，取り付けられている吸入器をアダプターから外す．この手順を繰り返す．噴霧回数はできる限り少なく，通例，10回を超えない回数とし，微粒子量が正確かつ精密に定量できる十分な回数とする．最後の噴霧が終了した後，5秒間待ち吸引ポンプのスイッチを切る．

装置を分解し，フィルターを注意深く取り外し，有効成分を適量の溶媒中に抽出する．装置からインダクションポートとマウスピースアダプターを取り外し，有効成分を適量の溶媒中に抽出する．さらに各ステージの内壁と捕集板から有効成分を適量の溶媒中に抽出する．

適切な分析法を用いて，各溶媒中に含まれる有効成分を測定し，微粒子量を計算する(6.計算の項を参照)．

5.2.2.　吸入粉末剤の測定手順

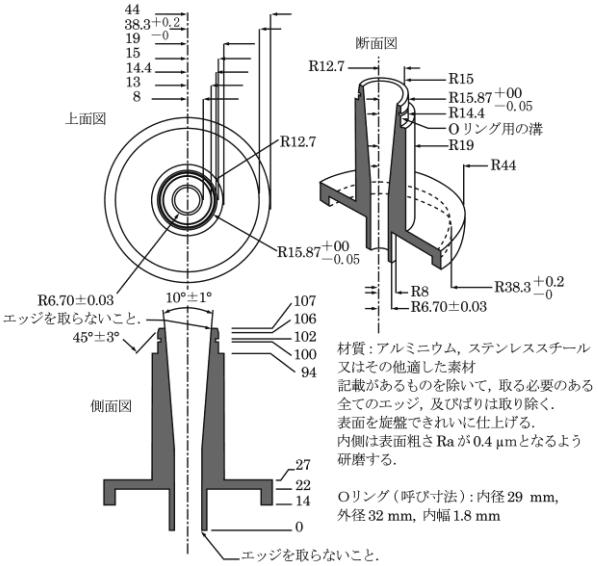
この装置を用いて毎分28.3 L以外の流量で実施したときの各ステージにおける空気力学的カットオフ径に関しては，現時点では十分に確立されていない．毎分28.3 L以外の流量を選択する場合，選択した条件におけるインパクターの使用が妥当であることを示し，バリデートしなければならない．

プレセパレーターと適切なフィルターを装着してアンダーセンインパクターを組み立て，系が気密であることを確認する．製品の特性によっては，正当な理由があれば，プレセパレーターの装着は省略することができる．もし正当な理由があれば，高流量で計測を実施する場合には，ステージ6と7も省略できる．プレセパレーターは，捕集板と同様の方法でコートするか，10 mLの適切な溶媒を入れておく．図6.15－5及び表6.15－3に示されたスキームに従い，装置を流路システムに接続する．

別に規定するもののほか，吸入剤の送達量均一性試験法

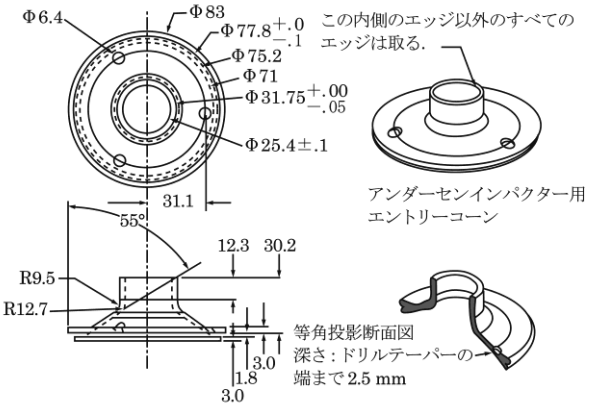
表6.15－4　装置2の限界寸法

詳細	ノズル個数	寸法(mm)
ステージ 0 ノズル径	96	2.55 ± 0.025
ステージ 1 ノズル径	96	1.89 ± 0.025
ステージ 2 ノズル径	400	0.914 ± 0.0127
ステージ 3 ノズル径	400	0.711 ± 0.0127
ステージ 4 ノズル径	400	0.533 ± 0.0127
ステージ 5 ノズル径	400	0.343 ± 0.0127
ステージ 6 ノズル径	400	0.254 ± 0.0127
ステージ 7 ノズル径	201	0.254 ± 0.0127



他に記載がない場合には数字はmmを示す．

図6.15－7a　インダクションポートに連結するアンダーセンプレセパレーター用トップの詳細図



材質はアルミニウム，ステンレススチール又はその他適切な素材であること．表面粗さ(Ra)は約0.4 μmであること．特に他に記載がない場合には数字はmmを示す．

図6.15－7b　プレセパレーターを用いない場合のアンダーセンカスケードインパクターにインダクションポートを連結させるためのエントリーコーンの詳細図

〈*6.14*〉で用いられる吸入流量Q_{out}で測定を行う．吸入器のマウスピースから装置を通過する空気量は4 Lとする．

流量計をインダクションポートに接続する．流出する体積流量について校正されている流量計を用いるか，又は流出する体積流量(Q_{out})を理想気体の法則を用いて計算する．用いる流量計が流入する体積流量(Q_{in})について校正されている場合は，以下の式を用いて計算する．

$$Q_{out} = \frac{Q_{in} \times P_0}{P_0 - \Delta P}$$

P_0：大気圧

ΔP：流量計を通過する際に低下した圧力

系内を通過する空気量が所定流量Q_{out} (±5%)で定常状態になるように流量調節バルブを調節する．流量調節バルブ内で臨界気流が発生していることを5.1.2.吸入粉末剤の測定手順に従って確認する．吸引ポンプのスイッチを切る．

適切なマウスピースアダプターをインダクションポートの端に取り付ける．マウスピースアダプターに吸入器のマウスピースの端を挿入するとき，吸入器のマウスピースの端はインダクションポートの水平軸に並ばなければならない．吸入器のマウスピースの前面は，インダクションポートの前面と同一平面でなければならない．吸入器をマウスピースアダプターに取り付けるとき，実際の使用時と同じ向きにする．

吸入剤を使用方法に従って準備する．二方ソレノイドバルブは閉じた状態で吸引ポンプを作動させる．吸入器のマウスピースをマウスピースアダプターに取り付ける．所定の時間T (±5%)バルブを開け，装置内に粉末を放出させる．この放出手順を繰り返し行う．放出回数はできる限り少なく，通例，10回を超えない回数とし，微粒子量が正確かつ精密に定量できる十分な回数とする．

装置を分解し，フィルターを注意深く取り外し，有効成分を適量の溶媒中に抽出する．装置からプレセパレーター，インダクションポート及びマウスピースアダプターを取り外し，有効成分を適量の溶媒中に抽出する．さらに装置の各ステージの内壁及び捕集板から有効成分を適量の溶媒中に抽出する．

適切な分析法を用いて，各溶媒中に含まれる有効成分を測定し，微粒子量を計算する(6.計算の項を参照)．

5.3. ネクストジェネレーションインパクター法(装置3)

ネクストジェネレーションインパクター法に用いる測定装置(装置3)を図6.15－8に示す．装置3は，七つのステージ及びマイクロオリフィスコレクター(MOC)から構成されるカスケードインパクターである．毎分30 ～ 100 Lの流量域での捕集効率が50%となるカットオフ径(D_{50}値)は0.24 ～ 11.7 μmの範囲にあり，この範囲は対数目盛で等間隔に区切られる．上記の流量域では，常に少なくとも五つのステージが0.5 ～ 6.5 μmのD_{50}値を有する．各ステージにおける捕集効率曲線はシャープな形状であるため，ステージ間の重なりは最小である．

装置の材質には，アルミニウム，ステンレススチール又はその他適した素材が使用される．

インパクターは，着脱可能な捕集カップをすべて同一平面上に配した構造をもつ(図6.15－8 ～ 11)．インパクターは，次の三つの主要部分から構成されている：捕集カップを保持する下部フレーム部，ジェットノズルを保持するシールボディ部及びステージ間の気流通路を含む蓋部(図6.15－8及び9)．最初のステージを除く全てのステージでマルチプルノズルが使われている(図6.15－10)．気流は，のこぎり歯状にインパクターを通過する．

限界寸法を表6.15－5に示す．

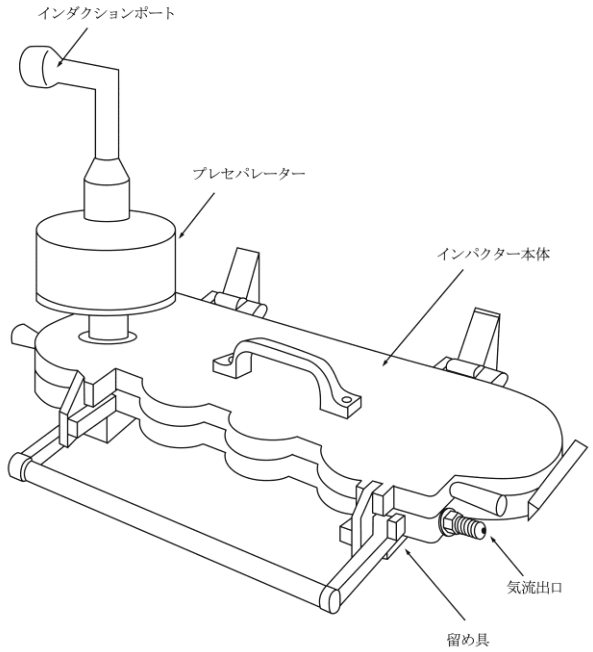


図6.15－8 ネクストジェネレーションインパクター測定装置（プレセパレーターが装着されている状態）(装置3)

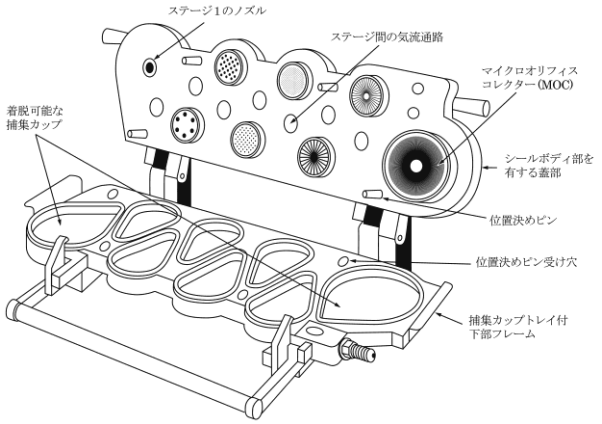


図6.15－9 装置3の構成部品

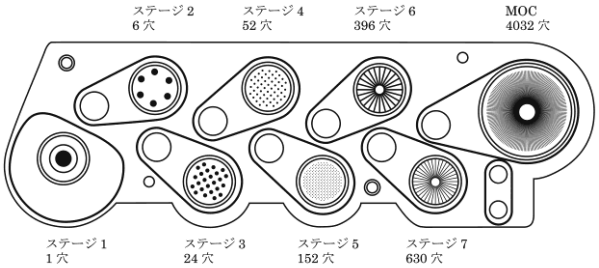


図6.15－10 装置3：ノズルの構成

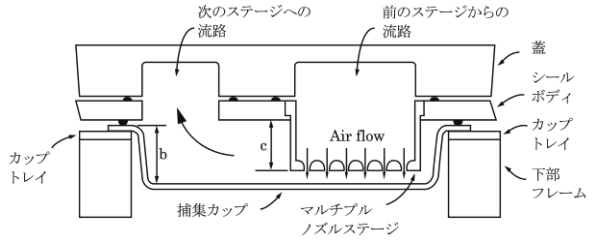


図6.15－11 装置3：ステージ間の気流通路の構成

表6.15－5 装置3の限界寸法

詳細	寸法(mm)
プレセパレーター(寸法 a － 図 6.15－12 参照)	12.8±0.05
ステージ 1*ノズル径	14.3±0.05
ステージ 2*ノズル径	4.88±0.04
ステージ 3*ノズル径	2.185±0.02
ステージ 4*ノズル径	1.207±0.01
ステージ 5*ノズル径	0.608±0.01
ステージ 6*ノズル径	0.323±0.01
ステージ 7*ノズル径	0.206±0.01
MOC*	約 0.070
カップの深さ(寸法 b － 図 6.15－11 参照)	14.625±0.10
捕集カップの表面粗さ(Ra)	0.5 ～ 2 µm
ステージ 1 ノズルからシールボディまでの距離**(寸法 c)	0±1.18
ステージ 2 ノズルからシールボディまでの距離**(寸法 c)	5.236±0.736
ステージ 3 ノズルからシールボディまでの距離**(寸法 c)	8.445±0.410
ステージ 4 ノズルからシールボディまでの距離**(寸法 c)	11.379±0.237
ステージ 5 ノズルからシールボディまでの距離**(寸法 c)	13.176±0.341
ステージ 6 ノズルからシールボディまでの距離**(寸法 c)	13.999±0.071
ステージ 7 ノズルからシールボディまでの距離**(寸法 c)	14.000±0.071
MOC ノズルからシールボディまでの距離**(寸法 c)	14.429 ～ 14.571

* 図6.15－10参照.
** 図6.15－11参照.

通常操作において，シールボディ部と蓋部は単一のアセンブリとして一体化している．捕集カップへのアクセスは，吸入剤測定の終了時にこのアセンブリを開くことで可能になる．カップはサポートトレイに置かれているため，トレイを取り外すとすべてのカップがインパクターから同時に取り除かれる．

図6.15－4で定義した内径を有するインダクションポートをインパクターインレットに接続する．吸入粉末剤の評価等に必要であればプレセパレーターの追加も可能で，その際にはインダクションポートとインパクターの間にプレセパレーターを取り付ける．吸入器とインダクションポートとの間の気密性を確保するために，適切なマウスピースアダプターを用いる．

装置3は末端にMOCを含んでいるため，ほとんどの製剤では最終フィルターの必要性がない．このことはバリデートされている．MOCは，通常4032個の穴が設けられた捕集板で，それぞれの穴の直径は約70 µmである．インパクターのステージ7で捕集されなかった粒子のほとんどはMOC下方のカップ表面に捕集される．インパクターを毎分60 Lの流量で操作するとき，MOCは粒径0.14 µmの粒子に対して80%の捕集能力を持つ．MOCでも捕集されないような粒子がかなりの割合を占める製剤では，MOCを代替する又はMOCの下流に置いて使用するフィルターホルダー(ガラス繊維フィルターが適している)を使用することができる．

5.3.1. 吸入エアゾール剤の測定手順

カップトレイの開口部にカップを置く．下部フレームにトレイをはめ込み，所定の位置まで下げる．シールボディ部と一体化したインパクターの蓋部を閉じた後，システムの気密性を確保するためにハンドルを操作してインパクター全体を固定する．

図6.15－4で定義した内径を有するインダクションポートをインパクターインレットに接続する．適切なマウスピースアダプターをインダクションポートの端に取り付ける．マウスピースアダプターに吸入器のマウスピースの端を挿入するとき，吸入器のマウスピースの端はインダクションポートの水平軸に並ばなければならない．吸入器のマウスピースの前面は，インダクションポートの前面と同一平面でなければならない．吸入器をマウスピースアダプターに取り付けるとき，実際の使用時と同じ向きにする．適切な吸引ポンプを装置の出口に接続し，インダクションポートの入口で測定した吸入流量が毎分30 L (±5%)となるように調整する．吸引ポンプのスイッチを切る．

吸入剤の使用方法に特に記載がなければ，5秒間吸入器を振り混ぜた後，1回捨て噴霧を行う．装置に接続した吸引ポンプのスイッチを入れ，吸入器のマウスピースの端をアダプターに挿入し，装置内に噴霧する．完全に噴霧するため，十分な時間吸入器を作動させる．

噴霧後5秒間待ち，取り付けられている吸入器をアダプターから外す．この手順を繰り返す．噴霧回数はできる限り少なく，通例，10回を超えない回数とし，微粒子量が正確かつ精密に定量できる十分な回数とする．最後の噴霧が終了した後，5秒間待ち吸引ポンプのスイッチを切る．

次の手順で装置を分解し，有効成分を回収する．装置からインダクションポートとマウスピースアダプターを取り外し，沈着した有効成分を適量の溶媒中に抽出する．ハンドルを元に戻し蓋を持ち上げてインパクターを開く．カップトレイを捕集カップと一緒に取り除き，各カップに捕集された有効成分を適量の溶媒中に抽出する．

適切な分析法を用いて，各溶媒中に含まれる有効成分を定量し，微粒子量を計算する(6.計算の項を参照).

5.3.2. 吸入粉末剤の測定手順

プレセパレーター(図6.15－12)を装着して装置を組み立てる．製剤の特性によっては，正当な理由があれば，プレセパレーターは省略することができる．

カップトレイの開口部にカップを置く．下部フレームにトレイをはめ込み，所定の位置まで下げる．シールボディ部と一体化したインパクターの蓋部を閉じた後，システムの気密性を確保するためにハンドルを操作してインパクター全体を固定する．

プレセパレーターを使用する際には，次の手順で組み立てる．

プレセパレーターの挿入部をプレセパレーター底部に装着する．プレセパレーター底部をインパクターインレットに取り付ける．有効成分を回収するために15 mLの溶媒をプレセパレーター挿入部の中央のカップに加える．プレセパレーター上部を組み立てた装置の上に置き，二つの留め金をかける．

図6.15－4で定義した内径を有するインダクションポートをインパクターインレット又はプレセパレーターインレットに接

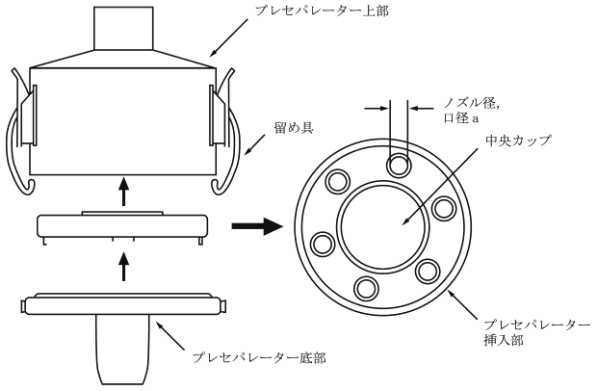


図6.15－12 装置3：プレセパレーターの構成

続する．図6.15－5及び表6.15－3に示されたスキームに従い，装置を流路システムに接続する．

別に規定するもののほか，吸入剤の送達量均一性試験法〈*6.14*〉で用いられる吸入流量Q_{out}で試験を行う．吸入器のマウスピースから装置を通過する空気量は4 Lとする．流量計をインダクションポートに接続する．流出する体積流量について校正されている流量計を用いるか，又は流出する体積流量(Q_{out})を理想気体の法則を用いて計算する．用いる流量計が流入する体積流量(Q_{in})について校正されている場合は，以下の式を用いて計算する．

$$Q_{out} = \frac{Q_{in} \times P_0}{P_0 - \Delta P}$$

P_0：大気圧

ΔP：流量計を通過する際に低下した圧力

系内を通過する空気量が所定流量Q_{out} (±5%)で定常状態になるように流量調節バルブを調節する．流量調節バルブ内で臨界気流が発生していることを，5.1.2.吸入粉末剤の測定手順に従って確認する．吸引ポンプのスイッチを切る．

適切なマウスピースアダプターをインダクションポートの端に取り付ける．マウスピースアダプターに吸入器のマウスピースの端を挿入するとき，吸入器のマウスピースの端はインダクションポートの水平軸に並ばなければならない．吸入器のマウスピースの前面は，インダクションポートの前面と同一平面でなければならない．吸入器をマウスピースアダプターに取り付けるとき，実際の使用時と同じ向きにする．

吸入剤を使用方法に従って準備する．二方ソレノイドバルブは閉じた状態で吸引ポンプを作動させる．吸入器のマウスピースをマウスピースアダプターに取り付ける．所定の時間T (±5%)バルブを開け，装置内に粉末を放出させる．この放出手順を繰り返し行う．放出回数はできる限り少なく，通例，10回を超えない回数とし，微粒子量が正確かつ精密に定量できる十分な回数とする．

次の手順で装置を分解し，有効成分を回収する．

プレセパレーターを使用した場合，プレセパレーターからインダクションポートとマウスピースアダプターを取り外し，沈着した有効成分を適量の溶媒中に抽出する．カップの中の液体をインパクター内にこぼさないように注意して，インパクターからプレセパレーターを取り外す．プレセパレーターから有効成分を回収する．

表6.15－6 装置1での計算

カットオフ径 (μm)	1噴霧，放出当たりの，ステージに沈着した有効成分量	1噴霧，放出当たりの，積算有効成分量	積算有効成分量割合(%)
$d_4 = 1.7 \times q$	フィルターステージの有効成分量(m_5*)	$c_4 = m_5$	$f_4 = (c_4/c) \times 100$
$d_3 = 3.1 \times q$	ステージ4の有効成分量(m_4)	$c_3 = c_4 + m_4$	$f_3 = (c_3/c) \times 100$
$d_2 = 6.8 \times q$	ステージ3の有効成分量(m_3)	$c_2 = c_3 + m_3$	$f_2 = (c_2/c) \times 100$
	ステージ2の有効成分量(m_2)	$c = c_2 + m_2$	100

* ステージ5はフィルターステージ

$q = \sqrt{(60/Q)}$，Q：試験流量(L/分)(吸入粉末剤測定時のQ_{out})

表6.15－7 流量毎分28.3 Lを用いた場合の装置2での計算

カットオフ径 (μm)	1噴霧，放出当たりの，ステージに沈着した有効成分量	1噴霧，放出当たりの，積算有効成分量	積算有効成分量割合(%)
$d_7 = 0.4$	フィルターステージの有効成分量(m_8)	$c_7 = m_8$	$f_7 = (c_7/c) \times 100$
$d_6 = 0.7$	ステージ7の有効成分量(m_7)	$c_6 = c_7 + m_7$	$f_6 = (c_6/c) \times 100$
$d_5 = 1.1$	ステージ6の有効成分量(m_6)	$c_5 = c_6 + m_6$	$f_5 = (c_5/c) \times 100$
$d_4 = 2.1$	ステージ5の有効成分量(m_5)	$c_4 = c_5 + m_5$	$f_4 = (c_4/c) \times 100$
$d_3 = 3.3$	ステージ4の有効成分量(m_4)	$c_3 = c_4 + m_4$	$f_3 = (c_3/c) \times 100$
$d_2 = 4.7$	ステージ3の有効成分量(m_3)	$c_2 = c_3 + m_3$	$f_2 = (c_2/c) \times 100$
$d_1 = 5.8$	ステージ2の有効成分量(m_2)	$c_1 = c_2 + m_2$	$f_1 = (c_1/c) \times 100$
$d_0 = 9.0$	ステージ1の有効成分量(m_1)	$c_0 = c_1 + m_1$	$f_0 = (c_0/c) \times 100$
	ステージ0の有効成分量(m_0)	$c = c_0 + m_0$	100

表6.15－8 装置3での計算

カットオフ径 (μm)	x	1噴霧，放出当たりの，ステージに沈着した有効成分量	1噴霧，放出当たりの，積算有効成分量	積算有効成分量割合(%)
$d_7 = 0.34 \times q$	0.67	MOC又は最終フィルターの有効成分量(m_8)	$c_7 = m_8$	$F_7 = (c_7/c) \times 100$
$d_6 = 0.55 \times q$	0.60	ステージ7の有効成分量(m_7)	$c_6 = c_7 + m_7$	$F_6 = (c_6/c) \times 100$
$d_5 = 0.94 \times q$	0.53	ステージ6の有効成分量(m_6)	$c_5 = c_6 + m_6$	$F_5 = (c_5/c) \times 100$
$d_4 = 1.66 \times q$	0.47	ステージ5の有効成分量(m_5)	$c_4 = c_5 + m_5$	$F_4 = (c_4/c) \times 100$
$d_3 = 2.82 \times q$	0.50	ステージ4の有効成分量(m_4)	$c_3 = c_4 + m_4$	$F_3 = (c_3/c) \times 100$
$d_2 = 4.46 \times q$	0.52	ステージ3の有効成分量(m_3)	$c_2 = c_3 + m_3$	$F_2 = (c_2/c) \times 100$
$d_1 = 8.06 \times q$	0.54	ステージ2の有効成分量(m_2)	$c_1 = c_2 + m_2$	$F_1 = (c_1/c) \times 100$
		ステージ1の有効成分量(m_1)	$c = c_1 + m_1$	100

$q = (60/Q)^x$，Q：試験流量(L/分)，x：表に記載

ハンドルを元に戻し蓋を持ち上げてインパクターを開く．カップトレイを捕集カップと一緒に取り除き，各カップに捕集された有効成分を適量の溶媒中に抽出する．

適切な分析法を用いて，各溶媒中に含まれる有効成分を測定し，微粒子量を計算する(6.計算の項を参照)．

6. 計算

各溶液の分析結果から，1放出当たりの各ステージに沈着した有効成分量，及びインダクションポート，マウスピースアダプターに沈着した有効成分量を計算する．また，プレセパレーターを使用した場合には，これについても1放出当たりの沈着した有効成分量を計算する．

装置の気流出口に近いフィルター又はMOCから順に，各ステージのカットオフ径に対する積算有効成分量の表を作成し(装置1は表6.15－6，装置2は表6.15－7及び装置3は表6.15－8を参照)，5 μm以下の有効成分量を内挿して微粒子量(FPD)を計算する．又は，カットオフ径が5 μm相当のステージ以下に沈着した有効成分量を微粒子量とすることもできる．

必要かつ，適切であれば(例えば対数正規分布に従うときなど)，カットオフ径に対する有効成分量の積算割合(表6.15－6 ～ 8を参照)から空気力学的質量中位径(MMAD)や幾何標準偏差(GSD)を求める．適切な数値計算法を使用してもよい．

6.16 半固形製剤の流動学的測定法

半固形製剤の流動学的測定法は，口腔用半固形剤，眼軟膏剤，軟膏剤，クリーム剤，ゲル剤等の半固形製剤に対し，力を加えることで流動性と変形を測定する方法である．

本測定法には，展延性試験法及び稠度試験法がある．

半固形製剤の流動学的性質は，粘度測定法〈2.53〉第2法回転粘度計法により精密な評価が可能であるが，本測定法は半固形製剤の流動学的性質を反映する特性値を得るためのより実用的な方法である．

1. 展延性試験法

展延性試験法は，スプレッドメーター(平行板粘度計とも称する)を用いて，半固形製剤の流動性(流れやすさ)を測定する試験法である．

スプレッドメーターは，水平に置かれた2枚の平行板(荷重板及び固定板)の間に挟まれた試料が荷重板の自重によって押し出され同心円状に広がっていく特性を経時的に観察して，その広がり直径等を測定する装置である．

一般的に，流動性の指標である流動度(fluidity)は，粘度(viscosity)とは逆数の関係にあるが，本法により測定される流動性は，粘度測定法により測定されるみかけの粘度(mPa･s)とは必ずしも相関しない．

本法は，半固形製剤の中でも比較的軟らかい製剤を測定対象とするものである．

1.1. 装置

スプレッドメーターの例を図6.16－1に示す．

水平に置いた2枚の平行板のうち，下部に設置される固定板には中心からの距離を測定するための1 mm間隔の目盛りが刻まれ，中心部には試料を入れる円筒形の穴(0.5 mL)がある．上部に位置する荷重板は，ガラス製，アクリル樹脂製などの透明な材質の板で，通例，115 gの質量を有する．荷重板は支持棒により支えられている．ピストンを押し上げると穴の底部が上昇し，試料が固定板面よりも上に押し上げられ，それと連動して荷重板が落下(通例，20 mm)し，試料は固定板上で荷重板の重みで同心円状に広がる．その広がりの程度を測定することにより試料の流動性を測定することができる．

1.2. 操作法及び測定条件

測定前に，装置から荷重板を外し，荷重板，固定板及び試料穴を清浄にする．固定板中央の試料穴に試料を満たし，試料の上面が固定板面と同一面で平らになるようにスパーテル等を用いてすりきりとし，はみ出た試料はふき取る．水準器により装置の水平を確認し，支持棒に荷重板を装着する．ピストンを押し上げ，同時に，時間測定を開始する．固定板上での試料の広がりを経時的にmm単位まで目盛で読み取り，記録する．

測定に際しては，温度を一定に保つ必要があり，25±2℃で管理された部屋で行うことが望ましい．

また，試料は，測定前に測定環境温度下で放置し，試料温度を測定環境温度と等しくしておく．

1.3. 解析方法

スプレッドメーターを用いた測定によって得られる流動性の特性値は，一点法による場合には，スプレッドメーター直径D及びスプレッドメーター降伏値YVがあり，また，多点法による場合には，スプレッドメーター傾斜S及びスプレッドメーター切片ICがある．それぞれ次の方法により算出する．

1.3.1. 一点法

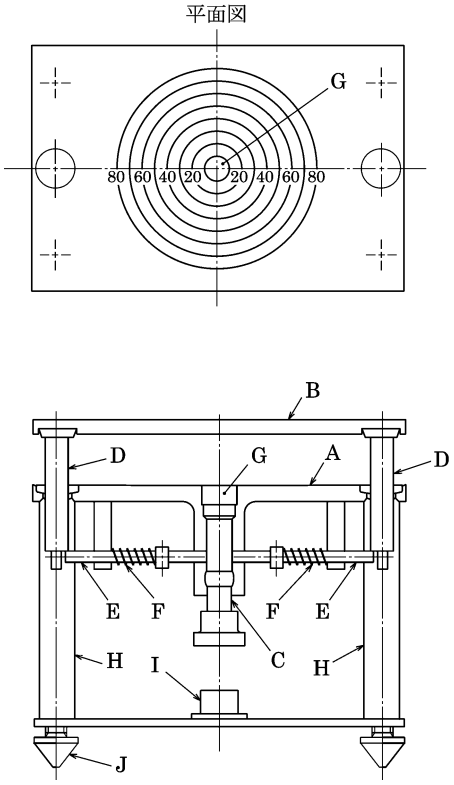
(ⅰ) スプレッドメーター直径D：規定された時間経過後(通例，60秒後)の広がり直径(mm)で示す．

広がり直径が大きいほど，流動性が高いことを示す．

(ⅱ) スプレッドメーター降伏値YV：次の式によって算出する．

$$YV = (4.8 \times W \times V \times g_n) / (\pi^2 \times D_\infty^5)$$

YV: スプレッドメーター降伏値(Pa)
W: 荷重板の質量(kg)
V: 試料容積(m^3)
g_n: 自由落下の標準加速度(m/s^2)
D_∞: 最大広がり直径(m)



A：固定板
B：荷重板
C：ピストン
D：荷重板支持棒
E：ピストン押し棒
F：スプリング
G：試料穴
H：支柱
I：水準器
J：水平調節ねじ

図6.16－1 スプレッドメーターの例

なお，上式はSI単位系を用いているが，実際の測定はCGS単位系を用いて実施される．

半固形製剤には，そのまま放置した場合は流動性がなく，力を加えると流動するものが多い．その限界値を降伏値といい，降伏値が大きいほど，試料の流動に大きな力が必要なことを示

す.

1.3.2. **多点法**

(ⅰ) スプレッドメーター傾斜S：次の式によって算出する.

$$S = (D_2 - D_1) / \log_{10}(T_2 / T_1)$$

D_1：T_1秒後の広がり直径(mm)
D_2：T_2秒後の広がり直径(mm)
T_1, T_2：測定時間(秒) $T_2 > T_1$, $5 \leqq T_1$及び$T_2 \leqq 100$, $\Delta T = (T_2 - T_1) > 40$

一般的に，時間ごとに測定した広がり直径を片対数グラフにプロットし，その各点を結ぶと，ほぼ直線に近い線が得られる．スプレッドメーター傾斜Sはその傾きに相当する．

スプレッドメーター傾斜Sが大きいほど，試料の流動が大きいことを示している．

(ⅱ) スプレッドメーター切片IC：横軸に時間(T_1, T_2)の対数，縦軸にそのときの広がり直径(D_1, D_2)をとり，2点を結ぶ直線を引き，この延長線と縦軸との交点($T = 1$)をスプレッドメーター切片ICとする．

スプレッドメーター切片ICが大きいほど，試料の流動性が高いことを示す.

2. 稠度試験法(penetrometry)

稠度試験法は，ペネトロメーター(稠度計)を用いて，半固形製剤の硬さ・軟らかさを測定する試験法である.

ペネトロメーターは，試料へ円錐が進入する距離を測定する装置であり，稠度は，0.1 mm単位の測定値を10倍して表し，数値が小さいほど試料が硬いことを示す.

本法は，半固形製剤の中でも比較的硬い製剤を測定対象とするものである.

2.1. 装置

2.1.1. ペネトロメーター

ペネトロメーターの装置の例を図6.16－2に示す.

ペネトロメーターを規定された円錐の先端の位置が試料容器中に充填された試料の表面と接するように調節し，円錐を自重により一定時間試料中に進入させ，0.1 mm単位で測定した深さから稠度を計算する.

ペネトロメーターの円錐部又は試料台は，ダイヤルゲージの指針の示度をゼロに維持しながら，円錐の先端の位置が試料の水平面に接触するように正確に調節する．また，円錐は，ペネトロメーターに固定した状態から放したときに，滑らかに62 mm以上落下し，かつ，落下した後に先端が，試料容器の底に当たらないように，あらかじめ調節する．ペネトロメーターは，円錐の保持具を鉛直に維持できるように，水平調節ねじ及び水準器を備えていなければならない.

2.1.2. 円錐

標準円錐は，マグネシウム又はその他の適切な金属製の円錐形の本体に，取り外し可能な焼入鋼製先針が付いたものである．標準円錐の仕様を図6.16－3に示す.

保持具の上端には止めが付き，下端には円錐と連結するための工夫が施されている．円錐の形状及び質量分布を変えない場合には，規定の質量に合わせるために円錐の内部構造を変えてもよい．また，外面は傷がなく十分滑らかでなければならない.

オプション円錐，1／2円錐及び1／4円錐のそれぞれの仕様を図6.16－4，図6.16－5及び図6.16－6に示す．なお，1／2円錐及び1／4円錐とは，標準円錐又はオプション円錐を1／2及び1／4に縮尺した規定円錐である.

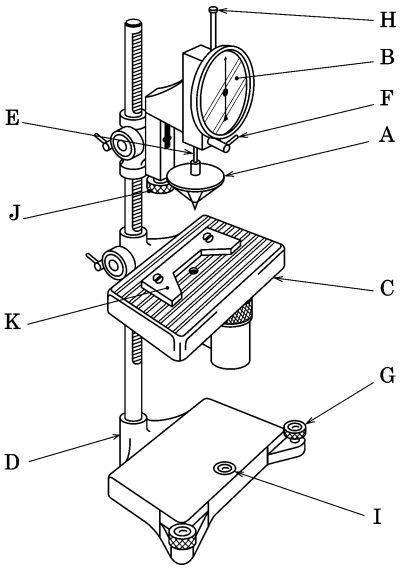
本法においては，製剤の試料量，稠度等に基づいて適切な円錐を選択するが，測定された稠度については標準円錐を用いて測定した場合に相当する数値に換算する.

なお，稠度が400以下の試料の測定にはオプション円錐を用いることができる．また，1／2及び1／4円錐は，試料が少なく，標準円錐を用いることができない場合であって，かつ，稠度が175 ～ 385の試料に用いるものとする.

2.2. 操作法及び測定条件

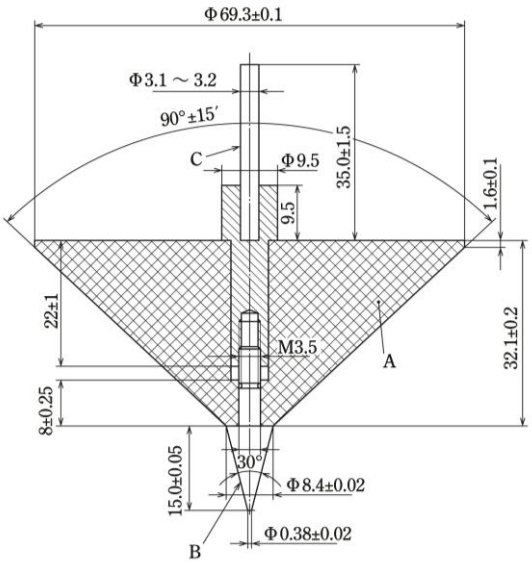
2.2.1. 試料の準備

空の試料容器を準備し，必要な量の試料を入れた蓋付きの容器と共に25℃の水浴中に放置し，試料の温度を25±0.5℃にする．この蓋付きの容器の中の試料を，できれば一回で，空の試料容器へ移す．試料容器内の試料に混入した気泡については適切な方法で除き，再度，スパーテルで試料容器に過剰に試料を



A：円錐
B：ダイヤルゲージ
C：試料台
D：支持台
E：保持具
F：留金具
G：水平調整ねじ
H：測定用ラック
I：水準器
J：微調節つまみ
K：芯出し具

図6.16－2 ペネトロメーターの例

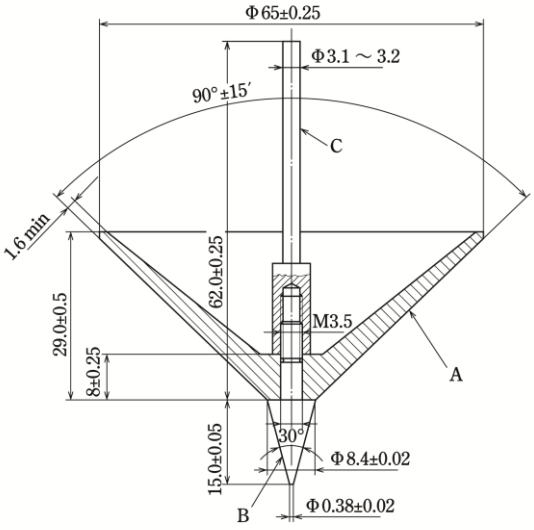


円錐の全質量：102.5±0.05 g
円錐の保持具の全質量：47.5±0.05 g

164

165 A：円錐
166 B：先針
167 C：シャフト

168 **図6.16－3 標準円錐**

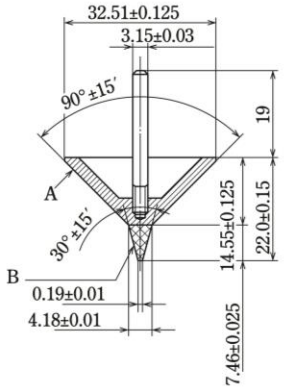


円錐の全質量：102.5±0.05 g
円錐の保持具の全質量：47.5±0.05 g

169

170 A：円錐
171 B：先針
172 C：シャフト

173 **図6.16－4 オプション円錐**

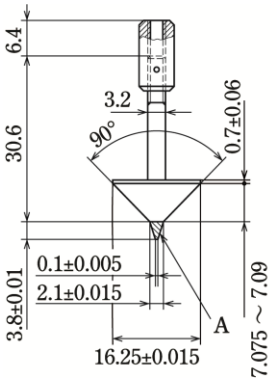


円錐の全質量：22.5±0.025 g
円錐の保持具の全質量：15.0±0.025 g
円錐と円錐保持具の全質量：
37.5±0.050 g

174

175 A：円錐
176 B：先針

177 **図6.16－5 1／2円錐**



円錐と円錐保持具の全質量：
9.38±0.025 g

178

179 A：先針

180 **図6.16－6 1／4円錐**

181

充填する．このとき，試料をかき混ぜないようにし，また，試料内部に空隙ができないように注意する．スパーテルの面を移動方向に約45°傾け，試料容器の上縁に沿ってスパーテルを動かし，過剰の試料を除いて試料の表面を平らにする．以後，測定前に試料の表面に触れてはならない．また，試料の温度を均一に25±0.5℃に保つために，速やかに試験を行う．

軟らかい試料の稠度は容器の直径の影響を受ける．したがって，稠度が265以上の軟らかい試料は内径が76.2 mmの容器(1／2円錐の場合：38.1 mm，1／4円錐の場合：19.0 mm)を用いる．稠度が265以下の比較的硬い試料は，内径が76.2 mm以上の容器を用いれば，容器の直径の影響はほとんど受けない．

試験に必要な試料量は，試料容器及び円錐の大きさと，稠度に応じて規定された操作法により異なる．

2.2.2. 操作法

2.2.2.1. 標準円錐を用いる場合

水平位置に調節したペネトロメーターの試料台上に試料容器を静置する．円錐の位置をダイヤルゲージのゼロ点に合わせた後，円錐部又は試料台のいずれかを上下に動かし，先端が(ⅰ)，(ⅱ)又は(ⅲ)で規定された位置で試料の表面に接触するように調節する．次に，留金具を迅速に押して，円錐を5±0.1秒間進入させる．落下装置部で保持具が滑らかに動かなければならない．測定用ラックが止まるまで静かに押し下げ，ダイヤルゲージを小数第1位まで読み取る．

(ⅰ) 稠度が400を超える試料では，試料容器の中心を先針の先端から0.3 mm以内に合わせ，測定を1回行う．3個の試料容器中の試料に対して測定を行う．

(ⅱ) 稠度が200を超え400未満の試料では，試料容器の中で円錐の芯出しを注意深く行う．この試料は1回の試験だけに用いる．3個の試料容器中の試料に対して測定を行う．

(ⅲ) 試料の稠度が200以下の場合，1個の試料容器で測定を3回行う．測定箇所は，約120°間隔の同心円上で容器の中心と縁との中間点とする．

2.2.2.2. 1／2及び1／4円錐を用いる場合

円錐を試料表面の中央に合わせて稠度の予備測定を行う．稠度の概略値が既知の場合，予備測定を省略できる．稠度の測定は，2.2.2.1.の手順に従い，先端の位置は以下の(i)又は(ii)に従う．

(ⅰ) 1／2円錐を用いた測定において稠度が97を超える試料及び1／4円錐を用いた測定において稠度が47を超える試料では，先針の先端を注意深く試料容器の中心に合わせ，測定を1回行う．3個の試料容器中の試料に対して合計3回の測定を行う．

(ⅱ) 1／2円錐を用いた測定において稠度が97以下の試料及び1／4円錐を用いた測定において稠度が47以下の試料では，1個の試料容器で測定を3回行う．測定箇所は，円錐が試料容器の縁に当たらず，また，前の試験の測定位置に突き当たらないように，約120°間隔の同心円上で試料容器の中心と縁との中間点とする．

2.3. 解析方法

2.3.1. 1／2及び1／4円錐を用いて測定された稠度の換算

1／2及び1／4円錐を用いて測定された稠度は，次の式により，標準円錐を用いて測定した場合に相当する数値に換算する．

2.3.1.1. 1／2円錐を用いて測定された稠度から換算する場合

$P = 2\,p_{1/2} + 5$

P：標準円錐に換算した稠度

$p_{1/2}$：1／2円錐を用いて測定された稠度

2.3.1.2. 1／4円錐を用いて測定された稠度から換算する場合

$P = 3.75\,p_{1/4} + 24$

P：標準円錐に換算した稠度

$p_{1/4}$：1／4円錐を用いて測定された稠度

6.17 タンパク質医薬品注射剤の不溶性微粒子試験法

タンパク質医薬品注射剤の不溶性微粒子とは，製剤中の気泡ではない容易に動く不溶性の微粒子である．外来性の物質，製造工程に由来する物質及びタンパク質の凝集体等が含まれる可能性がある．本試験法では，タンパク質医薬品注射剤中の不溶性微粒子を測定する方法として，注射剤の不溶性微粒子試験法〈6.07〉の第1法光遮蔽粒子計数法を用いる．本試験法は，有効成分がペプチド，タンパク質あるいはそれらを修飾して得られる誘導体の注射剤に適用できる．

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．

1. 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は，注射剤の不溶性微粒子試験法〈6.07〉の第1法に従う．ただし，1測定を1 mL未満の容量で行う場合には，別途適切な方法により，試料容量精度を確認する．

2. 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，水でよくす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水でろ過器の内外を上から下へ洗い流す．試験液の一部を，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，微粒子試験用水の微粒子数は規定内であるかなど，5 mLの微粒子試験用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．ただし1測定を1 mL未満の容量で行う場合には，1 mLの微粒子試験用水を用いることができる．測定は5回行い，10 μm以上の微粒子数が1 mL中1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，微粒子試験用水を再測定すると共に，ガラス器具及びろ過器の洗浄を繰り返す．

3. 操作法

タンパク質溶液は気泡が生じやすいため適切に操作する．用時溶解して用いる注射剤の場合，指定された溶剤で溶解する．指定された溶剤がない場合は，微粒子試験用水に溶解するか，微粒子試験用水と同等の他の適切な溶剤を用いることができる．試料の内容物を適切な手段，例えば，容器をゆっくりと旋回させるなどにより，穏やかに十分に混ぜる．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．内部溶液の気泡を除く方法として，容器を大気圧下に放置しておく，若しくは減圧して放置しておくことが推奨される．他の方法も，適切であることが確認されれば使用してよい．超音波処理は，タンパク質を凝集，変性させるおそれがあることから，適切ではない．必要に応じて，脱気後，気泡が入らないように，容器をゆっくりと旋回させるなどにより，穏やかに十分に混ぜた後，試験に用いる．測定容量は1 ～ 5 mLとする．試料の特性及び装置の風袋容量を考慮して，妥当性が十分に確認されている場合には，測定容量を0.2 mLまで減らすことができる．4画分の計数を行うことを考慮して，試験に必要な容量を設定する．

試験に必要な容量が1容器から得られる注射剤では，個々の容器について試験する．容量が十分でない注射剤では，必要な容量を得るために，穏やかに十分に混ぜた後，複数の容器の内容物を清潔な1容器に合わせる．適切と判断できれば，微粒子試験用水又は微粒子試験用水と同等の他の適切な溶剤で希釈し，試験に必要な容量としてもよい．希釈方法及び希釈に用いる溶剤の妥当性は，例えば，希釈の有無によらず一定の結果が得られることなどにより確認する．試料数は統計的に適切な数とする．

試験液を4画分採取し，10 μm以上及び25 μm以上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液の平均微粒子数を計算する．

4. 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．

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，粉砕し，12号(1400 μm)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 μm)ふるいを通るまで繰り返す．次に12号(1400 μm)ふるいを通過した砕末を合わせ，18号(850 μm)及び50号(300 μm)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 μm)ふるいを通り，50号(300 μm)ふるいを通らない大きさの砕末7 gをとる．これを50号(300 μm)ふるいに入れて適当な容器中で水に浸し，1分間緩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℃で30分間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)で放冷する．この砕末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，砕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蓋をし，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，ブ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 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 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，硬質小ビーカーで蓋をするか，又は適当な栓で密封した後，高圧蒸気滅菌器を用いて121℃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，ブ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 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 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℃で30分間乾燥し，表示された内容量の0.01 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蓋をして，105℃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以上のものにあっては波長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，ここに記述した全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・品質評価に必要な全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．

水性注射剤に使用するプラスチック製容器は，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，「2.プラスチック製水性注射剤容器の規格」に適合する．

1. 試験方法

1.1. 灰化試験

1.1.1. 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．

1.1.2. 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．

1.1.3. 鉛

1.1.3.1. 第１法

容器の切片2.0 gを白金製又は石英製るつぼにとり，硫酸2 mLで潤し，徐々に加熱して乾固した後，450 ～ 500℃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及びブ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及びブ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

1.1.3.2. 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及びブ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及びブ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．

1.1.4. カドミウム

1.1.4.1. 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及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，以下「1.1.3.1.第1法」の試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．「1.1.3.1.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

1.1.4.2. 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及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，以下「1.1.3.2.第2法」の試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．「1.1.3.2.第２法」の試料溶液及び標準溶液につき，「1.1.4.1.第1法」と同じ条件で原子吸光光度法〈*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．

1.1.5. 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)にとる．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，ブ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に液の色が僅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，液の色が僅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．

1.2. 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 cm^2になるように，また，厚みが0.5 mmを超えるときは，約600 cm^2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℃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，この内容液を試験液とする．

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℃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とおりとする：100±2℃，2±0.2時間；70±2℃，24±2時間；50±2℃，72±2時間；37±1℃，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20.0 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℃で1時間乾燥し，その質量を量る．

1.3. 微粒子試験

1.3.1. 操作法

容器の内外を微粒子試験用水でよく洗い，容器に表示された内容量の微粒子試験用水又は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℃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℃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．

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粒子計数装置を用いて行う．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微粒子試験用水又は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．

1.3.2. 試薬

微粒子試験用水及び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．

1.4. 透明性試験

1.4.1. 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．

1.4.2. 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．

1.4.2.1. 試液

(i) ホルマジン標準乳濁液：ホルマジン乳濁原液15 mLに水を加え1000 mLとする．調製後24時間以内に使用することとし，用時よく振り混ぜて用いる．

(ii) 参照乳濁液：ホルマジン標準乳濁液50 mLに，水を加えて100 mLとする．

1.4.2.2. 操作法

(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(100X／15：Xは濁っていると判断された試験容器の数)を求める．

1.5. 水蒸気透過性試験

1.5.1. 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．

1.5.2. 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．

1.5.2.1. 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．

1.5.2.2. 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ペ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)

$$=(1000/14V)\{(T_f - T_i) - (C_f - C_i)\}$$

V: 平均内容量(mL)

$T_f - T_i$: 各試験容器の最終時と開始時の質量の差(mg)

$C_f - C_i$: 2個の対照容器の最終時と開始時の質量の差の平均(mg)

1.6. 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(cm^2)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．

1.7. 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．なお，試験に用いる培地，試薬及び試液については規定するもののほか，当該試験の目的にかなうものを用いることができる．

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

1.7.1. 細胞株

細胞株はL929細胞(ATCC. CCL1)又はV79細胞(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．

1.7.2. 培地

(ⅰ) L929細胞用には，イーグル最少必須培地にウシ胎児血清を10 vol%になるように加えた培地を用いる．

(ⅱ) V79細胞用には，イーグル最少必須培地1000 mLに非必須アミノ酸試液及び100 mmol/Lピルビン酸ナトリウム試液10 mLずつを加え，更にウシ胎児血清を5 vol%になるように加えたM05培地を用いる．なお，M05培地と同等の感度が得られる場合には，L929細胞用の培地を用いることができる．

1.7.3. 対照材料及び対照物質

(ⅰ) 陰性対照材料：高密度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又はジブチルジチオカルバミン酸亜鉛

1.7.4. 操作法

(ⅰ) 試験試料：容器材料が均一な場合は，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 cm^2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) 試料溶液の調製：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℃で15分間高圧蒸気滅菌する．試験試料が高圧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ガス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 cm^2当たり1 mL，又は質量1 g当たり10 mLの培地を加えて軽く栓をした後，炭酸ガス濃度5%，温度37℃に維持した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圧蒸気滅菌した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移し，これを100%試料溶液とする．この試料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%などの試料溶液とする．
(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容器(フラスコ又はディッシュ)から培地を除き，細胞毒性試験用リン酸塩緩衝液適当量を静かに加える．培養容器をゆっくり2，3回傾けて細胞層を洗った後，細胞毒性試験用リン酸塩緩衝液を捨てる．トリプシン試液を細胞層が露出しない程度に加え，培養容器の栓又は蓋をして，炭酸ガス濃度5%，温度37℃に維持した炭酸ガス培養器に入れ，1 ～ 2分間放置する．培養容器を炭酸ガス培養器から取り出し，顕微鏡で**剝**がれ具合を観察する．培養容器を軽くたたき細胞が**剝**がれることを確認し，培地適当量を加え，静かにピペッティングして，細胞を培養容器底面から完全に**剝**がす．この液をプラスチック製滅菌遠心沈殿管に移し，遠心分離する．上清を捨て，新しい細胞毒性試験用リン酸塩緩衝液を適当量加えて，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，静かにピペッティングして，均一な細胞浮遊液を作る．血球計算盤を用いて細胞濃度を測る．
(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(24穴)の各穴に分注する．培養プレートを炭酸ガス濃度5%，温度37℃に維持した炭酸ガス培養器中で4 ～ 24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料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料溶液あるいは新しい培地について，それぞれ少なくとも3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料溶液などを捨て，メタノール又は希ホルムアルデヒド試液を適当量加えて，約30分間放置して細胞を固定する．各穴からメタノール又は希ホルムアルデヒド試液を捨て，希ギムザ試液を適当量加える．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，水洗，乾燥後，各穴のコロニー数を数える．各濃度の試料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，当該試料溶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料溶液濃度(%)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%となる試料溶液濃度(IC_{50}(%))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．

2. プラスチック製水性注射剤容器の規格

2.1. 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，「1.4.1.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．「1.4.1.第1法」で試験できない場合は，「1.4.2.2.操作法(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，傷，泡，又はその他の欠点のないものである．
(3) 水蒸気透過性 「1.5.1.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 「1.1.3.1.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 「1.1.4.1.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〈2.44〉 0.1%以下(5 g).
(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 IC_{50} (%)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．

2.2. 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 「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(1)」を準用する．

（3） 外観 「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(2)」を準用する．

（4） 漏れ 「1.6.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 「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(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 「1.1.3.2.第2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．

（9） カドミウム 「1.1.4.2.第2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．

(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，ろ紙で水を十分に拭き取った後，5 mm角以下に裁断し，その0.5 gをとり，20 mLのバイアルに入れる．これに*N,N*－ジメチルアセトアミド2.5 mLを加えた後，密栓したものを試料溶液とする．ただし，溶解が困難な試料については，常温で一晩放置したものを試料溶液とする．同様に，20 mLのバイアルに*N,N*－ジメチルアセトアミド2.5 mLを入れ，ドライアイス・メタノールで冷却した塩化ビニル標準液50 μLを正確に加えた後，密栓したものを標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液を90℃で1時間加熱した後，気相部分0.5 mLにつき，次の試験条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，試料溶液の塩化ビニルのピーク面積は，標準溶液のピーク面積よりも大きくない．

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25 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多孔性スチレン・ジビニルベンゼン共重合体を3 μmの厚さで被覆する．

カラム温度：注入後，2分間50℃に保ち，その後，120℃まで毎分10℃で昇温し，次いで250℃まで毎分20℃で昇温し，250℃を10分間保持する．

注入口温度：200℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：塩化ビニルの保持時間が約7分になるように調整する．

スプリット比：1：5

システム適合性

システムの性能 標準溶液の気体0.5 mL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，その分離度は3.0以上である．

システムの再現性 標準溶液を90℃で1時間加熱した後，気相部分0.5 mLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，塩化ビニルのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

(12) 微粒子 微粒子の数は，試験液1.0 mLにつき，5 ～ 10 μm 100個以下，10 ～ 25 μm 10個以下及び25 μm以上1個以下である．

(13) 強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(5 g)

(14) 溶出物 「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(8)」を準用する．

(15) 細胞毒性 「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(9)」を準用する．

2.3. 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 「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(1)」を準用する．

（2） 外観 「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(2)」を準用する．

（3） 水蒸気透過性 「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(3)」を準用する．

（4） 細胞毒性 「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(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るつぼにとり，硫酸2 mLで潤し，徐々に加熱して乾固した後，450 ～ 500℃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→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及びブ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 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 mLを正確にとり，クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4) 10 mL及びブ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 mLを正確にとり，クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4) 10 mL及びブ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．表面積が約150 cm^2になるような個数の試料をとり，これを硬質ガラス製容器に入れ，試料1 cm^2当たり2 mLとなるように水を加え，適切に栓を施す．これを121℃で1時間高圧蒸気滅菌した後，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．

3.1. 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．

3.2. 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 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．

3.3. 亜鉛

試験液10 mLを正確にとり，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．別に原子吸光光度用亜鉛標準液1 mLを正確にとり，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

3.4. 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 mLを加え，更に希硫酸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．

3.5. 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．

3.6. 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. 細胞毒性試験

細胞毒性試験は，輸液用ゴム栓の培地抽出液の細胞毒性を評価することによって，ゴム栓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．なお，試験に用いる培地，試薬及び試液については規定するもののほか，当該試験の目的にかなうものを用いることができる．

4.1. 細胞株

細胞株はL929細胞(ATCC. CCL1)又はV79細胞(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．

4.2. 培地

(ⅰ) L929細胞用には，イーグル最少必須培地にウシ胎児血清を10 vol%になるように加えた培地を用いる．

(ⅱ) V79細胞用には，イーグル最少必須培地1000 mLに非必須アミノ酸試液及び100 mmol/Lピルビン酸ナトリウム試液10 mLずつを加え，更にウシ胎児血清を5 vol%になるように加えたM05培地を用いる．なお，M05培地と同等の感度が得られる場合には，L929細胞用の培地を用いることができる．

4.3. 対照材料及び対照物質

(ⅰ) 陰性対照材料：高密度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又はジブチルジチオカルバミン酸亜鉛

4.4. 操作法

(ⅰ) 試験試料：ゴム栓をそのまま試験試料とする．対照材料は，2×15 mm角程度に細切して用いる．

(ⅱ) 試料溶液の調製：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℃で15分間高圧蒸気滅菌する．試験試料が高圧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ガスの影響のないように十分にエアレーションを行う．試験試料の表面積60 cm^2又は質量1 g当たり10 mLの培地を加えて軽く栓をした後，炭酸ガス濃度5%，温度37℃に維持した炭酸ガス培養器に移し，24時間静置して抽出する．対照材料には1 g当たり10 mLの培地を加えて同様に抽出する．抽出液をあらかじめ高圧蒸気滅菌した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移し，これを100%試料溶液とする．この試料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%などの試料溶液とする．

(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容器(フラスコ又はディッシュ)から培地を除き，細胞毒性試験用リン酸塩緩衝液適当量を静かに加える．培養容器をゆっくり2，3回傾けて細胞層を洗った後，細胞毒性試験用リン酸塩緩衝液を捨てる．トリプシン試液を細胞層が露出しない程度に加え，培養容器の栓又は蓋をして，炭酸ガス濃度5%，温度37℃に維持した炭酸ガス培養器に入れ，1 ～ 2分間放置する．培養容器を炭酸ガス培養器から取り出し，顕微鏡で剝がれ具合を観察する．培養容器を軽くたたき細胞が剝がれることを確認し，培地適当量を加え，静かにピペッティングして，細胞を培養容器底面から完全に剝がす．この液をプラスチック製滅菌遠心沈殿管に移し，遠心分離する．上清を捨て，新しい細胞毒性試験用リン酸塩緩衝液を適当量加えて，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，静かにピペッティングして，均一な細胞浮遊液を作る．血球計算盤を用いて細胞濃度を測る．

(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(24穴)の各穴に分注する．培養プレートを炭酸ガス濃度5%，温度37℃に維持した炭酸ガス培養器中で4 ～ 24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料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料溶液あるいは新しい培地について，それぞれ少なくとも3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料溶液などを捨て，メタノール又は希ホルムアルデヒド試液を適当量加えて，約30分間放置して細胞を固定する．各穴からメタノール又は希ホルムアルデヒド試液を捨て，希ギムザ試液を適当量加える．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，水洗，乾燥後，各穴のコロニー数を数える．各濃度の試料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，当該試料溶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料溶液濃度(%)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%となる試料溶液濃度(IC_{50} (%))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．

4.5. 判定

IC_{50} (%)は90%以上である．

5. 急性毒性試験

細胞毒性試験に適合しない場合，急性毒性試験を実施する．

試料溶液につき，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．

5.1. 試料溶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，適切に栓を施す．これを121℃で1時間高圧蒸気滅菌した後，硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し，これを試料溶液とする．別に同様の方法で空試験液を調製する．

5.2. 試験条件

(ⅰ) 試験動物：体重17 ～ 25 gの均一系又は純系の雌雄いずれかのマウスを用いる．

(ⅱ) 操作法：試験動物は各群を5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．なお，動物愛護の観点から，まず各群3匹の動物を使用し，その判定結果適合であれば各群2匹を追加して使用するなど，少数ずつ数段階に分けて投与する方法を推奨する．

5.3. 判定

注射後72時間観察するとき，体重減少，異常又は死亡を認めない．

資料 No.1-2

一般試験法

(9. 標準品、試薬・試液、計量器・用器等)

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

一般的に標準品とは，医薬品の品質評価における試験等に用いるために一定の品質に調製され，特定の用途に相応しい品質を有することが公的に保証され，供給される標準物質であり，日本薬局方標準品とは，日本薬局方に規定された医薬品の試験又は一般試験法で用いる標準品をいう．また，標準物質とは，医薬品等の化学量，物理量又は生物活性量の定量的又は定性的計測，医薬品等の試験に用いる測定装置の校正や正確さの確認などにおいて基準として用いる物質をいう．

日本薬局方標準品は，医薬品各条又は一般試験法における定量，確認試験，純度試験，若しくは試験に用いる装置の校正及び分析システムの適合性試験等に使用される．日本薬局方標準品の用途及び使用方法は医薬品各条又は一般試験法の規定による．

日本薬局方標準品は，次のとおりである．

（1） 別に厚生労働大臣が定めるところにより厚生労働大臣の登録を受けた者が製造する標準品．

アザチオプリン標準品
アシクロビル標準品
アジスロマイシン標準品
アスコルビン酸標準品
アスピリン標準品
装置適合性確認用アセトアニリド標準品
アセトアミノフェン標準品
装置適合性確認用アセトフェネチジン標準品
アトルバスタチンカルシウム標準品
純度試験用アドレナリン酒石酸水素塩標準品
アトロピン硫酸塩標準品
アミトリプチリン塩酸塩標準品
アミノ安息香酸エチル標準品
アムロジピンベシル酸塩標準品
アルプロスタジル標準品
アレンドロン酸ナトリウム標準品
アンピシリン標準品
アンレキサノクス標準品
イコサペント酸エチル標準品
イソフルラン標準品
イソマル標準品
イドクスウリジン標準品
イプリフラボン標準品
イミプラミン塩酸塩標準品
インスリンアスパルト標準品
インスリングラルギン標準品
インスリンヒト標準品
インダパミド標準品
インターロイキン－2標準品
インドメタシン標準品
ウリナスタチン標準品
高分子量ウロキナーゼ標準品
エストラジオール安息香酸エステル標準品
エストリオール標準品
エチニルエストラジオール標準品
エテンザミド標準品
エトポシド標準品
エドロホニウム塩化物標準品
エナラプリルマレイン酸塩標準品
エパルレスタット標準品
エピチオスタノール標準品
エピルビシン塩酸塩標準品
エプレレノン標準品
エポエチンアルファ標準品
エポエチンベータ標準品
エリブリンメシル酸塩標準品
システム適合性試験用エリブリンメシル酸塩類縁物質C標準品
エルカトニン標準品
エルゴカルシフェロール標準品
エルゴメトリンマレイン酸塩標準品
エンタカポン標準品
システム適合性試験用エンタカポン類縁物質A標準品
エンドトキシン標準品
オキシトシン標準品
オザグレルナトリウム標準品
オーラノフィン標準品
オルメサルタンメドキソミル標準品
ガチフロキサシン標準品
カフェイン標準品
装置適合性確認用カフェイン標準品
ガベキサートメシル酸塩標準品
カベルゴリン標準品
カモスタットメシル酸塩標準品
カリジノゲナーゼ標準品
システム適合性試験用過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品
カルシトニンサケ標準品
L－カルノシン標準品
カルビドパ標準品
カルボプラチン標準品
d－カンフル標準品
dl－カンフル標準品
純度試験用ギトキシン標準品
ギンセノシドRb_1標準品
ギンセノシドRg_1標準品
グアイフェネシン標準品
クエチアピンフマル酸塩標準品
クラリスロマイシン標準品
グリチルリチン酸標準品
グリメピリド標準品
グルカゴン標準品
D－グルクロノラクトン標準品

103 クロピドグレル硫酸塩標準品
104 クロフィブラート標準品
105 クロベタゾールプロピオン酸エステル標準品
106 クロミフェンクエン酸塩標準品
107 クロルジアゼポキシド標準品
108 クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品
109 クロルマジノン酢酸エステル標準品
110 ゲファルナート標準品
111 ゲフィチニブ標準品
112 ゴナドレリン酢酸塩標準品
113 コルチゾン酢酸エステル標準品
114 コレカルシフェロール標準品
115 サッカリン標準品
116 サッカリンナトリウム標準品
117 サルポグレラート塩酸塩標準品
118 システム適合性試験用残留溶媒標準品
119 残留溶媒クラス1標準品
120 残留溶媒クラス2A標準品
121 残留溶媒クラス2B標準品
122 残留溶媒クラス2C標準品
123 シアノコバラミン標準品
124 ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品
125 シクロスポリン標準品
126 ジゴキシン標準品
127 シスプラチン標準品
128 シタグリプチンリン酸塩標準品
129 システム適合性試験用シタグリプチンリン酸塩標準品
130 シチコリン標準品
131 ジドブジン標準品
132 ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品
133 ジフルコルトロン吉草酸エステル標準品
134 シプロフロキサシン標準品
135 ジフロラゾン酢酸エステル標準品
136 シベレスタット標準品
137 装置校正用シュウ酸カルシウム一水和物標準品
138 ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品
139 シルニジピン標準品
140 シロスタゾール標準品
141 シロドシン標準品
142 シンバスタチン標準品
143 スウェルチアマリン標準品
144 スコポラミン臭化水素酸塩標準品
145 スピロノラクトン標準品
146 スルバクタム標準品
147 スルファジアジン銀標準品
148 装置適合性確認用スルファニルアミド標準品
149 装置適合性確認用スルファピリジン標準品
150 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品
151 ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品
152 セトチアミン塩酸塩標準品
153 セファゾリン標準品
154 セフェピム塩酸塩標準品
155 セフォチアム塩酸塩標準品
156 セフトリアキソンナトリウム標準品
157 セフメタゾール標準品
158 セボフルラン標準品
159 確認試験用セラセフェート標準品
160 確認試験用結晶セルロース標準品
161 セレコキシブ標準品
162 センノシドA標準品
163 センノシドB標準品
164 ゾニサミド標準品
165 タカルシトール標準品
166 タクロリムス標準品
167 タゾバクタム標準品
168 ダナゾール標準品
169 チアミラール標準品
170 チアミン塩化物塩酸塩標準品
171 チモロールマレイン酸塩標準品
172 消化力試験用チロシン標準品
173 デキサメタゾン標準品
174 テストステロンプロピオン酸エステル標準品
175 デスラノシド標準品
176 デフェロキサミンメシル酸塩標準品
177 テプレノン標準品
178 ドキサゾシンメシル酸塩標準品
179 トコフェロール標準品
180 トコフェロールコハク酸エステル標準品
181 トコフェロール酢酸エステル標準品
182 トコフェロールニコチン酸エステル標準品
183 トスフロキサシントシル酸塩標準品
184 ドセタキセル標準品
185 ドネペジル塩酸塩標準品
186 ドブタミン塩酸塩標準品
187 トラネキサム酸標準品
188 トリアゾラム標準品
189 トリアムシノロン標準品
190 トリアムシノロンアセトニド標準品
191 トリクロルメチアジド標準品
192 トリヘキシフェニジル塩酸塩標準品
193 ドリペネム標準品
194 ドルゾラミド塩酸塩標準品
195 トルナフタート標準品
196 トルブタミド標準品
197 トレハロース標準品
198 トロキシピド標準品
199 トロンビン標準品
200 ナテグリニド標準品
201 ナブメトン標準品
202 ナルトグラスチム標準品
203 ニコチン酸標準品
204 ニコチン酸アミド標準品
205 ニザチジン標準品
206 確認試験用無水乳糖標準品
207 確認試験用乳糖標準品
208 ニルバジピン標準品
209 ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品
210 ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品

211 ノルゲストレル標準品
212 バイカリン標準品
213 バクロフェン標準品
214 パズフロキサシンメシル酸塩標準品
215 バソプレシン標準品
216 純度試験用パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品
217 パラオキシ安息香酸エチル標準品
218 パラオキシ安息香酸ブチル標準品
219 パラオキシ安息香酸プロピル標準品
220 パラオキシ安息香酸メチル標準品
221 バラシクロビル塩酸塩標準品
222 バルサルタン標準品
223 パロキセチン塩酸塩標準品
224 バンコマイシン塩酸塩標準品
225 パントテン酸カルシウム標準品
226 ピオグリタゾン塩酸塩標準品
227 ビカルタミド標準品
228 ビサコジル標準品
229 ピタバスタチンメチルベンジルアミン標準品
230 確認試験用ヒドロキシエチルセルロース標準品
231 ヒドロクロロチアジド標準品
232 ヒドロコルチゾン標準品
233 ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品
234 ヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品
235 ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品
236 ピペラシリン標準品
237 ピリドキサールリン酸エステル標準品
238 ピリドキシン塩酸塩標準品
239 ビンクリスチン硫酸塩標準品
240 ビンブラスチン硫酸塩標準品
241 フィトナジオン標準品
242 フィルグラスチム標準品
243 フェキソフェナジン塩酸塩標準品
244 フェノフィブラート標準品
245 プエラリン標準品
246 ブドウ糖標準品
247 フラジオマイシン硫酸塩標準品
248 プラゾシン塩酸塩標準品
249 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
250 ム標準品
251 プランルカスト標準品
252 プリミドン標準品
253 フルオシノニド標準品
254 フルオシノロンアセトニド標準品
255 フルオロメトロン標準品
256 フルスルチアミン塩酸塩標準品
257 フルタミド標準品
258 フルドロコルチゾン酢酸エステル標準品
259 フルボキサミンマレイン酸塩標準品
260 プレドニゾロン標準品
261 プレドニゾロンコハク酸エステル標準品
262 プレドニゾロン酢酸エステル標準品
263 プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品
264 プロゲステロン標準品
265 フロセミド標準品
266 プロピベリン塩酸塩標準品
267 プロブコール標準品
268 プロベネシド標準品
269 ブロムフェナクナトリウム標準品
270 ペオニフロリン標準品
271 ベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品
272 ベタメタゾン標準品
273 ベタメタゾン吉草酸エステル標準品
274 ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品
275 低分子量ヘパリン標準品
276 ヘパリンナトリウム標準品
277 確認試験用ヘパリンナトリウム標準品
278 含糖ペプシン標準品
279 ペミロラストカリウム標準品
280 ペルフェナジン標準品
281 ベルベリン塩化物標準品
282 ペントバルビタール標準品
283 確認試験用ポビドン標準品
284 ボリコナゾール標準品
285 ホリナートカルシウム標準品
286 マニジピン塩酸塩標準品
287 マルトース標準品
288 Dーマンニトール標準品
289 ミグリトール標準品
290 ミゾリビン標準品
291 ミチグリニドカルシウム標準品
292 ミノサイクリン塩酸塩標準品
293 メキシレチン塩酸塩標準品
294 メコバラミン標準品
295 メストラノール標準品
296 メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品
297 メチルジゴキシン標準品
298 メチルテストステロン標準品
299 メチルドパ標準品
300 メチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品
301 メトキサレン標準品
302 メトトレキサート標準品
303 メドロキシプロゲステロン酢酸エステル標準品
304 メナテトレノン標準品
305 メロペネム標準品
306 システム適合性試験用モンテルカスト標準品
307 モンテルカストジシクロヘキシルアミン標準品
308 確認試験用モンテルカストナトリウム標準品
309 システム適合性試験用モンテルカストラセミ体標準品
310 ユビデカレノン標準品
311 葉酸標準品
312 ラクツロース標準品
313 ラニチジン塩酸塩標準品
314 ラノコナゾール標準品
315 ラベプラゾールナトリウム標準品
316 ランソプラゾール標準品
317 リセドロン酸標準品
318 リゾチーム標準品

リトドリン塩酸塩標準品
リバビリン標準品
リボフラビン標準品
リマプロスト標準品
リューブロレリン酢酸塩標準品
リルマザホン塩酸塩標準品
レセルピン標準品
レチノール酢酸エステル標準品
レチノールパルミチン酸エステル標準品
レノグラスチム標準品
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品
ロキシスロマイシン標準品
ロキソプロフェン標準品
ロサルタンカリウム標準品
ロスバスタチンカルシウム標準品
ロフラゼプ酸エチル標準品
装置適合性確認用ワニリン標準品
ワルファリンカリウム標準品

（2） 国立感染症研究所が製造する標準品.

アクチノマイシンD標準品
アクラルビシン標準品
アズトレオナム標準品
アスポキシシリン標準品
アミカシン硫酸塩標準品
アムホテリシンB標準品
アモキシシリン標準品
アルベカシン硫酸塩標準品
イセパマイシン硫酸塩標準品
イダルビシン塩酸塩標準品
イミペネム標準品
インターフェロンアルファ標準品
エリスロマイシン標準品
エンビオマイシン硫酸塩標準品
オキシテトラサイクリン塩酸塩標準品
カナマイシン一硫酸塩標準品
カルモナムナトリウム標準品
クラブラン酸リチウム標準品
クリンダマイシン塩酸塩標準品
クリンダマイシンリン酸エステル標準品
クロキサシリンナトリウム標準品
クロラムフェニコール標準品
クロラムフェニコールコハク酸エステル標準品
クロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品
ゲンタマイシン硫酸塩標準品
コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品
コリスチン硫酸塩標準品
サイクロセリン標準品
シクラシリン標準品
ジクロキサシリンナトリウム標準品
ジベカシン硫酸塩標準品
ジョサマイシン標準品
ジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品
ストレプトマイシン硫酸塩標準品
スピラマイシンⅡ酢酸エステル標準品
スペクチノマイシン塩酸塩標準品
スルタミシリントシル酸塩標準品
スルベニシリンナトリウム標準品
セファクロル標準品
セファトリジンプロピレングリコール標準品
セファドロキシル標準品
セファレキシン標準品
セファロチンナトリウム標準品
セフィキシム標準品
セフォジジムナトリウム標準品
セフォゾプラン塩酸塩標準品
セフォタキシム標準品
セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品
セフォテタン標準品
セフォペラゾン標準品
セフカペンピボキシル塩酸塩標準品
セフジトレンピボキシル標準品
セフジニル標準品
セフスロジンナトリウム標準品
セフタジジム標準品
セフチゾキシム標準品
セフチブテン塩酸塩標準品
セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品
セフピラミド標準品
セフピロム硫酸塩標準品
セフブペラゾン標準品
セフポドキシムプロキセチル標準品
セフミノクスナトリウム標準品
セフメノキシム塩酸塩標準品
セフロキサジン標準品
セフロキシムアキセチル標準品
ダウノルビシン塩酸塩標準品
タランピシリン塩酸塩標準品
テイコプラニン標準品
テトラサイクリン塩酸塩標準品
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品
ドキシサイクリン塩酸塩標準品
ドキソルビシン塩酸塩標準品
トブラマイシン標準品
トリコマイシン標準品
ナイスタチン標準品
バカンピシリン塩酸塩標準品
バシトラシン標準品
パニペネム標準品
ピブメシリナム塩酸塩標準品
ピマリシン標準品
ピラルビシン標準品
ピロールニトリン標準品
ファロペネムナトリウム標準品
フェネチシリンカリウム標準品
フシジン酸ジエタノールアンモニウム標準品
ブレオマイシンA_2塩酸塩標準品
フロモキセフトリエチルアンモニウム標準品

426 ベカナマイシン硫酸塩標準品
427 ペプロマイシン硫酸塩標準品
428 ベンジルペニシリンカリウム標準品
429 ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標準品
430 ポリミキシンB硫酸塩標準品
431 マイトマイシンC標準品
432 ミクロノマイシン硫酸塩標準品
433 ミデカマイシン標準品
434 ミデカマイシン酢酸エステル標準品
435 ムピロシンリチウム標準品
436 ラタモキセフアンモニウム標準品
437 リファンピシン標準品
438 リボスタマイシン硫酸塩標準品
439 リンコマイシン塩酸塩標準品
440 レナンピシリン塩酸塩標準品
441 ロイコマイシンA_5標準品

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．

$$f=\frac{1000m}{VMn}$$

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：65.38) 6.538 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℃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6.538 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($NaNO_2$：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ァニルアミドを105℃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℃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 mg $H_2NC_6H_4SO_2NH_2$

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($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8\cdot 2H_2O$：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℃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
＝6.538 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和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：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和物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℃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
＝3.269 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和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：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和物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℃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和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：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和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：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参照．

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参照．

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参照．

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参照．

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参照．

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) (20) 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時間放置した後に使用する．用時，次の標定を行う．

標定 硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物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和物($BaCl_2 \cdot 2H_2O$：244.26) 24.426 gを含む．

調製 塩化バリウム二水和物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，ろ紙と共にるつぼに移し，強熱灰化する．冷後，硫酸2滴を加え，再び約700℃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($BaSO_4$)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 $BaSO_4$

0.02 mol/L塩化バリウム液

1000 mL中塩化バリウム二水和物($BaCl_2 \cdot 2H_2O$: 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，ろ紙と共にるつぼに移し，強熱灰化する．冷後，硫酸2滴を加え，再び約700℃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($BaSO_4$)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 $BaSO_4$

0.01 mol/L塩化バリウム液

1000 mL中塩化バリウム二水和物($BaCl_2 \cdot 2H_2O$: 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($MgCl_2 \cdot 6H_2O$: 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($MgCl_2 \cdot 6H_2O$: 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 Na_2CO_3

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℃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，緩く栓をして冷却するとき，持続する橙色～橙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＝53.00 mg Na_2CO_3

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 Na_2CO_3

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 Na_2CO_3

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．

0.05 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($HClO_4$：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℃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℃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℃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 $KHC_6H_4(COO)_2$

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($HClO_4$：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($HClO_4$：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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

0.1 mol/L過塩素酸・1,4−ジオキサン液

1000 mL中過塩素酸($HClO_4$：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℃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 $KHC_6H_4(COO)_2$

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($HClO_4$：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($HClO_4$：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[$Ba(ClO_4)_2$：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($KMnO_4$：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℃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℃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℃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 $Na_2C_2O_4$

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[$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$：219.50] 10.975 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[$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$：219.50] 4.390 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　を参照．

1／60 mol/L重クロム酸カリウム液

1／60 mol/L二クロム酸カリウム液　を参照．

0.05 mol/Lシュウ酸液

1000 mL中シュウ酸二水和物($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$：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℃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℃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($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$：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($Na_2C_2O_4$：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℃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℃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橙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．

0.1 mol/L硝酸銅(Ⅱ)液

1000 mL中硝酸銅(Ⅱ)三水和物[$Cu(NO_3)_2・3H_2O$：241.60]を24.16 g含む．

調製 硝酸銅(Ⅱ)三水和物24.2 gを水に溶かし，1000 mLとし，次の標定を行う．

標定 調製した0.1 mol/L硝酸銅(Ⅱ)液10 mLを正確に量り，硝酸ナトリウム溶液(9→20) 1 mL，pH 4.8の酢酸･酢酸アンモニウム緩衝液20 mL及び水70 mL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(電位差滴定法)．ただし，指示電極として銅電極，参照電極として複合型銀－塩化銀電極を用い，内液は塩化カリウム溶液(1→4)を用いる．

0.01 mol/L硝酸ビスマス液

1000 mL中硝酸ビスマス五水和物[$Bi(NO_3)_3・5H_2O$：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，ブ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(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：ブ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 $HOSO_2NH_2$

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 $HOSO_2NH_2$

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 $HOSO_2NH_2$

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 $HOSO_2NH_2$

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．

0.025 mol/L水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液

1000 mL中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00) 1.000 gを含む．
調製 水酸化ナトリウム2.1 gをエタノール(99.5) 100 mLに溶かし，密栓し，一夜放置した後，上澄液50 mLをとり，エタノール(99.5) 650 mL及び新たに煮沸して冷却した水を加えて1000 mLとし，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48時間乾燥し，その約25 mgを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水で薄めたエタノール(7→10) 30 mLに溶かし，調製した水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する(電位差滴定法)．

0.025 mol/L水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液1 mL
＝2.427 mg $HOSO_2NH_2$

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(NH_4SCN：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(NH_4SCN：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($Na_2S_2O_3・5H_2O$：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℃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($Na_2S_2O_3・5H_2O$：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($Na_2S_2O_3・5H_2O$：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($Na_2S_2O_3・5H_2O$：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($Na_2S_2O_3・5H_2O$：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($Na_2S_2O_3・5H_2O$：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[$NaB(C_6H_5)_4$：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℃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℃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[$KB(C_6H_5)_4$：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
＝7.166 mg $KB(C_6H_5)_4$

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 を参照．

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[$(C_4H_9)_4NOH$：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 C_6H_5COOH

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[$(CH_3)_4NOH$：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 C_6H_5COOH

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[$(CH_3)_4NOH$：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 C_6H_5COOH

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[$(CH_3)_4NOH$：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[$(CH_3)_4NOH$：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(CH_3ONa：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 C_6H_5COOH

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　を参照．

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(CH_3ONa：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 C_6H_5COOH

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二クロム酸カリウム液

1000 mL中二クロム酸カリウム($K_2Cr_2O_7$：294.18) 4.903 gを含む．

調製 二クロム酸カリウム(標準試薬)を粉末とし，100 ～ 110℃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　を参照．

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　を参照．

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[$K_3Fe(CN)_6$：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[$K_3Fe(CN)_6$：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.

0.004 mol/Lベンゼトニウム塩化物液

1000 mL中ベンゼトニウム塩化物($C_{27}H_{42}ClNO_2$：448.08) 1.7923 gを含む.

調製 定量用ベンゼトニウム塩化物を105℃で4時間乾燥した後，その1.792 gを水に溶かし，正確に1000 mLとし，次の標定を行う.

標定 調製したベンゼトニウム塩化物液10 mLを正確に量り，薄めた希塩酸(1→2)を滴加してpH 2.6 ～ 3.4に調整し，メチルオレンジ試液1滴を加えて液が赤色を呈するまで0.02 mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉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
＝8.962 mg $C_{27}H_{42}ClNO_2$

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.

0.025 mol/Lヨウ素液

1000 mL中ヨウ素(I：126.90) 6.345 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2倍容量とする.

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℃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℃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℃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($C_{12}H_{25}NaO_4S$：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 定量用パパベリン塩酸塩を乾燥し，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橙赤色に変わるときとする.

0.01 mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液1 mL
＝3.759 mg $C_{20}H_{21}NO_4$・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℃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，緩く栓をして冷却するとき，持続する橙色～橙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 mol/L硫酸1 mL＝53.00 mg Na_2CO_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 mol/L硫酸1 mL＝26.50 mg Na_2CO_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＝5.300 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.

0.02 mol/L硫酸

1000 mL中硫酸(H_2SO_4：98.08) 1.9616 gを含む.

調製 用時，0.05 mol/L硫酸に水を加えて正確に2.5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($ZnSO_4$・$7H_2O$：287.55) 28.755 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.

0.05 mol/L硫酸亜鉛液

1000 mL中硫酸亜鉛七水和物($ZnSO_4$・$7H_2O$：287.55) 14.378 gを含む.

調製 用時，0.1 mol/L硫酸亜鉛液に水を加えて正確に2倍容量とする.

0.02 mol/L硫酸亜鉛液

1000 mL中硫酸亜鉛七水和物($ZnSO_4$・$7H_2O$：287.55) 5.7510 gを含む.

調製 用時，0.1 mol/L硫酸亜鉛液に水を加えて正確に5倍容量とする.

0.1 mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液

1000 mL中硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物[$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$・$6H_2O$：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[$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$・$6H_2O$：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[$FeNH_4(SO_4)_2$・$12H_2O$：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硫酸セリウム(Ⅳ)液

1000 mL中硫酸セリウム(Ⅳ)四水和物[$Ce(SO_4)_2$・$4H_2O$：404.30] 40.43 gを含む．

調製 硫酸セリウム(Ⅳ)四水和物40.43 gを薄めた硫酸(1→11) 550 mLに溶かす．放冷した後，水を加えて1000 mLとし，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℃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0.2 gを精密に量り，水75 mLに溶かす．あらかじめ水5 mL及び硫酸2 mLを混合した液をかき混ぜながら加え，更に塩酸10 mLを加えた後，70 ～ 75℃に加温して滴定を続け，0.1 mol/L硫酸セリウム(Ⅳ)液で持続する微黄色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L硫酸セリウム(Ⅳ)液1 mL＝6.700 mg $Na_2C_2O_4$

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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[$Ce(NH_4)_4(SO_4)_4$・$2H_2O$：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[$Ce(NH_4)_4(SO_4)_4$・$2H_2O$：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．

ICP分析用パラジウム標準液 パラジウム標準液，ICP分析用を参照．

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，原子吸光光度用 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．

亜硫酸塩標準液 無水亜硫酸ナトリウム3.150 gを正確に量り，新たに蒸留した水に溶かし，正確に100 mLとする．この液0.5 mLを正確に量り，新たに蒸留した水を加えて正確に100 mLとする．この液1 mLは二酸化硫黄(SO_2)として80 μgを含む．用時製する．

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．さらに，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

アルミニウム標準液，原子吸光光度用 アルミニウム標準原液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はアルミニウム(Al) 0.100 mgを含む．

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(NH_4) 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，正確に200 mLとする．この液1 mLを正確にとり，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．なお，本液1 mLは塩化ビニル10 μgを含む．

塩化物標準原液 塩化ナトリウムを130℃で2時間乾燥し，その0.824 gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000 mLとする．

塩化物標準液 塩化物標準原液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は塩素(Cl) 5 μgを含む．

過酸化水素標準原液 過酸化水素(30)に水を加え，1 mL中に過酸化水素(H_2O_2：34.01) 0.30 gを含むように調製する．この調製した液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 mLを正確に量り，水10 mL及び希硫酸10 mLを入れたフラスコに加え，0.02 mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の色が僅かに紅色になる点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L過マンガン酸カリウム液1 mL＝1.701 mg H_2O_2

過酸化水素標準液 過酸化水素標準原液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は過酸化水素(H_2O_2：34.01) 30 mgを含む．

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．

金標準液，原子吸光光度用 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．

銀標準液，原子吸光光度用 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．

グリオキサール標準原液 グリオキサール0.200 gに対応する

量の40%グリオキサール試液を100 mLのメスフラスコにとり，エタノール(99.5)で希釈して100 mLとする．用時，エタノール(99.5)で100倍に希釈する．この液1 mLはグリオキサール($C_2H_2O_2$) 20 μgを含む．

グリオキサール標準液 グリオキサール標準原液をエタノール(99.5)で10倍に希釈する．用時製する．この液1 mLはグリオキサール($C_2H_2O_2$) 2 μgを含む．

クロム標準液，原子吸光光度用 二クロム酸カリウム(標準試薬) 0.283 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はクロム(Cr) 0.10 mgを含む．

原子吸光光度用亜鉛標準液 亜鉛標準液，原子吸光光度用 を参照．

原子吸光光度用アルミニウム標準液 アルミニウム標準液，原子吸光光度用 を参照．

原子吸光光度用カルシウム標準液 カルシウム標準液，原子吸光光度用 を参照．

原子吸光光度用金標準液 金標準液，原子吸光光度用 を参照．

原子吸光光度用銀標準液 銀標準液，原子吸光光度用 を参照．

原子吸光光度用クロム標準液 クロム標準液，原子吸光光度用 を参照．

原子吸光光度用鉄標準液 鉄標準液，原子吸光光度用 を参照．

原子吸光光度用鉄標準液(2) 鉄標準液(2)，原子吸光光度用 を参照．

原子吸光光度用ニッケル標準液 ニッケル標準液，原子吸光光度用 を参照．

原子吸光光度用マグネシウム標準液 マグネシウム標準液，原子吸光光度用 を参照．

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〉 を参照．

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 μg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〉 を参照．

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 μgを含む．

炭酸塩pH標準液 pH測定法〈2.54〉 を参照．

鉄標準原液 塩化鉄(Ⅲ)六水和物4.840 gを正確に量り，薄めた塩酸(9→25)に溶かし，正確に100 mLとする．

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．

鉄標準液，原子吸光光度用 鉄標準原液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に200 mLとする．用時製する．この液1 mLは鉄(Fe) 0.250 mgを含む．

鉄標準液(2)，原子吸光光度用 鉄標準原液2 mLを正確に量り，水を加えて正確に250 mLとする．この液10 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．用時製する．この液1 mLは鉄(Fe) 8 μg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[$CH_3(CH_2)_{11}C_6H_4SO_3Na$] 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℃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．

ニッケル標準原液 硫酸ニッケル(Ⅱ)六水和物4.48 gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000 mLとする．

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．

ニッケル標準液，原子吸光光度用 ニッケル標準原液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はニッケル(Ni) 0.01 mgを含む．

粘度計校正用標準液 [日本産業規格，粘度計校正用標準液(Z 8809)]

パラジウム標準液，ICP分析用 計量法で規定される標準液．この液1 mLはパラジウム(Pd) 1 mgを含む．

pH標準液，シュウ酸塩 pH測定法〈2.54〉 を参照．

pH標準液，水酸化カルシウム pH測定法〈*2.54*〉 を参照.

pH標準液，炭酸塩 pH測定法〈*2.54*〉 を参照.

pH標準液，フタル酸塩 pH測定法〈*2.54*〉 を参照.

pH標準液，ホウ酸塩 pH測定法〈*2.54*〉 を参照.

pH標準液，リン酸塩 pH測定法〈*2.54*〉 を参照.

ヒ素標準原液 ヒ素試験法〈*1.11*〉 を参照.

ヒ素標準液 ヒ素試験法〈*1.11*〉 を参照.

認証ヒ素標準液 ヒ素試験法〈*1.11*〉 を参照.

フタル酸塩pH標準液 pH測定法〈*2.54*〉 を参照.

フッ素標準液 酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉 を参照.

ホウ酸塩pH標準液 pH測定法〈*2.54*〉 を参照.

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 μgを含む.

ホルマジン乳濁原液 ヘキサメチレンテトラミン試液25 mLに硫酸ヒドラジニウム試液25 mLを加え，室温で24時間放置後，使用する．本液は，内表面に傷のないガラス容器に保存する．調製後2箇月以内に使用する．用時よく振り混ぜて用いる．濁度は4000 NTUに相当する.

マグネシウム標準原液 塩化マグネシウム六水和物8.365 gを正確に量り，2 mol/L塩酸試液に溶かし，正確に1000 mLとする.

マグネシウム標準液，原子吸光光度用 マグネシウム標準原液1 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はマグネシウム(Mg) 0.0100 mgを含む.

水・メタノール標準液 水分測定法〈*2.48*〉 を参照.

メタノール標準液 メタノール試験法〈*1.12*〉 を参照.

リン酸塩pH標準液 pH測定法〈*2.54*〉 を参照.

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(PO_4として) 0.025 mgを含む.

1 9.23 色の比較液

2 色の比較試験法〈2.65〉を準用する.

1 試薬・試液等

2 9.41 試薬・試液

3 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
4 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
5 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
6 日本産業規格試薬の容量分析用標準物質，特級，1級，水分測
7 定用などの規格に適合するもので，試験法は日本産業規格試薬
8 の試験法に従う．認証標準物質と記載したものは，JIS Q0030
9 に基づく認証書が付けられ，国際単位系へのトレーサビリティ
10 が保証された標準物質であり，国立研究開発法人産業技術総合
11 研究所計量標準総合センター及び認証標準物質生産者が供給す
12 る．日本薬局方の試薬名が日本産業規格と相違する場合は，こ
13 れを併記する．医薬品各条と記載したものは，医薬品各条の規
14 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
15 いては，日本薬局方の試験法を準用する．
16 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
17 ある．
18 **ICP分析用水** 誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合
19 プラズマ質量分析法 を参照．
20 **アウリントリカルボン酸アンモニウム** アルミノン を参照．
21 **亜鉛** Zn [K 8012，特級]
22 **亜鉛(標準試薬)** Zn JIS K 8005の容量分析用標準物質のほ
23 か，容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用する
24 ことができる．
25 **亜鉛，ヒ素分析用** Zn [K 8012，ひ素分析用] 粒径約800
26 μmのものを用いる．
27 **亜鉛，無ヒ素** 亜鉛，ヒ素分析用 を参照．
28 **亜鉛粉末** Zn [K 8013，窒素酸化物分析用又はひ素分析用]
29 **亜鉛末** 亜鉛粉末 を参照．
30 **アクテオシド，薄層クロマトグラフィー用** ベルバスコシド，
31 薄層クロマトグラフィー用 を参照．
32 **アクリノール** アクリノール水和物 を参照．
33 **アクリノール水和物** $C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3 \cdot H_2O$ [医薬品各
34 条]
35 **アクリルアミド** $CH_2CHCONH_2$ 白色～微黄色の結晶性の粉
36 末である．
37 **融点**〈2.60〉 83 ～ 87℃
38 **含量** 97.0%以上．
39 **アコニチン，純度試験用** $C_{34}H_{47}NO_{11}$ 白色の結晶又は結晶
40 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
41 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
42 ど溶けない．融点：約185℃(分解)．
43 **確認試験** 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉
44 の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3500 cm^{-1}，
45 1718 cm^{-1}，1278 cm^{-1}，1111 cm^{-1}，1097 cm^{-1}及び717 cm^{-1}
46 付近に吸収を認める．
47 **吸光度**〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$(230 nm)：211 ～ 243 (5 mg，エタノ
48 ール(99.5)，200 mL)．
49 **純度試験** 類縁物質
50 (1) 本品5.0 mgをアセトニトリル2 mLに溶かし，試料溶
51 液とする．この液1 mLを正確に量り，アセトニトリルを加
52 えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，
53 薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶
54 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
55 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
56 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
57 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
58 より濃くない．
59 (2) 本品5.0 mgをアセトニトリル5 mLに溶かし，試料溶
60 液とする．この液1 mLを正確に量り，アセトニトリルを加
61 えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準
62 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
63 フィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピ
64 ーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアコ
65 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
66 ピーク面積より大きくない．
67 試験条件
68 検出器，カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験
69 (3)の試験条件を準用する．
70 移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混
71 液(9：1)
72 流量：アコニチンの保持時間が約 26 分になるように調
73 整する．
74 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアコニチンの保持
75 時間の約 3 倍の範囲
76 システム適合性
77 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，アセトニト
78 リルを加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから
79 得たアコニチンのピーク面積が，標準溶液10 μLから
80 得たアコニチンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になるこ
81 とを確認する．
82 システムの性能：本品，純度試験用ヒパコニチン及び純
83 度試験用メサコニチンをそれぞれ1 mg並びに純度試
84 験用ジェサコニチン8 mgをアセトニトリル200 mLに
85 溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作する
86 とき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジ
87 ェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5
88 以上である．
89 システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件
90 で試験を6回繰り返すとき，アコニチンのピーク面積
91 の相対標準偏差は1.5%以下である．
92 **水分**〈2.48〉 1.0%以下(5 mg，電量滴定法)．
93 **アサリニン，薄層クロマトグラフィー用** $C_{20}H_{18}O_6$ 白色の
94 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
95 (99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：118 ～
96 122℃．
97 **確認試験** 本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外
98 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
99 とき，波長234 ～ 238 nm及び285 ～ 289 nmに吸収の極大
100 を示す．
101 **純度試験** 類縁物質 本品1 mgをメタノール1 mLに溶かし
102 た液1 μLにつき，「小青竜湯エキス」の確認試験(7)を準用
103 し，試験を行うとき，R_f値0.4付近の主スポット以外のスポ
104 ットを認めない．

(*E*)－アサロン $C_{12}H_{16}O_3$ 白色の粉末である．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60℃．

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2990 cm^{-1}，2940 cm^{-1}，2830 cm^{-1}，1609 cm^{-1}，1519 cm^{-1}，1469 cm^{-1}，1203 cm^{-1}，1030 cm^{-1}，970 cm^{-1}及び860 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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，(*E*)－アサロン以外のピークの合計量は10%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後から(*E*)－アサロンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品1 mg及び薄層クロマトグラフィー用ペリルアルデヒド1 mgをメタノールに溶かして50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ペリルアルデヒド，(*E*)－アサロンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

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．

アジ化ナトリウム NaN_3 [K 9501，特級]

アジ化ナトリウム・リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 アジ化ナトリウム0.25 gを，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を水に溶かして1000 mLとした液に溶かす．

亜ジチオン酸ナトリウム $Na_2S_2O_4$ 白色～灰白色の結晶性の粉末で，強い刺激臭がある．水分，空気中の酸素により分解する．

確認試験

(1) 本品0.5 gを水50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液10 mLに硫酸銅(Ⅱ)試液1 mLを加えるとき，液は灰褐色を呈する．

(2) (1)の試料溶液はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

貯法 遮光した気密容器．

2,2′－アジノビス(3－エチルベンゾチアゾリン－6－スルホン酸)二アンモニウム $C_{18}H_{16}N_4O_6S_4\cdot(NH_4)_2$ 帯青緑色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 約330℃(分解)．

2,2′－アジノビス(3－エチルベンゾチアゾリン－6－スルホン酸)二アンモニウム試液 クエン酸一水和物5.3 gを水に溶かし，500 mLとした液に，無水リン酸水素二ナトリウム7.1 gを水に溶かし，500 mLとした液を加えてpH 4.3に調整する．この液20 mLに2,2′－アジノビス(3－エチルベンゾチアゾリン－6－スルホン酸)二アンモニウム15 mgを溶かし，用時，過酸化水素試液14 μLを加える．

アジピン酸 $C_4H_8(COOH)_2$ 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℃

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 $C_6H_{10}O_4$

アジマリン，定量用 $C_{20}H_{26}N_2O_2$ [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($C_{20}H_{26}N_2O_2$) 99.0%以上を含むもの]

亜硝酸カリウム KNO_2 白色～微黄色の結晶性の粉末で，潮解性がある．

確認試験

(1) 本品1 gを水20 mLに溶かし，試料溶液とする．この液5 mLに硫酸1 mLを加えるとき，黄褐色のガスを生じる．

(2) (1)の試料溶液はカリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

貯法 遮光した気密容器．

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 を参照．

L－アスコルビン酸 $C_6H_8O_6$ [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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.012 g/dL L－アスコルビン酸15 mg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25 mg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50 mg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 $C_{41}H_{68}O_{14}$ 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0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．.

L−アスパラギン一水和物 $C_4H_8N_2O_3・H_2O$ [K8021，特級]

アスパラギン酸 L−アスパラギン酸 を参照.

DL−アスパラギン酸 $C_4H_7NO_4$ 白色の結晶性の粉末で，水にやや溶けにくい．融点：270 ～ 271℃.

L−アスパラギン酸 $C_4H_7NO_4$ [K 9045，特級]

アスピリン $C_9H_8O_4$ [医薬品各条]

アセタール $C_6H_{14}O_2$ 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_{20}^{20}：約0.824

沸点 〈2.57〉 約103℃

アセチルアセトン $CH_3COCH_2COCH_3$ [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.

***N*−アセチルガラクトサミン** $C_8H_{15}NO_6$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である.

含量 98.0%以上. **定量法** 本品36 mgを水1 mLに溶かす．この液15 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．各々のピーク面積につき自動積分法で測定し，面積百分率法により本品の含量を求める.

試験条件

検出器：示差屈折計(検出器温度：40℃付近の一定温度)

カラム：内径8 mm，長さ30 cmのステンレス管に7 μmの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を充填する.

カラム温度：80℃付近の一定温度

移動相：水

流量：毎分0.5 mL

面積測定範囲：*N*−アセチルガラクトサミンの保持時間の3倍の範囲

***N*−アセチルノイラミン酸** $C_{11}H_{19}NO_9$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である.

含量 98.0%以上. **定量法** 本品30 mgを移動相1 mLに溶かす．この液15 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．各々のピーク面積につき自動積分法で測定し，面積百分率法により本品の含量を求める.

試験条件

検出器：示差屈折計(検出器温度：40℃付近の一定温度)

カラム：内径8 mm，長さ30 cmのステンレス管に6 μmの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を充填する.

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：10 mmol/L過塩素酸溶液

流量：毎分0.5 mL

面積測定範囲：*N*−アセチルノイラミン酸の保持時間の3倍の範囲

***N*−アセチルノイラミン酸，エポエチンアルファ用** $C_{11}H_{19}NO_9$ 白色針状結晶性の粉末である.

***N*−アセチルノイラミン酸試液，0.4 mmol/L** エポエチンアルファ用*N*−アセチルノイラミン酸約15.5 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50 mLとする．この液V mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする.

V(mL)
＝309.3 × 2／*N*−アセチルノイラミン酸の秤取量(mg)

アセチレン 溶解アセチレン を参照.

***o*−アセトアニシジド** $C_9H_{11}NO_2$ 白色～淡褐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)に溶けやすく，水に溶けにくい．融点：86 ～ 89℃.

***p*−アセトアニシジド** $C_9H_{11}NO_2$ 白色～帯紫白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．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℃

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，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．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.

$$\text{含量(\%)} = \frac{p\text{−アセトアニシジドのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}} \times 100$$

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%の割合で被覆したものを充填する.

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：毎分30 ～ 50 mLの間の一定量で*p*−アセトアニシジドの保持時間が11 ～ 14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*p*−アセトアニシジドの保持時間の3倍の範囲

アセトアニリド C_8H_9NO 白色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 〈2.60〉 114 ～ 117℃

アセトアミノフェン $C_8H_9NO_2$ [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 CH_3CHO 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_{20}^{20}：約0.788

沸点 〈2.57〉 約21℃

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.

アセトアルデヒドアンモニアトリマー三水和物 $(C_2H_5N)_3・3H_2O$ 無色又は白色～僅かに薄い黄色の結晶又は粉末である.

含量 95.0%以上. **定量法** 本品約0.9 gを精密に量り，水50 mLに溶かし，1 mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(電位差

滴定法).

1 mol/L塩酸1 mL＝61.08 mg $(C_2H_5N)_3 \cdot 3H_2O$

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 $C_9H_6I_3NO_3$ 白色の粉末である．

純度試験 類縁物質 本品60 mg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 CH_3COCH_3 [K 8034，アセトン，特級] ただし，アセトン300.0 mLを量り，減圧，40℃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ンに溶かし，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とする．さらにこの液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 μL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4.純度試験4.3.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，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℃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℃

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填する．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：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).

アセメタシン $C_{21}H_{18}ClNO_6$ [医薬品各条]

アセメタシン，定量用 $C_{21}H_{18}ClNO_6$ [医薬品各条，「アセメタシン」ただし，乾燥したものを定量するとき，アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 99.5%以上を含むほか，次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品40 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10 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20 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，試料溶液のアセメタシン以外のピークの面積は，標準溶液のアセメタシンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のアセメタシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアセメタ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「アセメタシン錠」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アセメタシンの保持時間の約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10 μLから得たアセメタシンのピーク面積が，標準溶液のアセメタシンのピーク面積の3 ～ 7%になることを確認する．

システムの性能：アセメタシン75 mg及びインドメタシン75 mgをメタノール50 mLに溶かす．この液4 mLにパラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液(1→250) 1 mLを加え，更にメタノールを加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセメタシン，インドメタシン，パラオキシ安息香酸ヘキシルの順に溶出し，アセメタシンとイ

ンドメタシン及びインドメタシンとパラオキシ安息香酸ヘキシルの分離度は，それぞれ3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，アセメタシンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

アゼラスチン塩酸塩，定量用 $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ [医薬品各条，「アゼラスチン塩酸塩」]

アゼルニジピン，定量用 $C_{33}H_{34}N_4O_6$ [医薬品各条，「アゼルニジピン」ただし，乾燥したものを定量するとき，アゼルニジピン($C_{33}H_{34}N_4O_6$) 99.5%以上を含むもの]

亜セレン酸 H_2SeO_3 無色～白色の結晶で吸湿性がある．

確認試験

（1） 本品0.2 gを水20 mLに溶かし，試料溶液とする．この液10 mLに塩化スズ(Ⅱ)試液2 mLを加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

（2） (1)の試料溶液10 mLに薄めた塩酸(2→3) 1 mL及びヨウ化カリウム試液1 mLを加えるとき，液は褐色を呈する．

貯法 遮光した気密容器．

亜セレン酸・硫酸試液 亜セレン酸50 mgを硫酸10 mLに溶かす．

亜セレン酸ナトリウム Na_2SeO_3 白色の結晶性の粉末である．

確認試験

（1） 本品1 gを水100 mLに溶かし，試料溶液とする．この液10 mLに塩化スズ(Ⅱ)試液2 mLを加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

（2） (1)の試料溶液はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

貯法 遮光した気密容器．

アゾセミド，定量用 $C_{12}H_{11}ClN_6O_2S_2$ [医薬品各条，「アゾセミド」]

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モル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，るつぼ形ガラスろ過器(1G4) [105±2℃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℃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，定量用 $C_{15}H_{20}O_3$ アトラクチレノリドⅢ，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(219 nm)：446 ～ 481 (5 mg，メタノール，500 mL)．

純度試験 類縁物質 本品5 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，試料溶液のアトラクチレノリドⅢ以外のピークの合計面積は，標準溶液のアトラクチレノリドⅢのピーク面積より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度及び移動相は「当帰芍薬散エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

流量：アトラクチレノリドⅢの保持時間が約11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アトラクチレノリドⅢの保持時間の約5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10 μLから得たアトラクチレノリドⅢのピーク面積が，標準溶液のアトラクチレノリドⅢ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：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，アトラクチレノリドⅢのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

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，アトラクチレノリドⅢのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

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：193 ～ 196℃．

確認試験

（1） 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．

（2） 本品を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}，1742 cm^{-1}，1641 cm^{-1}及び1384 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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．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につき，「当帰芍薬散エキス」の確認試験(3)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値0.5付近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．

アトラクチロジン，定量用 $C_{13}H_{10}O$ 白色～微黄色の結晶である．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54℃．

確認試験 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．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256 ～ 260 nm，270 ～ 274 nm，332 ～ 336 nm及び352 ～ 356 nmに吸収の極大を示す．

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(272 nm)：763 ～ 819 (2 mg，メタノール，250 mL)．ただし，本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．

純度試験 類縁物質

(ⅰ) 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．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し，速やかにヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得たR_f値0.4付近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．

(ⅱ) 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品5 mgをメタノール250 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，試料溶液のアトラクチロジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアトラクチロ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，カラム温度及び移動相は「当帰芍薬散エキス」の定量法(4)の試験条件を準用する．

流量：アトラクチロジンの保持時間が約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アトラクチロジンの保持時間の約5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から得たアトラクチロジンのピーク面積が，標準溶液20 μLから得たアトラクチロジンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液を無色の容器に入れ，紫外線(主波長365 nm)を約1分間照射する．この液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，アトラクチロジン以外に1本の異性体のピークを認め，異性体，アトラクチロジンの順に溶出し，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20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アトラクチロジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

アトラクチロジン試液，定量用 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．定量用アトラクチロジン約5 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に1000 mLとする．

アトロピン硫酸塩水和物 $(C_{17}H_{23}NO_3)_2・H_2SO_4・H_2O$ [医薬品各条]

アトロピン硫酸塩水和物，定量用 $(C_{17}H_{23}NO_3)_2・H_2SO_4・H_2O$ [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$[(C_{17}H_{23}NO_3)_2・H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの]

アトロピン硫酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用 $(C_{17}H_{23}NO_3)_2・H_2SO_4・H_2O$ 定量用アトロピン硫酸塩水和物．ただし，次の試験に適合するもの．本品50 mgをとり，エタノール(95)に溶かして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50 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0.4付近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 を参照．

***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 を参照．

***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 を参照．

14－アニソイルアコニン塩酸塩，定量用 $C_{33}H_{47}NO_{11}・HCl$

白色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノールに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい．融点：約210℃(分解)．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(258 nm)：276～294 (脱水物に換算したもの5 mg，メタノール，200 mL)．

純度試験

(1) 類縁物質 本品1.0 mgをとり，エタノール(99.5) 1 mLを正確に加えて溶かした液5 μLにつき，「ブシ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない．

(2) 類縁物質 本品5.0 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14－アニソイルアコニン以外のピークの合計面積は，標準溶液の14－アニソイルアコニ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「牛車腎気丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245 nm)

面積測定範囲：14－アニソイルアコニンの保持時間の約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，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液20 μLから得た14－アニソイルアコニンのピーク面積が，標準溶液の14－アニソイルアコニンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン，14－アニソイルアコニンの順に溶出し，それぞれの分離度は4以上である．

システムの再現性：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン及び14－アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以下である．

アニソール C_7H_8O 無色の液体である．沸点：約155℃．

比重 〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.995 ～ 1.001

アニリン $C_6H_5NH_2$ [K 8042，特級]

アニリン硫酸塩 $(C_6H_5NH_2)_2 \cdot H_2SO_4$ 白色～灰白色の結晶性の粉末である．

純度試験 溶状 本品1.0 gを水50 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

アビジン・ビオチン試液 リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液15 mLにアビジン試液及びビオチン化ペルオキシダーゼ試液各2滴を加えて混和する．

アプリンジン塩酸塩，定量用 $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ [医薬品各条，「アプリンジン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，アプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$) 99.5%以上を含むもの]

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塩酸試液に溶かし，正確に10 mLとする．用時調製し，氷冷保存する．

(ⅱ) 試料溶液 本品の適量を量り，1 mL中にアプロチニン800 KIE単位を含む液となるように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，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±0.1℃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Dとする．

$$D(\mu\text{mol NaOH/分}) = \frac{v_2 - v_1}{t_2 - t_1} \times \frac{1}{10}$$

本品1 mL中のKIE単位数

$$= \frac{2(D_A - D_0) - (D_B - D_0)}{L} \times n \times 32.5$$

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

D_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

D_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

D_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 $C_{22}H_{22}N_2O_8$ 黄褐色～緑色の粉末である．

融点 〈2.60〉 200 ～ 205℃

β－アポオキシテトラサイクリン $C_{22}H_{22}N_2O_8$ 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．

アマチャジヒドロイソクマリン，薄層クロマトグラフィー用 アマチャ*Hydrangea macrophylla* Seringe var. *thunbergii* Makino (*Saxifragaceae*)の葉及び枝先を，通例，揉捻したものを，アセトン又はメタノールで抽出して得た抽出物を活性炭で処理した画分から得られた主に2成分からなる白色～淡黄褐色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品2 mgをメタノール1 mLに溶かした液5 μLにつき，「アマチャ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値0.3付近に連続する二つのスポットを認める．

アミオダロン塩酸塩，定量用 $C_{25}H_{29}I_2NO_3$・HCl [医薬品各条，「アミオダロン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，アミオダロン塩酸塩($C_{25}H_{29}I_2NO_3$・HCl) 99.5%以上を含むもの]

アミグダリン，成分含量測定用 アミグダリン，定量用 を参照.

アミグダリン，定量用 $C_{20}H_{27}NO_{11}$ アミグダリン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度 〈2.24〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(263 nm) : 5.2 ～ 5.8 (20 mg，メタノール，20 mL)．ただし，別途水分〈2.48〉を測定し(5 mg，電量滴定法)，脱水物換算する．

純度試験 類縁物質 本品5 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 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，試料溶液のアミグダリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアミグダ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「桂枝茯苓丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アミグ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「桂枝茯苓丸エキス」の定量法(3)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から得たアミグダリンのピーク面積が，標準溶液のアミグダリンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

アミグダリン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{20}H_{27}NO_{11}$ 白色の粉末で，においはない．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)にほとんど溶けない．

確認試験 本品のメタノール溶液(1→1000)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250 ～ 254 nm，255 ～ 259 nm，261 ～ 265 nm及び267 ～ 271 nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品5 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につき，「トウニン」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0.3付近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．

6－アミジノ－2－ナフトールメタンスルホン酸塩 $C_{11}H_{10}N_2O$・CH_4O_3S 白色～微黄色の結晶性の粉末である．融点：約233℃(分解)．

純度試験 本品0.5 gをメタノール10 mLに溶かすとき，液は澄明である．

アミドトリゾ酸，定量用 $C_{11}H_9I_3N_2O_4$ [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($C_{11}H_9I_3N_2O_4$) 99.0%以上を含むもの]

アミド硫酸(標準試薬) $HOSO_2NH_2$ JIS K 8005の容量分析用標準物質のほか，容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる．

アミド硫酸アンモニウム $NH_4OSO_2NH_2$ [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 $H_2NC_6H_4COCH_3$ 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℃

***p*－アミノアセトフェノン** 4－アミノアセトフェノン を参照．

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 を参照．

3－アミノ安息香酸 $C_7H_7NO_2$ 白色の結晶である．

融点 〈2.60〉 約174℃

4－アミノ安息香酸 $H_2NC_6H_4COOH$ 本品は白色～ごく微黄色の結晶性の粉末である．

純度試験 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 を参照．

4－アミノ安息香酸イソプロピル $H_2NC_6H_4COOCH(CH_3)_2$ 微褐色の結晶である．

融点 〈2.60〉 83 ～ 86℃

***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 を参照．

アミノ安息香酸エチル $C_9H_{11}NO_2$ [医薬品各条]

4－アミノ安息香酸メチル $H_2NC_6H_4COOCH_3$ 微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点 〈2.60〉 111 ～ 114℃

アミノ安息香酸誘導体化試液 アミノ安息香酸エチル0.28 gにメタノール600 μLを加え，約50℃に加温して溶かし，酢酸170 μL及びボラン－ピリジン錯体145 μLを加える．

4－アミノアンチピリン $C_{11}H_{13}N_3O$ [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．

4－アミノアンチピリン塩酸塩 $C_{11}H_{13}N_3O$・HCl 淡黄色の結晶性の粉末で水に溶ける．融点：232 ～ 238℃(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＝23.97 mg $C_{11}H_{13}N_3O$・HCl

4－アミノアンチピリン塩酸塩試液 4－アミノアンチピリン塩酸塩1 gを水に溶かし，50 mLとする．

2－アミノエタノール $H_2NCH_2CH_2OH$ [K 8109，特級]

2－アミノエタンチオール塩酸塩 $H_2NCH_2CH_2SH$・HCl 白色の結晶又は粒状．

融点 〈2.60〉 65 ～ 71℃

3－(2－アミノエチル)インドール $C_{10}H_{12}N_2$ 黄褐色の結晶.
融点〈2.60〉 約118℃

ε －アミノカプロン酸 イプシロン－アミノカプロン酸 を参照.

6－アミノキノリル－*N*－ヒドロキシスクシンイミジルカルバメート $C_{14}H_{11}N_3O_4$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの.

4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミド $C_6H_8ClN_3O_4S_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末.
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，波長3380 cm^{-1}, 3250 cm^{-1}, 1638 cm^{-1}, 1597 cm^{-1}, 1544 cm^{-1}及び1324 cm^{-1}付近に吸収を認める.
貯法 気密容器.

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 $C_{13}H_{10}ClNO$ 黄色の結晶性の粉末である.
融点〈2.60〉 97 ～ 101℃
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(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.

アミノ酸自動分析用6 mol/L塩酸試液 塩酸試液，アミノ酸自動分析用6 mol/L を参照.

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 を参照.

4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩－水和物 $H_2NC_6H_4N(C_2H_5)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$ 白色～僅かに着色した粉末で，水に溶ける.
融点〈2.60〉 173 ～ 176℃
強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g).

4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩試液 4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩一水和物0.2 gを水に溶かし，100 mLとする．光を避け，用時製する.

L－2－アミノスベリン酸 $C_8H_{15}NO_4$ 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℃，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 $C_{10}H_9NO_4S$ [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をよく混合する．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.

アミノピリン $C_{13}H_{17}N_3O$ 白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.
融点〈2.60〉 107 ～ 109℃

2－アミノフェノール C_6H_7NO 微黄褐色の結晶である．エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい.
融点〈2.60〉 約172℃

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℃
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 $H_2NC_6H_4OH$

4－アミノフェノール C_6H_7NO 白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい.
融点〈2.60〉 約186℃

***m*－アミノフェノール** 3－アミノフェノール を参照.

4－アミノフェノール塩酸塩 $HOC_6H_4NH_2 \cdot HCl$ 白色又は僅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℃(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に溶かし，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_8NOCl

貯法 遮光した気密容器.

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_{20}^{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 μL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_{20}^{20}：0.936 ～ 0.942

2－アミノベンズイミダゾール $C_7H_7N_3$ 白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約231℃(分解).

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 μL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．

1－アミノ－2－メチルナフタレン　$C_{11}H_{11}N$　微黄色～微褐色の固体又は液体である．

2－アミノメチルピペリジン　$C_6H_{14}N$　無色～淡黄色の澄明な液体で，アミン様の特異なにおいがある．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数3280 cm^{-1}，1600 cm^{-1}，1440 cm^{-1}，1120 cm^{-1}及び840 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品0.8 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，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，2－アミノメチルピペリジン以外のピークの合計面積は1.5%以下である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3 mm，長さ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150 ～ 180 μm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2%の割合で被覆したものを充塡する．

カラム温度：初期温度を100℃とし，注入後200℃まで毎分10℃で昇温する．

キャリヤーガス：窒素

流量：2－アミノメチルピペリジンの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：2－アミノメチルピペリジンの保持時間の約2倍の範囲

4－アミノ酪酸　$H_2NCH_2CH_2CH_2COOH$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約200℃(分解)．

***n*－アミルアルコール**　$CH_3(CH_2)_4OH$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．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℃，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，特異なにおいがある．*t*－ブタノール又は2－ブタノンと混和し，水に溶けやすい．

比重〈2.56〉　d_{20}^{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℃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℃，95 vol%以上．

アミルアルコール，イソ　3－メチル－1－ブタノール　を参照．

アミルアルコール，第三　*t*－アミルアルコール　を参照．

アモキシシリン　アモキシシリン水和物　を参照．

アモキシシリン水和物　$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$　[医薬品各条]

アモスラロール塩酸塩，定量用　$C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$　[医薬品各条，「アモスラロール塩酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，アモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$) 99.0%以上を含むもの]

アラキジン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用　$C_{21}H_{42}O_2$　白色～淡黄色の結晶又は結晶性の塊である．

融点〈2.60〉　45 ～ 50℃

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]

***β*－アラニン**　$C_3H_7NO_2$　無色の結晶又は白色の結晶性粉末で，水に溶けやすく，メタノールに極めて溶けにくく，エタノール(99.5)又は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5.0 mgをとり，薄めたメタノール(4→5) 10 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(4→5)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2 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／水／酢酸(100)混液(5：2：2)を展開溶媒として約8 cm展開した後，薄層板を風乾する．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，80℃で5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．

L－アラビノース　$C_5H_{10}O_5$　白色の結晶性の粉末である．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋103.0 ～ ＋105.5°　本品を105℃で2時間乾燥し，その約5 gを精密に量り，水30 mLに溶かし，アンモニア試液0.4 mLを加え，水を加えて正確に50 mLとする．この液を1時間放置し，層長100 mmで測定する．

融点〈2.60〉　155 ～ 160℃

アラントイン，薄層クロマトグラフィー用　$C_4H_6N_4O_3$　本品は白色の結晶性の粉末又は粉末で，水に溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)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3440 cm^{-1}，3340 cm^{-1}，1721 cm^{-1}，1532 cm^{-1}及び1061 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品2 mgを水1 mLに加温して溶かした後，メタノール2 mLを加えた液5 μLにつき，「サンヤク」の確認試験(3)を準用して試験を行うとき，R_f値0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない．

アリザリンS　アリザリンレッドS　を参照．

アリザリンS試液　アリザリンレッドS試液　を参照．

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，必要ならばろ過する．

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 $C_{19}H_{15}NO_8$ (1,2−ジヒドロキシアントラキノン−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→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→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 $C_{14}H_7NaO_7S$ [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℃(分解)．

吸光度 〈2.24〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(318 nm)：384 ～ 424 (1 mg，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(5)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(5)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ー用 $C_{30}H_{50}O_5$ 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，「柴苓湯エキス」の確認試験(6)を準用し，試験を行うとき，R_f値0.3付近の主スポット以外のスポットを認めない．

アリソールB $C_{30}H_{48}O_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，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1704 cm^{-1}，1458 cm^{-1}及び1244 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品1 mgをメタノール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，メタノールを加えて正確に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2 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．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：3)を展開溶媒として，約7 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得たR_f値0.4付近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．

アリソールBモノアセテート $C_{32}H_{50}O_5$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，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3480 cm^{-1}，1743 cm^{-1}，1704 cm^{-1}及び1232 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品1 mgをメタノール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，メタノールを加えて正確に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2 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．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：3)を展開溶媒として，約7 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得たR_f値0.5付近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．

亜硫酸オキシダーゼ 本品の1単位は二酸化硫黄と酸素を基質にして，pH 8.0，25℃で1分間に1 μmolの酸素を消費する酵素量とする．

亜硫酸オキシダーゼ試液 亜硫酸オキシダーゼを硫酸アンモニウム試液に懸濁し，その活性を1 mL当たり2.5単位とする．

貯法 0 ～ 8℃で保存する．

亜硫酸水 SO_2として5%以上を含む無色澄明の液体で，刺激臭がある．密度：約1.03 g/mL．

確認試験 ヨウ素試液1 mLに水20 mLを加えた液に，本品1 mLを加えるとき，液の色は消える．次いでこの液に塩化バリウム試液1 mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

貯法 冷所に保存する．

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 を参照．

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]

亜硫酸ナトリウム七水和物 $Na_2SO_3・7H_2O$ [K 8060，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・リン酸二水素ナトリウム試液 無水亜硫酸ナトリウム1.26 gを水100 mLに溶かした液1.5 mLに，リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56 gを水100 mLに溶かした液98.5 mLを加える．用時製する．

亜硫酸ビスマス・インジケーター 微生物試験用に製造したもの．

アルカリ性1.6%過ヨウ素酸カリウム・0.2%過マンガン酸カリウム試液 1.6%過ヨウ素酸カリウム・0.2%過マンガン酸カリウム試液，アルカリ性 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

アルカリ性銅試液 銅試液，アルカリ性 を参照．

アルカリ性銅試液(2) 銅試液(2)，アルカリ性 を参照．

アルカリ性銅溶液 銅試液，タンパク質含量試験用アルカリ性を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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*〉 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

アルカリ性ホスファターゼ ホスファターゼ，アルカリ性 を参照．

アルカリ性ホスファターゼ試液 ホスファターゼ試液，アルカリ性 を参照．

アルカリ性硫酸銅試液 硫酸銅(Ⅱ)試液，アルカリ性 を参照．

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，僅かに特異なにおいがある．

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℃，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＝8.710 mg $C_6H_{14}N_4O_2$

L－アルギニン塩酸塩 $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ [医薬品各条]

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 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

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*〉を参照．

アルゴン Ar [K 1105，1級]

アルシアンブルー8GX $C_{56}H_{68}Cl_{14}CuN_{16}S_4$ 暗い青紫色の粉末である．

アルシアンブルー染色液 アルシアンブルー8GX 0.5 gを薄めた酢酸(100) (3→100) 100 mLに溶かす．

アルジオキサ，定量用 $C_4H_7AlN_4O_5$ [医薬品各条，「アルジオキサ」ただし，乾燥したものを定量するとき，アラントイン($C_4H_6N_4O_3$) 67.3 ～ 71.0%及びアルミニウム(Al) 11.6 ～ 12.5%を含むもの]

アルセナゾⅢ $C_{22}H_{18}As_2N_4O_{14}S_2$ [K 9524，特級]

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) 20.0 mg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℃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)

$$= \frac{2.91 \times \Delta A \times 200}{6.3 \times M \times 0.10 \times 1000}$$

M：本品の秤取量(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．

アルテミシア・アルギイ，純度試験用 本品は*Artemisia argyi* H. Léveillé et Vaniot (*Compositae*)の葉及び枝先を粉末にしたものである．

確認試験 本品0.5 gにメタノール／水混液(3：2) 5 mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．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オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水混液(4：1)を展開溶媒として約7 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365 nm)を照射するとき，R_f値0.3及び0.4付近にそれぞれ

緑色の蛍光を発するスポットを認める(オイパチリン及びジャセオシジン).

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ーアルギニン200 mg，グルタチオン1 mg，Lーイソロイシン50 mg，Lーフェニルアラニン15 mg，Lートリプトファン5 mg，ビオチン0.2 mg，ニコチンアミド1 mg，チアミン塩酸塩1 mg，Lーグルタミン300 mg，Lーアスパラギン56.8 mg，グリシン10 mg，Lーロイシン50 mg，Lープロリン20 mg，Lーチロシン20 mg，Dー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ーアスパラギン酸20 mg，Lーヒスチジン15 mg，Lーリシン塩酸塩40 mg，Lーセリン30 mg，Lーバリン20 mg，葉酸1 mg，ピリドキシン塩酸塩1 mg，Lーグルタミン酸20 mg，Lーヒドロキシプロリン20 mg，Lーメチオニン15 mg，Lートレオニン20 mg，コリン塩化物3 mg，*i*ーイノシトール35 mg，リボフラビン0.2 mg，Lーシスチン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 $C_{23}H_{28}O_{11}$ 白色の粉末で，においはない．水，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい.

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230 ～ 234 nmに吸収の極大を示す.

純度試験

(1) 類縁物質1 本品1 mgをメタノール1 mLに溶かした液10 μL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0.2付近の主スポット以外のスポットを認めない.

(2) 類縁物質2 本品1 mgを量り，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 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面積の1／10より大きくない.

アルブチン，成分含量測定用 アルブチン，定量用 を参照.

アルブチン，定量用 $C_{12}H_{16}O_7$ アルブチン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの.

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(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.

試験条件

面積測定範囲以外の試験条件は，「ウワウルシ」の定量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アルブ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) 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.

アルブチン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{12}H_{16}O_7$ 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℃

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0.4付近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]

アルミノプロフェン，定量用 $C_{13}H_{17}NO_2$ [医薬品各条，「アルミノプロフェン」ただし，乾燥したものを定量するとき，アルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$) 99.5%以上を含むもの]

アルミノン $C_{22}H_{23}N_3O_9$ [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時間放置した後に用いる.

アレコリン臭化水素酸塩，薄層クロマトグラフィー用 $C_8H_{13}NO_2$・HBr 白色の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℃

純度試験 類縁物質 本品5 mgをとり，メタノール1 mLを正確に加えて溶かした液10 μLにつき，「ビンロウジ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値0.6付近の主スポット以外のスポットを認めない.

アレンドロン酸ナトリウム水和物 $C_4H_{12}NNaO_7P_2$・$3H_2O$ [医薬品各条]

アロプリノール $C_5H_4N_4O$ [医薬品各条]

アロプリノール，定量用 $C_5H_4N_4O$ [医薬品各条，「アロプリノール」ただし，乾燥したものを定量するとき，アロプリノール($C_5H_4N_4O$) 99.0%以上を含むもの]

安息香酸 C_6H_5COOH [K 8073，特級]

安息香酸イソアミル $C_{12}H_{16}O_2$

比重〈2.56〉 d^{15}_4：0.993

沸点〈2.57〉 260 ～ 262℃

安息香酸イソプロピル $C_6H_5COOCH(CH_3)_2$ 無色澄明の液で，特異なにおいがある.

屈折率〈2.45〉 n^{20}_D：1.490 ～ 1.498

比重〈2.56〉 d^{20}_{20}：1.008 ～ 1.016

安息香酸エチル $C_6H_5COOC_2H_5$ 無色澄明の液体である.

屈折率〈2.45〉 n^{20}_D：1.502 ～ 1.507

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.045 ～ 1.053

安息香酸コレステロール $C_{34}H_{50}O_2$ 白色の結晶性の粉末である．融点：145 ～ 152℃．

安息香酸ナトリウム $C_7H_5NaO_2$ [医薬品各条]

安息香酸フェニル $C_6H_5COOC_6H_5$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，僅かに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉 68 ～ 70℃

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．

安息香酸ブチル $C_6H_5COOCH_2CH_2CH_2CH_3$ 無色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.495 ～ 1.500

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.006 ～ 1.015

安息香酸プロピル $C_6H_5COOC_3H_7$ 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_{20}^{20}：1.022 ～ 1.027

安息香酸ベンジル $C_6H_5COOCH_2C_6H_5$ 無色の油状の液体である．凝固点：約18℃，沸点：約323℃．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.118 ～ 1.123

貯法 遮光した気密容器．

安息香酸メチル $C_6H_5COOCH_3$ 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_{20}^{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 μLにつき，「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法の試験条件に従い，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 $C_6H_5COOCH_3$ 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_{20}^{20}：1.087 ～ 1.095

酸価〈1.13〉 0.5以下．

アンチトロンビンⅢ 白色の粉末である．

水分〈2.48〉 5%以下．

含量 表示量の80 ～ 130%

アンチトロンビンⅢ試液 アンチトロンビン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 $C_{14}H_{10}O$ 淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 154 ～ 160℃

貯法 遮光した気密容器．

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．

アンピロキシカム，定量用 $C_{20}H_{21}N_3O_7S$ [医薬品各条，「アンピロキシカム」]

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 $Cl_3H_7N_2Pt$ 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，橙色の残留物を室温で減圧乾燥する．この橙色の残留物にメタノール300 mLを加え，約50℃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℃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℃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，橙色の結晶を得る．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．橙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℃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℃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．

純度試験 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 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 μL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 μL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．

アンモニアガス NH_3 アンモニア水(28)を加熱して製する．

アンモニア水 アンモニア試液 を参照．

アンモニア水(28) NH_3 [K 8085，アンモニア水，特級，密度約0.90，含量28 ～ 30%]

アンモニア水，強 アンモニア水(28) を参照．

アンモニア水，1 mol/L アンモニア試液，1 mol/L を参照．

アンモニア水，13.5 mol/L アンモニア試液，13.5 mol/L を参照．

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・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・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 を参照．

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 を参照．

アンモニウム試験用水 水1500 mLに対して硫酸4.5 mLを注意しながら加えた後，硬質ガラス製蒸留器を用いて蒸留し，初留を十分に除いた後の留液(アンモニウム不含の水)を用いる．

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)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4.0 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．

アンモニウム試験用精製水 アンモニウム試験用水 を参照．

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℃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．次に皿の蓋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．

硫黄 S [K 8088，特級]

イオウ 硫黄 を参照．

イオタラム酸，定量用 $C_{11}H_9I_3N_2O_4$ [医薬品各条，「イオタラム酸」]

イオパミドール，定量用 $C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$ [医薬品各条，「イオパミドール」]

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℃(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，「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0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．

イーグル最少必須培地 塩化ナトリウム6.80 g，塩化カリウム400 mg，無水リン酸二水素ナトリウム115 mg，硫酸マグネシウム93.5 mg (無水物として)，塩化カルシウム200 mg (無水物として)，ブドウ糖1.00 g，L－アルギニン塩酸塩126 mg，L－リシン塩酸塩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，ピリドキサール塩酸塩1.0 mg，リボフラビン0.1 mg，チアミン塩化物塩酸塩1.0 mg，ビオチン20 μg，フェノールレッド6.0 mgを水1000 mLに溶かし，121℃で15分間高圧蒸気滅菌し，室温まで冷却した後，別に滅菌した10%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．

イーグル最小必須培地，ウシ血清加 イーグル最小必須培地に適当な量のウシ血清を加える．

イサチン 2,3－インドリンジオン を参照．

イスコフ改変ダルベッコ粉末培地 1 L当たり無水塩化カルシウム0.165 g，無水硫酸マグネシウム97.67 mg，塩化カリウム0.330 g，硝酸カリウム76 μg，塩化ナトリウム4.5 g，リン酸二水素ナトリウム一水和物0.125 g，亜セレン酸ナトリウム五水和物17.3 μg，グリシン30 mg，L－アラニン25 mg，L－アルギニン塩酸塩84 mg，L－アスパラギン25 mg，L－アスパラギン酸30 mg，L－シスチン二塩酸塩91.4 mg，L－グルタミン酸75 mg，L－グルタミン0.584 g，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物42 mg，L－イソロイシン0.105 g，L－ロイシン0.105 g，L－リシン塩酸塩0.146 g，L－メチオニン30 mg，L－フェニルアラニン66 mg，L－プロリン40 mg，L－セリン42 mg，L－トレオニン95 mg，L－トリプトファン16 mg，L－チロシン二ナトリウム塩0.104 g，L－バリン94 mg，ビオチン13 μg，塩化コリン4 mg，D－パントテン酸カルシウム4 mg，葉酸4 mg，ニコチン酸アミド4 mg，ピリドキサール塩酸塩4 mg，リボフラビン0.4 mg，チアミン塩酸塩4 mg，シアノコバラミン13 μg，ミオイノシトール7.2 mg，ブドウ糖4.5 g，*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5.958 g，フェノールレッド15 mg，ピルビン酸ナトリウム0.110 gを含有する細胞培養用培地．

イスコフ改変ダルベッコ液体培地，フィルグラスチム用 1 L当たり無水塩化カルシウム0.165 g，無水硫酸マグネシウム97.67 mg，塩化カリウム0.330 g，硝酸カリウム76 μg，塩化ナトリウム4.5 g，リン酸二水素ナトリウム一水和物0.125 g，亜セレン酸ナトリウム五水和物17.3 μg，グリシン30 mg，L－アラニン25 mg，L－アルギニン塩酸塩84 mg，L－アスパラギン25 mg，L－アスパラギン酸30 mg，L－シスチン二塩酸塩91.4 mg，L－グルタミン酸75 mg，L－グルタミン0.584 g，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物42 mg，L－イソロイシン0.105 g，L－ロイシン0.105 g，L－リシン塩酸塩0.146 g，L－メチオニン30 mg，L－フェニルアラニン66

mg，L－プロリン40 mg，L－セリン42 mg，L－トレオニン95 mg，L－トリプトファン16 mg，L－チロシン二ナトリウム塩0.104 g，L－バリン94 mg，ビオチン13 μg，塩化コリン4 mg，D－パントテン酸カルシウム4 mg，葉酸4 mg，ニコチン酸アミド4 mg，ピリドキサール塩酸塩4 mg，リボフラビン0.4 mg，チアミン塩酸塩4 mg，シアノコバラミン13 μg，ミオイノシトール7.2 mg，ブドウ糖4.5 g，*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5.958 g，フェノールレッド15 mg，ピルビン酸ナトリウム0.110 g，炭酸水素ナトリウム3.024 gを含有する細胞培養用培地.

イソアミルアルコール 3－メチル－1－ブタノール を参照.

イソオクタン オクタン，イソ を参照.

イソクスプリン塩酸塩，定量用 $C_{18}H_{23}NO_3$・HCl [医薬品各条]

(*S*)－イソシアン酸1－フェニルエチルエステル $C_6H_5CH(CH_3)NCO$ 無色～淡黄色の澄明な液で，特異なにおいがある.

旋光度 〈2.49〉 α_D^{20}：－8.5 ～ －11.5° (100 mm).

比重 〈2.56〉 d_4^{20}：1.040 ～ 1.050

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 $C_6H_6NO_2$ 白色の結晶又は粉末である．融点：約315℃(分解).

イソニコチン酸アミド $C_6H_6N_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 〈2.60〉 155 ～ 158℃

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.

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＝11.21 mg $C_6H_6N_2O$

(*E*)－イソフェルラ酸 $C_{10}H_{10}O_4$ 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℃(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 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品1 mgをメタノール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2 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．次に酢酸エチル／アセトン／水混液(20：12：3)を展開溶媒として約7 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365 nm)を照射するとき，R_f値0.6付近の主スポット以外のスポットを認めない.

(*E*)－イソフェルラ酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液，薄層クロマトグラフィー用 (*E*)－イソフェルラ酸1 mg及び(*E*)－フェルラ酸1 mgをメタノール2 mLに溶かす.

イソブタノール 2－メチル－1－プロパノール を参照.

イソプロパノール 2－プロパノール を参照.

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 を参照.

イソプロピルアミン プロピルアミン，イソ を参照.

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 を参照.

4－イソプロピルフェノール $C_9H_{12}O$ 白色～帯赤黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 〈2.60〉 59 ～ 63℃

イソプロメタジン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{20}N_2S$・HCl 白色の結晶性の粉末で，においはなく，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〉 186 ～ 195℃

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.

イソマルト $C_{12}H_{24}O_{11}$ 白色の粉末又は粒で，水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

L－イソロイシン $C_6H_{13}NO_2$ [医薬品各条]

L－イソロイシン，定量用 $C_6H_{13}NO_2$ [医薬品各条，「L－イソロイシン」ただし，乾燥したものを定量するとき，L－イソロイシン($C_6H_{13}NO_2$) 99.0%以上を含むもの]

一次抗体試液 エポエチンアルファ用ブロッキング試液1.5 mLとアジ化ナトリウム・リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液13.5 mLを混和し，100 μgタンパク質を含む容量のマウス抗エポエチンアルファモノクローナル抗体，アプロチニン1×10^5単位を水5 mLに溶かした液50 μL及びフェニルメチルスルフォニルフルオリド1.74 mgをメタノール100 mLに溶かした液100 μLを加えて混和する.

一臭化ヨウ素 臭化ヨウ素(II) を参照.

一硝酸イソソルビド，定量用 $C_6H_9NO_6$ 白色の結晶で，においはない.

精製法 「70%一硝酸イソソルビド乳糖末」に3倍量以上の酢酸エチルを加えて激しく振り混ぜた後，孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を水浴上で減圧留去する．残留物にヘキサン／酢酸エチル混液(3：2)を加えて再結晶した後，シリカゲルを乾燥剤として4時間減圧乾燥する.

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3210 ～ 3230 cm^{-1}，1651 cm^{-1}，1635 cm^{-1}，1282 cm^{-1}，1093 cm^{-1}及び852 cm^{-1}付近に吸収を認める.

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋171 ～ ＋176° (乾燥後，1 g，エタノール(95)，100 mL，100 mm).

融点〈2.60〉 89 ～ 92℃

純度試験 類縁物質 本品50 mgを水5 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とする．この液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に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，試料溶液の一硝酸イソソルビド以外のピークの面積は，標準溶液の一硝酸イソソルビドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の一硝酸イソソルビド以外のピークの合計面積は，標準溶液の一硝酸イソソルビドのピーク面積の2倍より大きくない．ただし，一硝酸イソソルビドに対する相対保持時間約4.5のピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.62を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「70%一硝酸イソソルビド乳糖末」の定量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一硝酸イソソルビドの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，一硝酸イソソルビドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．

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，一硝酸イソソルビドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1 g，減圧，シリカゲル，4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，ケルダールフラスコに入れ，水10 mLに溶かし，デバルダ合金3 g及び水40 mLを加え，窒素定量法〈1.08〉の蒸留装置に連結する．受器には0.05 mol/L硫酸25 mLを正確に量り，ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液5滴を加え，冷却器の下端を浸す．漏斗から水酸化ナトリウム溶液(1→2) 15 mLを加え，注意して水20 mLで洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ，徐々に水蒸気を通じて留液約100 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，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡赤紫色を経て淡青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L硫酸1 mL＝19.11 mg $C_6H_9NO_6$

一酸化炭素 CO 有毒な無色の気体である．ギ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) を参照．

イフェンプロジル酒石酸塩，定量用 $(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$ [医薬品各条，「イフェンプロジル酒石酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，イフェンプロジル酒石酸塩[$(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$] 99.5%以上を含み，次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品20 mgを移動相A 200 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A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，試料溶液のイフェンプロジル以外のピークの合計面積は，標準溶液のイフェンプロジルのピーク面積の1／2より大きくない．ただし，イフェンプロジルに対する相対保持時間約0.55のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数7.1を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度及び流量は，「イフェンプロジル酒石酸塩細粒」の定量法の試験条件を準用する．

移動相A：リン酸二水素カリウム6.8 gを水900 mLに溶かし，水酸化カリウム試液を加えてpH 6.5に調整した後，水を加えて1000 mLとする．この液420 mLに液体クロマトグラフィー用メタノール320 mL及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル260 mLを加える．

移動相B：液体クロマトグラフィー用メタノール

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%)
0.0 ～ 15.0	100	0
15.0 ～ 15.1	100 → 0	0 → 100
15.1 ～ 35.0	0	100

面積測定範囲：試料溶液注入後35分間

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に10 mLとする．この液20 μLから得たイフェンプロジルのピーク面積が，標準溶液のイフェンプロジルのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，イフェンプロジ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3500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イフェンプロジルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

イプシロン－アミノカプロン酸 $C_6H_{13}NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又は僅かに特異なにおいがある．水又は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノールにほとんど溶けない．融点：約200℃(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1564 cm^{-1}，

1541 cm^{-1}，1391 cm^{-1}及び1269 cm^{-1}付近に吸収を認める．

イブプロフェン $C_{13}H_{18}O_2$ [医薬品各条]

イブプロフェンピコノール $C_{19}H_{23}NO_2$ [医薬品各条]

イブプロフェンピコノール，定量用 $C_{19}H_{23}NO_2$ [医薬品各条，「イブプロフェンピコノール」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，イブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$) 99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品0.15 gを移動相に溶かし100 mLとする．この液10 mLを量り，移動相を加えて30 mLとし，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，試料溶液のイブプロフェンピコノール以外のピークの合計面積は，標準溶液のイブプロフェンピコノ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「イブプロフェンピコノール軟膏」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イブプロフェンピコノールの保持時間の約2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，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液5 μLから得たイブプロフェンピコノールのピーク面積が，標準溶液のイブプロフェンピコノールのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，イブプロフェンピコ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5000段以上，1.3以下である．

システムの再現性：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イブプロフェンピコノールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

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．

吸光度〈2.24〉 $E_{1\,cm}^{1\%}$(313 nm)：0.031以下(8 g，水，100 mL)．

融点〈2.60〉 89～92℃

イミダゾール，水分測定用 薄層クロマトグラフィー用イミダゾール．ただし，本品1 g中の水分は1 mg以下とする．

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℃

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．

イミダゾール臭化水素酸塩 $C_3H_4N_2$・HBr 白色～微黄色の結晶である．融点：約221℃．

イミダプリル塩酸塩 $C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl [医薬品各条]

イミダプリル塩酸塩，定量用 $C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl [医薬品各条，「イミダプリル塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，イミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl) 99.0%以上を含むもの]

2,2′－イミノジエタノール塩酸塩 $C_4H_{11}NO_2$・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_{20}^{20}：1.259～1.263

水分〈2.48〉 本品1 g中，水分は1 mg以下とする．

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，僅かに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉 104～110℃

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%

イミプラミン塩酸塩 $C_{19}H_{24}N_2$・HCl [医薬品各条]

イリノテカン塩酸塩水和物，定量用 $C_{33}H_{38}N_4O_6$・HCl・$3H_2O$ [医薬品各条，「イリノテカン塩酸塩水和物」]

イルソグラジンマレイン酸塩 $C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$ [医薬品各条]

イルソグラジンマレイン酸塩，定量用 $C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$ [医薬品各条，「イルソグラジンマレイン酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$) 99.5%以上を含むもの]

イルベサルタン，定量用 $C_{25}H_{28}N_6O$ [医薬品各条，「イルベサルタン」]

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日以内に用いる．

インスリングラルギン用V8プロテアーゼ V8プロテアーゼ，インスリングラルギン用 を参照．

インターフェロンアルファ確認用基質試液 基質試液，インターフェロンアルファ確認用 を参照．

インターフェロンアルファ用クーマシーブリリアントブルー試液 クーマシーブリリアントブルー試液，インターフェロンアルファ用 を参照．

インターフェロンアルファ(NAMALWA)用DNA標準原液 DNA標準原液，インターフェロンアルファ(NAMALWA)用 を参照．

インターフェロンアルファ用分子量マーカー 分子量マーカー，インターフェロンアルファ用 を参照．

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NKC3 C3H／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NKC3とする．

インドメタシン $C_{19}H_{16}ClNO_4$ [医薬品各条]

2,3－インドリンジオン $C_8H_5NO_2$ [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．

ウサギ抗ナルトグラスチム抗体 「ナルトグラスチム(遺伝子組換え)」でウサギを免疫して得た抗血清より調製した抗体をpH 8.0のトリス・酢酸緩衝液に溶かし，1 mL中にウサギ抗ナルトグラスチム抗体1 mgを含むように調製する．－80℃で保存する．

性能試験 オクタロニー法により試験を行うとき，「ナルトグラスチム(遺伝子組換え)」との間に沈降線を生じる．

タンパク質濃度 紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により，波長280 nmにおける吸光度を測定し，比吸光度$E_{1\,cm}^{1\%}$15を用いてタンパク質濃度を算出する．

ウサギ抗ナルトグラスチム抗体試液 ウサギ抗ナルトグラスチム抗体に1 mL中にウサギ抗ナルトグラスチム抗体0.2 μgを含む液となるようにナルトグラスチム試験用ウシ血清アルブミン試液を加える．用時製する．

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分間緩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℃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タンパク質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，ゲルろ過分子量マーカー用 ウシ血清より得られたもの．ゲルろ過クロマトグラフィー用．

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℃，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．

タンパク質含量 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タンパク質

貯法 4℃以下で保存する．

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．

ウシ血清アルブミン試液，ナルトグラスチム試験用 ウシ血清アルブミン0.5 g及びポリソルベート20 0.5 mLをリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし，500 mLとする．

ウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液，0.1 w/v% ウシ血清アルブミン1.0 gを水10 mLに溶かし，塩化ナトリウム8.0 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とした液に加える．

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)を加えてpH 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0.1 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．

0.1%ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液 ウシ血清アルブミン0.1 gを酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→100)に溶かし，正確に100 mLとする．この液に1 mol/L塩酸試液を加えてpH 4.0に調整する．

ウシ血清加イーグル最小必須培地 イーグル最小必須培地，ウシ血清加 を参照．

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℃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タンパク質で，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．タンパク質1 mg当たり500単位以上を含む．ただし，25℃で1分間に1 μmolの*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 を参照．

ウベニメクス，定量用 $C_{16}H_{24}N_2O_4$ [医薬品各条，「ウベニメクス」ただし，乾燥したものを定量するとき，ウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$) 99.0%以上を含むもの]

ウラシル $C_4H_4N_2O_2$ 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℃

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

ウルソデオキシコール酸 $C_{24}H_{40}O_4$ [医薬品各条]

ウルソデオキシコール酸，定量用 $C_{24}H_{40}O_4$ [医薬品各条，「ウルソデオキシコール酸」ただし，乾燥したものを定量す

るとき，ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$) 99.0%以上を含む．また，次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品0.15 gを液体クロマトグラフィー用メタノール5 mLに溶かし，試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に50 mLとする．この液2.5 mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用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，試料溶液のウルソデオキシコール酸に対する相対保持時間約2.5のピーク面積は，標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積より大きくなく，試料溶液の相対保持時間約5.5のピーク面積は，標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のウルソデオキシコール酸及び上記以外のピークの合計面積は，標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の1／5より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径3 mm，長さ7.5 cmのステンレス管に5 μmの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を充塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用メタノール／薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(96：69：35)

流量：ウルソデオキシコール酸の保持時間が約2.3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ウルソデオキシコール酸の保持時間の約7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，液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に20 mLとする．この液5 μLから得たウルソデオキシコール酸のピーク面積が，標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の8 ～ 12%になることを確認する．

システムの性能：薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸及び薄層クロマトグラフィー用リトコール酸それぞれ30 mgをとり，試料溶液1 mLを加え，液体クロマトグラフィー用メタノールに溶かし，50 mLとする．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ウルソデオキシコール酸，ケノデオキシコール酸，リトコール酸の順に溶出し，それぞれの分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ウルソデオキシコール酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

ウレタン カルバミン酸エチル を参照．

ウンベリフェロン，薄層クロマトグラフィー用 $C_9H_6O_3$ 白色～淡褐色の粉末である．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232℃．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→300000)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214 ～ 218 nm及び322 ～ 326 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測定するとき，波数3160 cm^{-1}，1681 cm^{-1}，1604 cm^{-1}，1323 cm^{-1}，990 cm^{-1}及び903 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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5 μLにつき，「ガイヨウ」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0.5付近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．

エイコセン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 $C_{21}H_{40}O_2$ 無色澄明の液である．

エオシン エオシンY を参照．

エオシンY $C_{20}H_6Br_4Na_2O_5$ 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．

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及び温湯を加えて1000 mLとし，よく混和した後，分注する．121℃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℃で30分間，1日1回，3日間，間欠滅菌する．

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．

エカベトナトリウム水和物，定量用 $C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$ [医薬品各条，「エカベトナトリウム水和物」ただし，換算した脱水物に対し，エカベトナトリウム($C_{20}H_{27}NaO_5S$) 99.5%以上を含むもの]

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

液体クロマトグラフィー用エタノール(99.5) エタノール(99.5)，液体クロマトグラフィー用 を参照．

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 を参照．

液体クロマトグラフィー用3′－クロロ－3′－デオキシチミジン 3′－クロロ－3′－デオキシチミジン，液体クロマトグラフィー用 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

液体クロマトグラフィー用チミン チミン，液体クロマトグラフィー用 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

液体クロマトグラフィー用ヘプタン ヘプタン，液体クロマトグラフィー用 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動用緩衝液 緩衝液，SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動用 を参照．

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 を参照．

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) を参照．

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(99.5)，液体クロマトグラフィー用 C_2H_5OH 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，254 nm及び260 nmにおける吸光度は，それぞれ0.70，0.40，0.20，0.10，0.02及び0.01以下である．

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，薄めた エタノール(99.5)を用いて製する．

エタノール，希 エタノール(95) 1容量に水1容量を加える．

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) を参照．

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 を参照．

エタノール(95)，メタノール不含 メタノール試験法〈1.12〉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 を参照．

エダラボン，定量用 $C_{10}H_{10}N_2O$ [医薬品各条，「エダラボン」ただし，乾燥したものを定量するとき，エダラボン($C_{10}H_{10}N_2O$) 99.5%以上を含むもの]

エチゾラム，定量用 $C_{17}H_{15}ClN_4S$ [医薬品各条，「エチゾラム」ただし，乾燥したものを定量するとき，エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$) 99.0%以上を含むもの]

エチドロン酸二ナトリウム，定量用 $C_2H_6Na_2O_7P_2$ [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($C_2H_6Na_2O_7P_2$) 99.0%以上を含むもの]

エチニルエストラジオール $C_{20}H_{24}O_2$ [医薬品各条]

エチルアミン塩酸塩 $C_2H_5NH_2 \cdot HCl$ 白色～淡黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で，潮解性がある．

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℃(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℃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 μLにつき，「プリミドン」の純度試験(3)の試験条件に従い，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 μL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，エタノール(99.5)又はアセトンに溶けやすく，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℃

***N*−エチルマレイミド** $C_6H_7NO_2$ 白色の結晶で，刺激性の特異な臭いがある．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℃

純度試験 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 $C_6H_7NO_2$

***N*－エチルモルホリン** $C_6H_{13}NO$ 無色～黄褐色の液体である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.439 ～ 1.443

比重〈2.56〉 d_4^{20}：0.908 ～ 0.916

エチレフリン塩酸塩 $C_{10}H_{15}NO_2$・HCl [医薬品各条]

エチレフリン塩酸塩，定量用 $C_{10}H_{15}NO_2$・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($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl) 99.0%以上を含むもの]

エチレンオキシド 無色の可燃性の気体である．耐圧金属製密封容器に入れたものを用いる．

沸点〈2.57〉 9 ～ 12℃

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℃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二水和物 $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$・$2H_2O$ [K 8107，特級]

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を加えて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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物 $C_{10}H_{12}N_2Na_2O_8Zn$・$4H_2O$ 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
＝4.716 mg $C_{10}H_{12}N_2Na_2O_8Zn$・$4H_2O$

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 を参照．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物 $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8$・$4H_2O$ 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－フェナントロリン一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 $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8$・$4H_2O$

エーテル ジエチルエーテル を参照．

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 を参照．

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 を参照．

エテンザミド $C_9H_{11}NO_2$ [医薬品各条]

4′－エトキシアセトフェノン $C_2H_5OC_6H_4COCH_3$ 白色の結晶である．

融点〈2.60〉 37 ～ 39℃

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℃

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℃

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填する．

カラム温度：150℃付近の一定温度

キャリヤーガス：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 を参照．

エナラプリルマレイン酸塩 $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ [医薬品各条]

エナント酸メテノロン メテノロンエナント酸エステル を参照．

エナント酸メテノロン，定量用 メテノロンエナント酸エステル，定量用 を参照．

NADHペルオキシダーゼ 本品の1単位はβ－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド還元型(β－NADH)と過酸化水素を基質にして，pH 8.0，25℃で1分間に1 μmolのβ－NADHを消費する酵素量とする．

NADHペルオキシダーゼ試液 NADHペルオキシダーゼを硫酸アンモニウム試液に懸濁し，その活性を1 mL当たり10単位とする．

貯法 0 ～ 8℃で保存する．

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．

NFS－60細胞 レトロウィルス(Cas－Br－M)を感染させた白血病マウスより製する．J．N．Ihle等が確立した株(*Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, 1985，82，6687)を適切な培地で馴化させたものを小分けして－150℃以下に凍結保存する．

NK－7細胞 マウスNK細胞由来の細胞．

エバスチン，定量用 $C_{32}H_{39}NO_2$ [医薬品各条，「エバスチン」ただし，乾燥したものを定量するとき，エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$) 99.5%以上を含むもの]

4－エピオキシテトラサイクリン $C_{22}H_{24}N_2O_9$ 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 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，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．

6－エピドキシサイクリン塩酸塩 $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ 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 μL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．

エフェドリン塩酸塩 $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ [医薬品各条]

エフェドリン塩酸塩，定量用 エフェドリン塩酸塩 を参照．

エフェドリン塩酸塩，生薬定量用 $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ 定量用エフェドリン塩酸塩又は次の試験に適合するもの．

白色の結晶又は結晶性粉末で，水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと「エフェドリン塩酸塩」の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－33.0 ～ －36.0° (乾燥後，0.1 g，水，2 mL，100 mm)．

融点〈2.60〉 218 ～ 222℃

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，試料溶液のエフェドリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のエフェド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「マオウ」の定量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エフェド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「マオウ」の定量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10 μLから得たエフェドリンのピーク面積が，標準溶液のエフェドリンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(0.1 g，105℃，3時間)．

FL細胞 正常ヒト羊膜由来の樹立細胞株で，ウシ血清加イーグル最小必須培地で継代する．

FBS・IMDM イスコフ改変ダルベッコ粉末培地1 L分，カナマイシン硫酸塩(600 μg(力価)以上/mg) 0.1 g，炭酸水素ナトリウム3.0 g及び2－メルカプトエタノール溶液(1→10) 36 μLを水に溶かし1000 mLとした後，ろ過滅菌する．この液に，56℃で30分間加温したウシ胎児血清を10 vol%になるように加える．

エポエチンアルファ液体クロマトグラフィー用トリプシン トリプシン，エポエチンアルファ液体クロマトグラフィー用 を参照．

エポエチンアルファ用*N*－アセチルノイラミン酸 *N*－アセチルノイラミン酸，エポエチンアルファ用 を参照．

エポエチンアルファ用基質試液 基質試液，エポエチンアルファ用 を参照．

エポエチンアルファ用試料緩衝液 試料緩衝液，エポエチンアルファ用 を参照．

エポエチンアルファ用トリプシン試液 トリプシン試液，エポエチンアルファ用 を参照．

エポエチンアルファ用ブロッキング試液 ブロッキング試液，エポエチンアルファ用 を参照．

エポエチンアルファ用分子量マーカー 分子量マーカー，エポエチンアルファ用 を参照．

エポエチンアルファ用ポリアクリルアミドゲル ポリアクリルアミドゲル，エポエチンアルファ用 を参照.

エポエチンアルファ用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液，エポエチンアルファ用 を参照.

エポエチンベータ用トリエチルアミン トリエチルアミン，エポエチンベータ用 を参照.

エポエチンベータ用トリフルオロ酢酸 トリフルオロ酢酸，エポエチンベータ用 を参照.

エポエチンベータ用ポリソルベート20 ポリソルベート20，エポエチンベータ用 を参照.

エポエチンベータ用2−メルカプトエタノール 2−メルカプトエタノール，エポエチンベータ用 を参照.

エボジアミン，定量用 $C_{19}H_{17}N_3O$ 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)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．なお，本品は定量法で求めた含量で補正して用いる.

確認試験 定量法を準用するとき，δ 2.82 ppm付近に二重の二重線様の1水素分のシグナル，δ 2.91 ppm付近に単一線及びδ 2.90 ppm付近からδ 2.98 ppm付近の多重線シグナルを含む4水素分のシグナル，δ 3.23 ppm付近に二重の三重線様の1水素分のシグナル，δ 4.66 ppm 付近に二重の二重線様の1水素分のシグナル，δ 6.16 ppm 付近に単一線の1水素分のシグナル，δ 7.00 ppm付近に三重線様の1水素分のシグナル，δ 7.05 ppm付近に三重線様の1水素分のシグナル，δ 7.08 ppm 付近に二重線様の1水素分のシグナル，δ 7.14 ppm付近に三重線様の1水素分のシグナル，δ 7.39 ppm付近に二重線様の1水素分のシグナル，δ 7.51 ppm付近に二重線様の1水素分のシグナル，δ 7.52 ppm付近に多重線の1水素分のシグナル，δ 7.83 ppm付近に二重の二重線様の1水素分のシグナルを示す.

ピークの単一性 本品1 mgをメタノール20 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，エボジアミンのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない.

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「呉茱萸湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する.

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：282 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能：試料溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，エボジアミ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5000段以上，1.5以下である.

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用DSS−d_6 1 mgをそれぞれ精密に量り，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1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用DSS−d_6をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈*2.21*〉及び〈*5.01*〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 6.16 ppm付近のシグナルの面積強度A (水素数1に相当)を算出する.

エボジアミン($C_{19}H_{17}N_3O$)の量(%)

$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.3521$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS−d_6の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS−d_6のシグナルの面積強度を9.000としたときのシグナルの面積強度A

N：Aに由来するシグナルの水素数

P：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS−d_6の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：−5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.16 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である.

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.16 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する.

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%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℃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−2*H*−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 μm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.

エメダスチンフマル酸塩，定量用 $C_{17}H_{26}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$ [医薬品各条，「エメダスチンフマル酸塩」ただし，乾燥したものは定量するとき，エメダスチンフマル酸塩($C_{17}H_{26}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$) 99.5%以上を含むもの]

エメチン塩酸塩，定量用 $C_{29}H_{40}N_2O_4 \cdot 2HCl$ 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.

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(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，酸化リン(V)，50℃)で5時間乾燥したもの.

融点〈2.60〉 約250℃ [分解，ただし，デシケーター(減圧，酸化リン(V)，50℃)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，標準溶液のエメ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，カラム温度，移動相及び流量は「トコン」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：エメチンの保持時間の約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「トコン」の定量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10 μLから得たエメチンのピーク面積が，標準溶液のエメチンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

エモルファゾン，定量用 $C_{11}H_{17}N_3O_3$ [医薬品各条，「エモルファゾン」ただし，乾燥したものを定量するとき，エモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$) 99.0%以上を含むもの]

エリオクロムブラックT $C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$ [K 8736，特級]

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及び塩化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 μL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 μL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 を参照．

エレウテロシドB，液体クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{24}O_9$ 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℃．

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263 ～ 267 nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品1.0 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，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，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たエレウテロシドBのピーク面積が，標準溶液のエレウテロシド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5.452 gを水に溶かし，1000 mLとする．

塩化アセチル CH_3COCl 無色澄明の液である．

塩化アルミニウム 塩化アルミニウム(Ⅲ)六水和物 を参照．

塩化アルミニウム試液 塩化アルミニウム(Ⅲ)試液 を参照．

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(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→100)を加えてpH 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，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)ふるいを通過したものを集め，120℃で10時間又は500℃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，定量用 KCl [医薬品各条，「塩化カリウム」]

塩化カリウム，導電率測定用 KCl [K 8121，塩化カリウム，電気伝導率測定用]

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．

塩化カルシウム 塩化カルシウム二水和物 を参照．

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)]

塩化カルシウム水和物，定量用 $CaCl_2・2H_2O$ [医薬品各条，「塩化カルシウム水和物」ただし，定量するとき，塩化カルシウム水和物($CaCl_2・2H_2O$) 99.0%以上を含むもの]

塩化カルシウム二水和物 $CaCl_2・2H_2O$ [K 8122，特級]

塩化カルシウム二水和物，定量用 塩化カルシウム水和物，定量用 を参照．

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).

塩化金酸 テトラクロロ金(Ⅲ)酸四水和物 を参照．

塩化金酸試液 テトラクロロ金(Ⅲ)酸試液 を参照．

塩化コバルト 塩化コバルト(Ⅱ)六水和物 を参照．

塩化コバルト試液 塩化コバルト(Ⅱ)試液 を参照．

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 を参照．

塩化コバルト(Ⅱ)六水和物 $CoCl_2・6H_2O$ [K 8129，特級]

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).

塩化コバルト(Ⅱ)・エタノール試液 塩化コバルト(Ⅱ)六水和物を105℃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．

塩化コリン コリン塩化物 を参照．

塩化水銀(Ⅱ) $HgCl_2$ [K 8139，特級]

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 スキサメトニウム塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用 を参照．

塩化スズ(Ⅱ)二水和物 $SnCl_2・2H_2O$ [K 8136，塩化すず(Ⅱ)二水和物，特級]

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に溶かす．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に溶かす．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)・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)・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 塩化ストロンチウム六水和物 を参照．

塩化ストロンチウム六水和物 $SrCl_2・6H_2O$ [K 8132，特級]

塩化セシウム CsCl 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすい．

乾燥減量 〈2.41〉 1.0%以下(1 g，110℃，2時間).

含量 99.0%以上． **定量法** 本品を乾燥し，約0.5 gを精密に量り，水に溶かし，正確に200 mLとする．この液20 mLを正確に量り，水30 mLを加え，0.1 mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液).

0.1 mol/L硝酸銀液1 mL＝16.84 mg CsCl

塩化セシウム試液 塩化セシウム25.34 gに水を加えて1000 mLとする．

塩化第一スズ 塩化スズ(Ⅱ)二水和物 を参照．

塩化第一スズ試液 塩化スズ(Ⅱ)試液 を参照．

塩化第一スズ試液，酸性 塩化スズ(Ⅱ)試液，酸性 を参照．

塩化第一スズ・硫酸試液 塩化スズ(Ⅱ)・硫酸試液 を参照．

塩化第二水銀 塩化水銀(Ⅱ) を参照．

塩化第二鉄 塩化鉄(Ⅲ)六水和物 を参照．

塩化第二鉄試液 塩化鉄(Ⅲ)試液 を参照．

塩化第二鉄試液，希 塩化鉄(Ⅲ)試液，希 を参照．

塩化第二鉄試液，酸性 塩化鉄(Ⅲ)試液，酸性 を参照．

塩化第二鉄・酢酸試液 塩化鉄(Ⅲ)・酢酸試液 を参照．

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 を参照．

塩化第二鉄・メタノール試液 塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液 を参照．

塩化第二鉄・ヨウ素試液 塩化鉄(Ⅲ)・ヨウ素試液 を参照．

塩化第二銅 塩化銅(Ⅱ)二水和物 を参照．

塩化第二銅・アセトン試液 塩化銅(Ⅱ)・アセトン試液 を参照．

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℃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，滴定の終点は液が僅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)六水和物 $FeCl_3・6H_2O$ [K 8142，特級]

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)・アミド硫酸試液 塩化鉄(Ⅲ)六水和物10 g及びアミド硫酸(標準試薬) 16 gを水に溶かし，1000 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)・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．

塩化テトラ*n*－ブチルアンモニウム テトラ－*n*－ブチルアンモニウム塩化物 を参照．

塩化銅(Ⅱ)二水和物 $CuCl_2・2H_2O$ [K 8145，特級]

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．

塩化トリフェニルテトラゾリウム 塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム を参照．

塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム $C_{19}H_{15}ClN_4$ [K 8214，特級]

塩化トリフェニルテトラゾリウム試液 塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液 を参照．

塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液 塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム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．

塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム・メタノール試液，噴霧用 塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウムのメタノール溶液(1→25)をA液とする．水酸化ナトリウムのメタノール溶液(1→125)をB液とする．使用直前にA液及びB液のそれぞれ等容量を混和して用いる．

塩化ナトリウム NaCl [K 8150，特級]

塩化ナトリウム(標準試薬) NaCl JIS K 8005の容量分析用標準物質のほか，容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる．

塩化ナトリウム，定量用 NaCl [医薬品各条，「塩化ナトリウム」]

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，0.2 mol/L 塩化ナトリウム11.7 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*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 を参照．

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 を参照．

塩化白金酸 ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸六水和物 を参照．

塩化白金酸試液 ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸試液 を参照．

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 を参照．

塩化パラジウム 塩化パラジウム(Ⅱ) を参照．

塩化パラジウム試液 塩化パラジウム(Ⅱ)試液 を参照．

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．

塩化バリウム 塩化バリウム二水和物 を参照．

塩化バリウム二水和物 $BaCl_2・2H_2O$ [K 8155，特級]

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)．

塩化パルマチン パルマチン塩化物 を参照．

塩化ヒドロキシルアンモニウム $NH_2OH・HCl$ [K 8201，特級]

塩化ヒドロキシルアンモニウム試液 塩化ヒドロキシルアンモニウム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．

塩化ヒドロキシルアンモニウム試液，pH 3.1　塩化ヒドロキシルアンモニウム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．

塩化ヒドロキシルアンモニウム・エタノール試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム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．

塩化ヒドロキシルアンモニウム・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，塩化ヒドロキシルアンモニウム1 gを加えて溶かす．

塩化ビニル　C_2H_3Cl　無色の気体である．

沸点〈2.57〉　－14℃

融点〈2.60〉　－160℃

塩化1,10－フェナントロリニウム一水和物　$C_{12}H_8N_2$・HCl・H_2O　[K 8202，特級]

塩化フェニルヒドラジニウム　$C_6H_5NHNH_2$・HCl　[K 8203，特級]

塩化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化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．

塩化*n*－ブチル　1－クロロブタン　を参照．

塩化ベルベリン　ベルベリン塩化物水和物　を参照．

塩化ベルベリン，薄層クロマトグラフィー用　ベルベリン塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

塩化ベンザルコニウム　ベンザルコニウム塩化物　を参照．

塩化ベンゼトニウム，定量用　ベンゼトニウム塩化物，定量用　を参照．

塩化ベンゾイル　C_6H_5COCl　無色澄明の発煙性の液である．密度：約1.2 g/mL.

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行うとき，波数1775 cm^{-1}，1596 cm^{-1}，1450 cm^{-1}，1307 cm^{-1}，1206 cm^{-1}，873 cm^{-1}，776 cm^{-1}及び671 cm^{-1}付近に吸収を認める．

塩化マグネシウム　塩化マグネシウム六水和物　を参照．

塩化マグネシウム六水和物　$MgCl_2$・$6H_2O$　[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　を参照．

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　を参照．

塩化ランタン試液　酸化ランタン(Ⅲ) 58.65 gに塩酸100 mLを加えて煮沸し，冷後，水を加えて1000 mLとする．

塩化リゾチーム用基質試液　基質試液，リゾチーム塩酸塩用　を参照．

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．

塩化ルビジウム　RbCl　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.2 gを精密に量り，水100 mLに溶かし，薄めた硝酸(1→2) 5 mLを加え，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＝12.09 mg RbCl

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．

塩酸試液，アミノ酸自動分析用6 mol/L　アミノ酸自動分析用の塩化水素(HCl：36.46) 19 ～ 21%を含む(定沸点塩酸)．

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・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 ±0.1に調整した後，水を加えて200 mLとする．

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－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・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．

塩酸アゼラスチン，定量用 アゼラスチン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸14－アニソイルアコニン，成分含量測定用 14－アニソイルアコニン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸アプリンジン，定量用 アプリンジン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸アミオダロン，定量用 アミオダロン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸4－アミノアンチピリン 4－アミノアンチピリン塩酸塩 を参照.

塩酸4－アミノアンチピリン試液 4－アミノアンチピリン塩酸塩試液 を参照.

塩酸4－アミノフェノール 4－アミノフェノール塩酸塩 を参照.

塩酸*p*－アミノフェノール 4－アミノフェノール塩酸塩 を参照.

塩酸アモスラロール，定量用 アモスラロール塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸L－アルギニン L－アルギニン塩酸塩 を参照.

塩酸イソクスプリン，定量用 イソクスプリン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸イソプロメタジン，薄層クロマトグラフィー用 イソプロメタジン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用 を参照.

塩酸イミダプリル イミダプリル塩酸塩 を参照.

塩酸イミダプリル，定量用 イミダプリル塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸イミプラミン イミプラミン塩酸塩 を参照.

塩酸エチレフリン エチレフリン塩酸塩 を参照.

塩酸エチレフリン，定量用 エチレフリン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸6－エピドキシサイクリン 6－エピドキシサイクリン塩酸塩 を参照.

塩酸エフェドリン エフェドリン塩酸塩 を参照.

塩酸エフェドリン，定量用 エフェドリン塩酸塩 を参照.

塩酸エメチン，成分含量測定用 エメチン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸オキシコドン，定量用 オキシコドン塩酸塩水和物，定量用 を参照.

塩酸クロルプロマジン，定量用 クロルプロマジン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸クロルヘキシジン クロルヘキシジン塩酸塩 を参照.

塩酸(2－クロロエチル)ジエチルアミン 2－クロロエチルジエチルアミン塩酸塩 を参照.

塩酸2,4－ジアミノフェノール 2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩 を参照.

塩酸2,4－ジアミノフェノール試液 2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩試液 を参照.

塩酸ジエタノールアミン 2,2′－イミノジエタノール塩酸塩 を参照.

L－塩酸システイン L－システイン塩酸塩一水和物 を参照.

塩酸ジフェニドール ジフェニドール塩酸塩 を参照.

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 1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用 を参照.

塩酸ジブカイン ジブカイン塩酸塩 を参照.

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*－フェニレンジアンモニウム二塩酸塩 を参照.

塩酸ジルチアゼム ジルチアゼム塩酸塩 を参照.

塩酸スレオプロカテロール スレオプロカテロール塩酸塩 を参照.

塩酸セチリジン，定量用 セチリジン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸セフカペンピボキシル セフカペンピボキシル塩酸塩水和物 を参照.

塩酸セミカルバジド セミカルバジド塩酸塩 を参照.

塩酸タムスロシン タムスロシン塩酸塩 を参照.

塩酸チアプリド，定量用 チアプリド塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸チアラミド，定量用 チアラミド塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸テトラサイクリン テトラサイクリン塩酸塩 を参照.

塩酸ドパミン，定量用 ドパミン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸トリメタジジン，定量用 トリメタジジン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸ニカルジピン，定量用 ニカルジピン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸パパベリン パパベリン塩酸塩 を参照.

塩酸パパベリン，定量用 パパベリン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸パラアミノフェノール 4－アミノフェノール塩酸塩 を参照.

L－塩酸ヒスチジン L－ヒスチジン塩酸塩一水和物 を参照.

塩酸ヒドララジン ヒドララジン塩酸塩 を参照.

塩酸ヒドララジン，定量用 ヒドララジン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸ヒドロキシアンモニウム 塩化ヒドロキシルアンモニウム を参照.

塩酸ヒドロキシアンモニウム試液 塩化ヒドロキシルアンモニウム試液 を参照.

塩酸ヒドロキシアンモニウム試液，pH 3.1 塩化ヒドロキシルアンモニウム試液，pH 3.1 を参照.

塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 塩化ヒドロキシルアンモニウム・エタノール試液 を参照.

塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液 塩化ヒドロキシルアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液 を参照.

塩酸ヒドロキシルアミン 塩化ヒドロキシルアンモニウム を参照.

塩酸ヒドロキシルアミン試液 塩化ヒドロキシルアンモニウム試液 を参照.

塩酸ヒドロキシルアミン試液，pH 3.1 塩化ヒドロキシルアンモニウム試液，pH 3.1 を参照.

塩酸ヒドロキシルアミン・塩化第二鉄試液 塩化ヒドロキシルアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液 を参照.

塩酸ヒドロコタルニン，定量用 ヒドロコタルニン塩酸塩水和物，定量用 を参照.

塩酸ピペリジン ピペリジン塩酸塩 を参照.

塩酸1－(4－ピリジル)ピリジニウムクロリド 1－(4－ピリジル)ピリジニウム塩化物塩酸塩 を参照.

塩酸ピリドキシン ピリドキシン塩酸塩 を参照.

塩酸1,10－フェナントロリニウム一水和物 塩化1,10－フェナントロリニウム一水和物 を参照.

塩酸*o*－フェナントロリン 塩化1,10－フェナントロリニウム

一水和物 を参照.

塩酸フェニルヒドラジニウム 塩化フェニルヒドラジニウム を参照.

塩酸フェニルヒドラジニウム試液 塩化フェニルヒドラジニウム試液 を参照.

塩酸フェニルヒドラジン 塩化フェニルヒドラジニウム を参照.

塩酸フェニルヒドラジン試液 塩化フェニルヒドラジニウム試液 を参照.

塩酸フェニルピペラジン 1－フェニルピペラジン一塩酸塩 を参照.

塩酸フェネチルアミン フェネチルアミン塩酸塩 を参照.

塩酸プソイドエフェドリン プソイドエフェドリン塩酸塩 を参照.

塩酸ブホルミン，定量用 ブホルミン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸プロカイン プロカイン塩酸塩 を参照.

塩酸プロカイン，定量用 プロカイン塩酸塩 を参照.

塩酸プロカインアミド プロカインアミド塩酸塩 を参照.

塩酸プロカインアミド，定量用 プロカインアミド塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸プロカテロール プロカテロール塩酸塩水和物 を参照.

塩酸プロパフェノン，定量用 プロパフェノン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸プロプラノロール，定量用 プロプラノロール塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸ペチジン，定量用 ペチジン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸ベニジピン ベニジピン塩酸塩 を参照.

塩酸ベニジピン，定量用 ベニジピン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸ベラパミル，定量用 ベラパミル塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸ベンゾイルヒパコニン，成分含量測定用 ベンゾイルヒパコニン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸ベンゾイルメサコニン，成分含量測定用 ベンゾイルメサコニン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸ベンゾイルメサコニン，薄層クロマトグラフィー用 ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用 を参照.

塩酸ミノサイクリン ミノサイクリン塩酸塩 を参照.

塩酸メタサイクリン メタサイクリン塩酸塩 を参照.

***dl*－塩酸メチルエフェドリン** *dl*－メチルエフェドリン塩酸塩 を参照.

***dl*－塩酸メチルエフェドリン，定量用** *dl*－メチルエフェドリン塩酸塩 を参照.

塩酸メトホルミン，定量用 メトホルミン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸メピバカイン，定量用 メピバカイン塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸メフロキン メフロキン塩酸塩 を参照.

塩酸モルヒネ モルヒネ塩酸塩水和物 を参照.

塩酸モルヒネ，定量用 モルヒネ塩酸塩水和物，定量用 参照.

塩酸ラベタロール ラベタロール塩酸塩 を参照.

塩酸ラベタロール，定量用 ラベタロール塩酸塩，定量用 を参照.

塩酸L－リジン L－リシン塩酸塩 を参照.

塩酸リトドリン リトドリン塩酸塩 を参照.

塩酸ロキサチジンアセタート ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩 を参照.

塩素 Cl_2 窒息性のに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.

塩素試液 塩素の飽和溶液を用いる．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．ただし，塩素の飽和溶液の調製が困難な場合には，飽和濃度との差異に留意し，液量の変更等を考慮することにより，調製済みの塩素溶液を使用することができる.

塩素酸カリウム $KClO_3$ [K 8207，特級]

遠藤培地 普通カンテン培地1000 mLを水浴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℃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℃で15分間，1日1回，3日間，間欠滅菌する.

遠藤平板培地 遠藤培地を加熱して溶解した後，約50℃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．次に皿の蓋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 医薬品各条の「注射用水」若しくは「注射用水(容器入り)」又はその他の水で，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以上の濃度のエンドトキシンを含まず，エンドトキシン試験を行うのに適したもの.

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 を参照.

エンフルラン $C_3H_2ClF_5O$ [医薬品各条]

オイゲノール，薄層クロマトグラフィー用 $C_{10}H_{12}O_2$ 無色～黄色の澄明な液で，特異なにおいがある．メタノール又はエタノール(99.5)に混和し，水に溶けにくい.

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227 ～ 231 nm及び280 ～ 284 nmに吸収の極大を示す.

純度試験 類縁物質 本品5 mgをメタノール1 mLに溶かした液1 μLにつき，「チョウジ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない.

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℃.

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 μL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0.4付近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 を参照．

***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 を参照．

***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 を参照．

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 を参照．

8－オキシキノリン 8－キノリノール を参照．

オキシコドン塩酸塩水和物，定量用 $C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$ [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，オキシコドン塩酸塩($C_{18}H_{21}NO_4$・HCl) 99.0%以上を含むもの]

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 μLにつき，「ヒプロメロース」の定量法の試験条件に従い，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 を参照．

***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℃，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℃．

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，「ジャショウシ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値0.3付近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 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ [医薬品各条]

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－7*H*－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．

オメプラゾール，定量用 $C_{17}H_{19}N_3O_3S$ [医薬品各条，「オメプラゾール」]

オリブ油 [医薬品各条]

オルシン $C_7H_8O_2$ 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，空気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℃

オルシン・塩化第二鉄試液 オルシン・塩化鉄(Ⅲ)試液 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

オレイン酸 $C_{18}H_{34}O_2$ 無色又は微黄色澄明の液体で，僅かに特異なにおいがある．エタノール(95)，ジエチルエーテルに混和し，水にほとんど溶けない．

比重 〈2.56〉 d_{20}^{20}：約0.9

含量 99.0%以上． **定量法** 本品40 μLに三フッ化ホウ素のメタノール溶液(3→20) 1 mLを加えて混和し，水浴上で3分間加熱する．放冷後，石油エーテル10 mL及び水10 mLを加えて振とう後，静置し，石油エーテル層を分取し，試料溶液とする．この液0.2 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オレイン酸メチルの量を求める．

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ポリアクリル酸メチルを149 ～ 177 μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5 ～ 10%の割合で被覆させたものを充填する．

カラム温度：220℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：オレイン酸メチルの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオレイン酸メチルの保持時間の約2倍の範囲

オレイン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 $C_{19}H_{36}O_2$ 無色～淡黄色の澄明な液である．

比重 〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.866 ～ 0.882

オロパタジン塩酸塩，定量用 $C_{21}H_{23}NO_3$・HCl [医薬品各条，「オロパタジン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，オロパタジン塩酸塩($C_{21}H_{23}NO_3$・HCl) 99.5%以上を含むもの]

オンジ [医薬品各条]

海砂 白，灰色，褐色又は黒色などの粒の混ざったものであり，粒の大きさは0.3 ～ 1.0 mm程度である．

カイニン酸 カイニン酸水和物 を参照．

カイニン酸，定量用 カイニン酸水和物 を参照．

カイニン酸水和物 $C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$ [医薬品各条]

カイニン酸水和物，定量用 カイニン酸水和物 を参照．

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・無水エタノール試液 過塩素酸・エタノール試液 を参照．

過塩素酸第二鉄 過塩素酸鉄(Ⅲ)六水和物 を参照．

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 を参照．

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．

過塩素酸ナトリウム 過塩素酸ナトリウム一水和物 を参照．

過塩素酸ナトリウム一水和物 $NaClO_4 \cdot H_2O$ [K 8227，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 ヒドロキシルアミン過塩素酸塩 を参照．

過塩素酸ヒドロキシルアミン試液 ヒドロキシルアミン過塩素酸塩試液 を参照．

過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・エタノール試液 を参照．

過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・エタノール試液 を参照．

過塩素酸リチウム $LiClO_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

含量 98%以上． **定量法** 本品約0.2 gを精密に量り，水30 mLに溶かし，カラム(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25 mLを内径約11 mm，高さ30 cmのクロマトグラフィー管に注入し，1 mol/L塩酸試液200 mLを加え1分間に3 ～ 4 mLの流量で流出させた後，水を流し，流出液にメチルオレンジ試液を加えたときに色が黄みの赤になるまで繰り返し洗浄して調製したもの)に入れ，1分間に3 ～ 4 mLの流量で流出する．次に水約30 mLずつ1分間3 ～ 4 mLの速度で5回洗う．洗液を流出液に合わせ，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液3滴)．同様な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＝10.64 mg $LiClO_4$

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．

核酸分解酵素不含水 水，核酸分解酵素不含 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化アセトン 重水素化アセトン，核磁気共鳴スペクトル測定用 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6 DSS－d_6，核磁気共鳴スペクトル測定用 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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－d_4 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 を参照．

核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－ビス(トリメチルシリル)ベンゼン－d_4 1,4－BTMSB－d_4，核磁気共鳴スペクトル測定用 を参照．

核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1,4－BTMSB－d_4，核磁気共鳴スペクトル測定用 を参照．

確認試験用タクシャトリテルペン混合試液 タクシャトリテルペン混合試液，確認試験用 を参照．

過酸化水素(30) H_2O_2 [K 8230，過酸化水素，特級，濃度30.0 ～ 35.5%]

過酸化水素水，強 過酸化水素(30) を参照．

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・水酸化ナトリウム試液 水／過酸化水素(30)混液(9：1)にブ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]

過酸化ベンゾイル，25%含水 $(C_6H_5CO)_2O_2$ 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℃(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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用アラキジン酸メチル アラキジン酸メチル, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用エイコセン酸メチル エイコセン酸メチル, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用オレイン酸メチル オレイン酸メチル, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

ガスクロマトグラフィー用グリセリン グリセリン, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用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 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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチルフェニルシリコーン シアノプロピルメチルフェニルシリコーン, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサン ジメチルポリシロキサン, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸メチル ステアリン酸メチル, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸メチル パルミチン酸メチル, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

ガスクロマトグラフィー用パルミトレイン酸メチル パルミトレイン酸メチル, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用5%フェニル－メチルシリコーンポリマー 5%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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用プロピレングリコール プロピレングリコール, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

ガスクロマトグラフィー用ポリアクリル酸メチル ポリアクリル酸メチル, ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール2－ニトロテレフタレート ポリエチレングリコール2－ニトロテレフタレート，ガスクロマトグラフィー用 を参照．

ガスクロマトグラフィー用ポリメチルシロキサン ポリメチルシロキサン，ガスクロマトグラフィー用 を参照．

ガスクロマトグラフィー用ミリスチン酸メチル ミリスチン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

ガスクロマトグラフィー用ラウリン酸メチル ラウリン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 を参照．

ガスクロマトグラフィー用リグノセリン酸メチル リグノセリン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 を参照．

ガスクロマトグラフィー用リノール酸メチル リノール酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 を参照．

ガスクロマトグラフィー用リノレン酸メチル リノレン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 を参照．

カゼイン(乳製) カゼイン，乳製 を参照．

カゼイン，乳製 白色～淡黄色の粉末又は粒である．

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1650 cm^{-1}，1540 cm^{-1}及び1250 cm^{-1}付近に吸収を認める．

カゼイン製ペプトン ペプトン，カゼイン製 を参照．

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*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 $C_6H_4(OH)_2$ 白色の結晶である．

融点〈2.60〉 104 ～ 107℃

貯法 遮光した気密容器．

果糖 $C_6H_{12}O_6$ [医薬品各条]

果糖，薄層クロマトグラフィー用 $C_6H_{12}O_6$ 本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．本品は湿気によって潮解する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－88 ～ －94° [1 g，薄めたアンモニア水(28) (1→1000)，100 mL，100 mm]．ただし，シリカゲルを乾燥剤として3時間乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品2 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2 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2－プロパノール／水／メタノール混液(3：2：2)を展開溶媒として約7 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1,3－ナフタレンジオール試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，R_f値0.6付近の主スポット以外のスポットを認めない．

カドミウム・ニンヒドリン試液 酢酸カドミウム二水和物50 mgに水5 mL及び酢酸(100) 1 mLを加えて溶かし，更に2－ブタノンを加えて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．

カドミウム地金 Cd [H 2113，1種]

カドララジン，定量用 $C_{12}H_{21}N_5O_3$ [医薬品各条，「カドララジン」ただし，乾燥したものを定量するとき，カドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$) 99.0%以上を含むもの]

カナマイシン硫酸塩 $C_{18}H_{36}N_4O_{11}\cdot xH_2SO_4$ [医薬品各条]

カフェイン カフェイン水和物 を参照．

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」]

カフェイン水和物 $C_8H_{10}N_4O_2\cdot H_2O$ [医薬品各条]

カプサイシン，成分含量測定用 (*E*)－カプサイシン，定量用 を参照．

カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用 (*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用 を参照．

(*E*)－カプサイシン，成分含量測定用 (*E*)－カプサイシン，定量用 を参照．

(*E*)－カプサイシン，定量用 $C_{18}H_{27}NO_3$ (*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉 $E_{1\,cm}^{1\%}$(281 nm)：97 ～ 105 (10 mg，メタノール，200 mL)．ただし，デシケーター(減圧，酸化リン(V)，40℃)で5時間乾燥したもの．

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」の定量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」の定量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 μL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．

(*E*)－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)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〉 65 ～ 70℃

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 μL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0.5付近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，僅かに不快なにおいがある．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℃，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 μL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．

試験条件

面積測定範囲以外の試験条件は，「ハッカ油」の定量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*n*－カプリル酸エチルの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液(1) 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 μL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 μL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．

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．

1.6%過ヨウ素酸カリウム・0.2%過マンガン酸カリウム試液，アルカリ性 過マンガン酸カリウム1 g，過ヨウ素酸カリウム8 g及び炭酸カリウム10 gを水500 mLに溶かす．この液を16時間放置した後，ろ紙でろ過する．

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．

D－ガラクトサミン塩酸塩 $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$ 白色の粉末である．融点：約180℃(分解).

旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋90 ～ ＋97° (1 g，水，100 mL，100 mm).

ガラクトース D－ガラクトース を参照.

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 ～ ＋82° (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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

過硫酸アンモニウム ペルオキソ二硫酸アンモニウム を参照.

過硫酸カリウム ペルオキソ二硫酸カリウム を参照.

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℃(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 カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム三水和物 を参照.

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム三水和物 $C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$ [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，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($C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$) 99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

水分 〈2.48〉 14.0 ～ 15.0%

カルバゾール $C_{12}H_9N$ 白色～類白色の葉状若しくは板状の結晶又は結晶性の粉末である．本品はピリジン又はアセトン

に溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．本品は熱すると，容易に昇華する．

融点〈2.60〉 243 ～ 245℃

純度試験 溶状 本品0.5 gにエタノール(99.5) 20 mLを加え，加温して溶かした液は澄明である．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g).

カルバゾール試液 カルバゾール0.125 gをエタノール(99.5)に溶かし，100 mLとする．

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 ～ 50℃

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．

カルバミン酸クロルフェネシン，定量用 クロルフェネシンカルバミン酸エステル，定量用 を参照．

カルベジロール，定量用 $C_{24}H_{26}N_2O_4$ [医薬品各条，「カルベジロール」]

L－カルボシステイン，定量用 $C_5H_9NO_4S$ [医薬品各条，「L－カルボシステイン」ただし，乾燥したものを定量するとき，L－カルボシステイン($C_5H_9NO_4S$) 99.0%以上を含むもの]

カルボプラチン $C_6H_{12}N_2O_4Pt$ [医薬品各条]

還元液，分子量試験用 ラウリル硫酸ナトリウム10.6 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3.9 gを水60 mLに溶かし，塩酸を加えてpH 6.8に調整した後，スクロース31 gを加えて溶かし，水を加えて100 mLとする．この液97 mLにブロモフェノールブルー溶液(11→2500) 3 mLを加えた液0.4 mLに2－メルカプトエタノール0.1 mLを加える．用時製する．

還元緩衝液，ナルトグラスチム試料用 ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→10) 0.8 mL，pH 6.8の0.5 mol/Lトリス緩衝液0.5 mL，グリセリン0.4 mL，2－メルカプトエタノール0.3 mL，ブロモフェノールブルー溶液(1→200) 0.1 mLを混合する．用時製する．

還元鉄 Fe 鉄粉 を参照．

緩衝液，SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動用 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール3.0 g，グリシン14.4 g及びラウリル硫酸ナトリウム1.0 gを水に溶かし，1000 mLとする．

緩衝液，酵素消化用 尿素0.30 gを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を水に溶かし100 mLとした液100 μL，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7.88 gを水に溶かし100 mLとした液100 μL，メチルアミン塩酸塩2.70 gを水に溶かし100 mLとした液100 μL，ジチオスレイトール30.9 mgを水1 mLに溶かした液50 μL及び水420 μLに溶かす．

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，ブ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，ナルトグラスチム試料用 ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→10) 0.8 mL，pH 6.8の0.5 mol/Lトリス緩衝液0.5 mL，グリセリン0.4 mL，ブロモフェノールブルー溶液(1→200) 0.1 mLを混合する．用時製する．

緩衝液，フィルグラスチム試料用 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール1.2 g及びラウリル硫酸ナトリウム3.2 gを水に溶かし，6 mol/L塩酸試液，1 mol/L塩酸試液又は0.1 mol/L塩酸試液を加えてpH 6.8に調整した後，ブロモフェノールブルー32 mg及びグリセリン16 mLを溶かし，水を加えて40 mLとする．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

25%含水過酸化ベンゾイル 過酸化ベンゾイル，25%含水 を参照．

4%含水中性アルミナ 中性アルミナ，4%含水 を参照．

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 を参照．

乾燥用合成ゼオライト 合成ゼオライト，乾燥用 を参照．

カンデサルタンシレキセチル $C_{33}H_{34}N_6O_6$ [医薬品各条]

カンデサルタンシレキセチル，定量用 $C_{33}H_{34}N_6O_6$ [医薬品各条，「カンデサルタンシレキセチル」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，カンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$) 99.5%以上を含み，「カンデサルタンシレキセチル」の純度試験(2)を行うとき，試料溶液のカンデサルタンシレキセチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の1／2より大きくないもの]

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 を参照．

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，特異なにおいがある．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℃，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 を参照.

希塩化第二鉄試液 塩化鉄(Ⅲ)試液，希 を参照.

希塩化鉄(Ⅲ)試液 塩化鉄(Ⅲ)試液，希 を参照.

希塩酸 塩酸，希 を参照.

希過酸化水素試液 過酸化水素試液，希 を参照.

希ギムザ試液 ギムザ試液，希 を参照.

キキョウ [医薬品各条]

希五酸化バナジウム試液 酸化バナジウム(V)試液，希 を参照.

希酢酸 酢酸，希 を参照.

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 ～ 119℃

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3.15 gを水750 mLに溶かし，ギ酸を加えてpH 4.0に調整した後，水を加えて1000 mLとする.

ギ酸エチル $HCOOC_2H_5$ 無色澄明の液で，エタノール(95)又はアセトンに混和し，水にやや溶けやすい.

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数2980 cm^{-1}，2930 cm^{-1}，1718 cm^{-1}，1470 cm^{-1}，1449 cm^{-1}，1387 cm^{-1}，1302 cm^{-1}，1181 cm^{-1}，1004 cm^{-1}，840 cm^{-1}及び747 cm^{-1}付近に吸収を認める.

純度試験

(1) 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ギ酸エチルの量を求めるとき，97.0%以上である.

試験条件

検出器：熱伝導度検出器

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0.25 μmで被覆する.

カラム温度：50℃を1分間，その後，毎分10℃で150℃まで昇温し，150℃を1分間保持する.

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：41 cm/秒

スプリット比：1：110

面積測定範囲：ギ酸エチルの保持時間の約5倍の範囲

(2) 酸(ギ酸として) ヨウ素酸カリウム0.5 g及びヨウ化カリウム5 gを水50 mLに溶かした液に本品2 gを加える．10分間放置した後，デンプン試液2滴及び0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1.30 mLを加えるとき，液は無色である(0.3%以下).

水分〈2.48〉 0.5%以下(1 g，電量滴定法).

希酸化バナジウム(V)試液 酸化バナジウム(V)試液，希 を参照.

キサンテン $C_{13}H_{10}O$ 白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，僅かに特異なにおいがある.

融点〈2.60〉 98 ～ 102℃

水分〈2.48〉 0.5%以下(0.15 g).

キサンテン－9－カルボン酸 $C_{14}H_{10}O_3$ プロパンテリン臭化物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℃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℃

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℃

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℃

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 μL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 を参照.

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.

キジツ [医薬品各条]

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て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 μLを加える．用時製する.

基質試液，インターフェロンアルファ確認用 3,3′－ジアミノベンジジン四塩酸塩9 mgをリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし，30 mLとする．この液に過酸化水素(30) 5 μLを加える．用時製する.

基質試液，エポエチンアルファ用 4－クロロ－1－ナフトール30 mgをメタノール10 mLに溶かし，A液とする．過酸化水素(30) 30 μLとpH 7.5の0.02 mol/Lトリス塩緩衝液50 mLを混和し，B液とする．用時，A液とB液を混和する.

基質試液，塩化リゾチーム用 基質試液，リゾチーム塩酸塩用を参照.

基質試液，リゾチーム塩酸塩用 *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り，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をpH 8.0の0.1 mol/Lトリス緩衝液に溶かし，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乳製カゼイン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℃で20分間加温して溶かす．冷後，1 mol/L塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液を加えてpH 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25 mg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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

希釈液，粒子計数装置用 血液の希釈用として製したもの．

希硝酸 硝酸，希 を参照．

キシリトール $C_5H_{12}O_5$ [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℃，95 vol%以上．

キシレンシアノールFF $C_{25}H_{27}N_2NaO_6S_2$ [K 8272，特級]

キシロース D－キシロース を参照．

D－キシロース $C_5H_{10}O_5$ [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 を参照．

希水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム試液，希 を参照．

希チモールブルー試液 チモールブルー試液，希 を参照．

***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℃，98 vol%以上．

希鉄・フェノール試液 鉄・フェノール試液，希 を参照．

キナプリル塩酸塩，定量用 $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$ [医薬品各条，「キナプリル塩酸塩」ただし，「キナプリル塩酸塩」の純度試験(2)を行うとき，試料溶液のキナプリルに対する相対保持時間約0.5及び約2.0のピーク面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積より大きくなく，試料溶液のキナプリル及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のキナプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積の2倍より大きくないもの]

キニジン硫酸塩水和物 $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$ [医薬品各条]

キニーネ硫酸塩水和物 $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$ [医薬品各条]

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，本品の適量をとり，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，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→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±0.5℃で20分間加温し，(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±0.5℃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±0.5℃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 μg/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)
$= B_K \times 0.96$

キニノーゲン試液 キニノーゲン適量をとり，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 C_9H_7NO [K 8775，特級]

キノリン C_9H_7N [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．

希フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン試液，希 を参照．

希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液，希 を参照．

希フォリン試液 フォリン試液，希 を参照．

希ブロモフェノールブルー試液 ブロモフェノールブルー試液，希 を参照．

希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・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液，希 を参照．

希ホルムアルデヒド試液 ホルムアルデヒド試液，希 を参照．

ギムザ試液 アズールⅡ－エオシンY 3 g及びアズールⅡ0.8 gをグリセリン250 gに加え，60℃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．

ギムザ試液，希 ギムザ試液を，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とした液で50倍に薄め，ろ過して不溶物を除く．用時調製する．

希メチルレッド試液 メチルレッド試液，希 を参照．

キモトリプシノーゲン，ゲルろ過分子量マーカー用 ウシの脾臓より得られたもの．ゲルろ過クロマトグラフィー用．

α－キモトリプシン わずかに帯黄白色の凍結乾燥品．1 mg当たり350 U以上のα－キモトリプシンを含む．

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 を参照．

吸収スペクトル用ヘキサン ヘキサン，吸収スペクトル用 を参照．

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 を参照．

強アンモニア水 アンモニア水(28) を参照．

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) を参照．

強酢酸第二銅試液 酢酸銅(Ⅱ)試液，強 を参照．

強酢酸銅(Ⅱ)試液 酢酸銅(Ⅱ)試液，強 を参照．

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 を参照．

希硫酸 硫酸，希 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

[6]－ギンゲロール，成分含量測定用 [6]－ギンゲロール，定量用 を参照．

[6]－ギンゲロール，定量用 $C_{17}H_{26}O_4$ [6]－ギンゲロール，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の定量用1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの．なお，定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる．

1) 定量用1

吸光度 〈2.24〉 $E_{1\,cm}^{1\%}$(281 nm)：101 ～ 112 (7 mg，エタノール(99.5)，200 mL)．

純度試験 類縁物質 本品5 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，試料溶液の[6]－ギンゲロール以外のピークの合計面積は，標準溶液の[6]－ギンゲロ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「半夏厚朴湯エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：[6]－ギンゲロールの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「半夏厚朴湯エキス」の定量法(3)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 μLから得た[6]－ギンゲロールのピーク面積が，標準溶液の[6]－ギンゲロールのピーク面積の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，[6]－ギンゲロールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

2) 定量用2 (qNMR純度規定)

ピークの単一性 本品5 mgをメタノール5 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，[6]－ギンゲロールのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「半夏厚朴湯エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：282 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能は「半夏厚朴湯エキス」の定量法(3)のシステム適合性を準用する．

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 3.56 ppm及びδ 6.52 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A_1 (水素数3に相当)及びA_2 (水素数1に相当)を算出する．

[6]－ギンゲロール($C_{17}H_{26}O_4$)の量(%)

$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.2997$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの各シグナルの面積強度A_1及びA_2の和

N: A_1及びA_2に由来する各シグナルの水素数の和
P: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件
装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置
測定対象とする核：^{1}H
デジタル分解能：0.25 Hz以下
観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上
スピニング：オフ
パルス角：90°
^{13}C核デカップリング：あり
遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
積算回数：8回以上
ダミースキャン：2回以上
測定温度：20 ～ 30℃の一定温度
システム適合性
検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 3.56 ppm及びδ 6.52 ppm付近の各シグナルのSN比は100以上である．
システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 3.56 ppm及びδ 6.52 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度比(A_1／3)／A_2は，それぞれ0.99 ～ 1.01である．
システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度A_1又はA_2のqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

[6]－ギンゲロール，薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{26}O_4$
黄白色～黄色の液体又は固体である．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．
確認試験 本品のエタノール(99.5)溶液(7→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279 ～ 283 nmに吸収の極大を示す．
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0.3付近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 $C_{53}H_{90}O_{22}$ 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 $C_{48}H_{82}O_{18}$ 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Rb$_1$，薄層クロマトグラフィー用 $C_{54}H_{92}O_{23}$
白色の粉末である．水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．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3390 cm^{-1}，1650 cm^{-1}，1077 cm^{-1}及び1038 cm^{-1}付近に吸収を認める．
純度試験 類縁物質 本品2 mgをメタノール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，メタノールを加えて正確に25 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2 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，試料溶液から得たR_f値0.3付近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．なお，薄層板にスポットした後，完全に乾燥させないで展開する．

ギンセノシドRg$_1$，薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{72}O_{14}$
白色の粉末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)に極めて溶けやすく，水にやや溶けやすい．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3390 cm^{-1}，1642 cm^{-1}，1075 cm^{-1}及び1032 cm^{-1}付近に吸収を認める．
純度試験 類縁物質 本品2 mgをメタノール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，メタノールを加えて正確に25 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2 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，試料溶液から得たR_f値0.5付近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．なお，薄層板にスポットした後，完全に乾燥させないで展開する．

金属ナトリウム ナトリウム を参照．

キンヒドロン $C_6H_4(OH)_2 \cdot C_6H_4O_2$ 緑色の結晶又は結晶性の粉末である．
融点〈2.60〉 169 ～ 172℃

グアイフェネシン $C_{10}H_{14}O_4$ [医薬品各条]

グアニン $C_5H_5N_5O$ 白色～微黄白色の粉末である．
吸光度〈2.24〉 本品約10 mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液20 mLに溶かし，1 mol/L塩酸試液2 mL及び0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に1000 mLとする．この液につき，248 nm及び273 nmにおける吸光度$E_{1\,cm}^{1\%}$を求めるとき，それぞれ710 ～ 770及び460 ～ 500である．
乾燥減量〈2.41〉 1.5%以下(0.5 g，105℃，4時間)．

グアヤコール $CH_3OC_6H_4OH$ 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混和する．
融点：約28℃．
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填する．
カラム温度：200℃付近の一定温度
キャリヤーガス：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，定量用 $C_7H_8O_2$ 無色～黄色澄明の液又は無色の結晶で，特異な芳香がある．メタノール又はエタノール(99.5)に混和し，水にやや溶けにくい．凝固点：25 ～ 30℃．
確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のATR法により測定するとき，波数1595 cm^{-1}，1497 cm^{-1}，1443 cm^{-1}，1358 cm^{-1}，1255 cm^{-1}，1205 cm^{-1}，1108 cm^{-1}，1037 cm^{-1}，1020 cm^{-1}，916 cm^{-1}，833 cm^{-1}及び738 cm^{-1}付近に吸収を認める．
純度試験 類縁物質 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するとき，グアヤコール以外のピークの合計面積は，2.0%以下である．
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60 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メチルシロキサンを厚さ0.25 ～ 0.5 μmで被覆する．
カラム温度：100℃から毎分5℃で130℃まで昇温し，その後，毎分2℃で140℃まで昇温し，次いで毎分15℃で200℃まで昇温し，200℃を2分間保持する．
注入口温度：200℃
検出器温度：250℃
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：グアヤコールの保持時間が約8分になるように調整する．
スプリット比：1：50
システム適合性
検出の確認：本品約70 mgを精密に量り，メタノールを加えて正確に100 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 μLから得たグアヤコールのピーク面積が，本品0.5 μLを注入したときのグアヤコールのピーク面積の0.08 ～ 0.16%となることを確認する．
システムの性能：システム適合性試験用溶液1 μLにつき，上記の条件で操作するとき，グアヤコ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200000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液1 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グアヤコールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

グアヤコールスルホン酸カリウム $C_7H_7KO_5S$ [医薬品各条]
クエン酸 クエン酸一水和物 を参照．
クエン酸一水和物 $C_6H_8O_7・H_2O$ [K 8283，くえん酸一水和物，特級，又は医薬品各条，「クエン酸水和物」]
クエン酸緩衝液，0.05 mol/L，pH 6.6 クエン酸三ナトリウム二水和物147 gを水2000 mLに溶かし，クエン酸一水和物3.6 gを加えて溶かした後，水を加えて10 Lとする．この液に0.1 mol/Lクエン酸ナトリウム試液又は0.1 mol/Lクエン酸試液を加えてpH 6.6に調整する．
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，0.1 mol/L クエン酸一水和物21 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・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・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．
クエン酸アンモニウム クエン酸水素二アンモニウム を参照．
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]
クエン酸三カリウム一水和物 $C_6H_5K_3O_7・H_2O$ 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 $C_6H_5K_3O_7・H_2O$

クエン酸三ナトリウム二水和物 クエン酸ナトリウム水和物を参照．
クエン酸三ナトリウム試液，0.1 mol/L クエン酸三ナトリウム二水和物29.4 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 $C_6H_{14}N_2O_7$ [K 8284，くえん酸水素二アンモニウム，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)を参照．
クエン酸銅(Ⅱ)試液 硫酸銅(Ⅱ)五水和物25 g，クエン酸一水和物50 g及び無水炭酸ナトリウム144 gを水に溶かし，1000 mLとする．
クエン酸ナトリウム クエン酸ナトリウム水和物 を参照．
クエン酸ナトリウム試液，0.1 mol/L クエン酸三ナトリウム二水和物29.4 gを水に溶かし，1000 mLとする．
クエン酸ナトリウム水和物 $C_6H_5Na_3O_7・2H_2O$ [K 8288，くえん酸三ナトリウム二水和物，特級，又は医薬品各条，「クエン酸ナトリウム水和物」]
クエン酸モサプリド，定量用 モサプリドクエン酸塩水和物，定量用 を参照．
クペロン $C_6H_9N_3O_2$ [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 $C_{47}H_{48}N_3NaO_7S_2$ 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 $C_{45}H_{44}N_3NaO_7S_2$ 濃青紫色の粉末でにおいはない．

含量 50%以上．

クーマシーブリリアントブルー試液，インターフェロンアルファ用 クーマシーブリリアントブルーG－250 20 mgを薄めた過塩素酸(43→1000)に溶かし，100 mLとし，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長465 nmにおける吸光度を測定し，吸光度が1.3 ～ 1.5になるようにクーマシーブリリアントブルーG－250又は薄めた過塩素酸(43→1000)を加える．

40%グリオキサール試液

含量 38 ～ 42%． **定量法** 本品1.000 gを共栓付フラスコにとり，塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(7→100) 20 mL及び水50 mLを加える．密栓して30分間放置した後，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・メチレンブルー試液1.0 mL)．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
＝ 29.02 mg $C_2H_2O_2$

グリココール酸ナトリウム，薄層クロマトグラフィー用 $C_{26}H_{42}NNaO_6$ 白色～微褐色の結晶性の粉末又は粉末である．水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

(1) 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2940 cm^{-1}，1599 cm^{-1}，1398 cm^{-1}，1309 cm^{-1}，1078 cm^{-1}，1040 cm^{-1}，982 cm^{-1}及び915 cm^{-1}付近に吸収を認める．

(2) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋25 ～ ＋35° (60 mg，メタノール，20 mL，100 mm)．

純度試験 類縁物質 本品5 mgをメタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.2 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 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ずつにつき，「ユウタン」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0.2付近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．

***N*－グリコリルノイラミン酸** $C_{11}H_{19}NO_{10}$ 白色針状結晶性の粉末である．

***N*－グリコリルノイラミン酸試液，0.1 mmol/L** *N*－グリコリルノイラミン酸約16.5 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50 mLとする．この液V mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．

V (mL)
＝325.3 × 0.5／*N*－グリコリルノイラミン酸の秤取量(mg)

グリコール酸 $C_2H_4O_3$ 純度 98.0%以上

グリシン H_2NCH_2COOH [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 $C_{25}H_{30}ClN_3 \cdot 9H_2O$ [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 $C_3H_8O_3$ [K 8295，特級，又は医薬品各条，「濃グリセリン」]

85%グリセリン $C_3H_8O_3$ [医薬品各条，「グリセリン」]

グリセリン，ガスクロマトグラフィー用 $C_3H_8O_3$ [K 8295，特級又はガスクロマトグラフィー用] ただし，「濃グリセリン」の純度試験(11)を準用して試験を行うとき，エチレングリコール及びジエチレングリコールの保持時間にピークを認めない．

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 $C_{42}H_{62}O_{16}$ 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，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3420 cm^{-1}，1722 cm^{-1}，1654 cm^{-1}及び1389 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品4 mgをエタノール(99.5) 2 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，エタノール(99.5)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0.3付近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．

グリチルリチン酸一アンモニウム，分離確認用 $C_{42}H_{61}O_{16}NH_4$ 主にグリチルリチン酸一アンモニウムにその異性体を含む白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験 本品1 mgを薄めたエタノール(2→5) 2 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液2 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，吸光光度計において，グリチルリチン酸とグリチルリチン酸に対する相対保持時間約0.9にピークを認め，質量分析計における，両ピークの*m/z*は，ともに823又は840若しくはこの両方を認める．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)及び質量分析計(ESI法，ポジティブモード)

カラム：内径2 mm，長さ15 cmのステンレス管に3 μm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塡する．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：ギ酸アンモニウム0.63 gを水に溶かし1000 mLとする．この液800 mLにアセトニトリル200 mLを加える．
流量：毎分0.5 mL

グルカゴン用酵素試液　酵素試液，グルカゴン用　を参照．

クルクミン　$C_{21}H_{20}O_6$　帯赤黄色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　180 ～ 183℃

貯法　遮光した気密容器．

クルクミン，成分含量測定用　クルクミン，定量用　を参照．

クルクミン，定量用　$C_{21}H_{20}O_6$　黄色～橙色の結晶性の粉末である．メタノールに溶けにくく，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．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(422 nm)：1460 ～ 1700 [デシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥後，2.5 mg，メタノール，1000 mL].

融点〈2.60〉　180 ～ 184℃

純度試験　類縁物質

（1）　本品4 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．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を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール混液(19：1)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，試料溶液から得たR_f値0.5付近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．

（2）　本品1.0 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，試料溶液のクルクミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のクルクミ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「ウコン」の定量法の試験条件を準用する．
検出器：可視吸光光度計(測定波長：422 nm)
面積測定範囲：溶媒のピークの後からクルクミンの保持時間の約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「ウコン」の定量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10 μLから得たクルクミンのピーク面積が，標準溶液のクルクミンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

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．

D－グルコサミン塩酸塩　$C_6H_{13}NO_5$・HCl　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

含量　98%以上．　**定量法**　本品約0.4 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，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1 mL＝21.56 mg $C_6H_{13}NO_5$・HCl

4′－*O*－グルコシル－5－*O*－メチルビサミノール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{22}H_{28}O_{10}$　白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)に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

確認試験　本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)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286 ～ 290 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5 μLにつき，「ボウフウ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値0.3付近の主スポット以外のスポットを認めない．

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℃において1分間に1 μmolの*d*－グルコノ－δ－ラクトン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16 mg，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10 mg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　グルコン酸カルシウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

グルコン酸カルシウム水和物，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]

グルコン酸ナトリウム　$C_6H_{11}NaO_7$　白色～微黄褐色の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～微黄色澄明である．

グルタチオン　$C_{10}H_{17}N_3O_6S$　[医薬品各条]

L－グルタミン　$H_2NCO(CH_2)_2CH(NH_2)COOH$　[K 9103，L(＋)－グルタミン，特級]

グルタミン試液　L－グルタミン2.92 gを水に溶かし，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．

L－グルタミン酸　$HOOC(CH_2)_2CH(NH_2)COOH$　[K 9047，特級]

7－(グルタリルグリシル－L－アルギニルアミノ)－4－メチルクマリン　$C_{23}H_{30}N_6O_7$　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〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(325 nm)：310 ～ 350 [2 mg，薄めた酢酸(100) (1→500)，200 mL]．

旋光度 〈2.49〉 〔α〕$^{20}_{D}$：－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℃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．これをジメチルスルホキシド1 mLに溶かし，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 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 $CH_3C_6H_4(OH)$ [医薬品各条]

***m*－クレゾール** $CH_3C_6H_4(OH)$ [K 8305，特級]

***p*－クレゾール** C_7H_8O [K 8306，特級]

クレゾールレッド $C_{21}H_{18}O_5S$ [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 $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$ [医薬品各条]

クロチアゼパム，定量用 $C_{16}H_{15}ClN_2OS$ [医薬品各条，「クロチアゼパム」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロチアゼパム($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) 99.0%以上を含むもの]

クロトリマゾール $C_{22}H_{17}ClN_2$ [医薬品各条]

クロナゼパム，定量用 $C_{15}H_{10}ClN_3O_3$ [医薬品各条，「クロナゼパム」]

クロフィブラート $C_{12}H_{15}ClO_3$ [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タンパク質で，白色の結晶性の粉末であり，γ－グロブリンは総タンパク質の98%以上である．

クロペラスチンフェンジゾ酸塩，定量用 $C_{20}H_{24}ClNO \cdot C_{20}H_{14}O_4$ [医薬品各条，「クロペラスチンフェンジゾ酸塩」]

クロミプラミン塩酸塩，定量用 $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$ [医薬品各条，「クロミプラミン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$) 99.0%以上を含むもの]

クロム酸・硫酸試液 硫酸に酸化クロム(VI)を飽和する．

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．

クロモトロプ酸 クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物 を参照．

クロモトロプ酸試液 クロモトロープ酸試液 を参照．

クロモトロプ酸試液，濃 クロモトロープ酸試液，濃 を参照．

クロモトロープ酸試液 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プ酸二ナトリウム二水和物50 mgを溶かす．遮光して保存する．

クロモトロープ酸試液，濃 クロモトロープ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．

クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物 $C_{10}H_6Na_2O_8S_2 \cdot 2H_2O$ [K 8316，特級]遮光して保存する．

クロラゼプ酸二カリウム，定量用 $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$ [医薬品各条，「クロラゼプ酸二カリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$) 99.0%以上を含むもの]

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 を参照．

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 を参照．

クロラムフェニコール $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$ [医薬品各条]

***p*－クロルアニリン** 4－クロロアニリン を参照．

***p*－クロル安息香酸** 4－クロロ安息香酸 を参照．

クロルジアゼポキシド $C_{16}H_{14}ClN_3O$ [医薬品各条]

クロルジアゼポキシド，定量用 $C_{16}H_{14}ClN_3O$ [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($C_{16}H_{14}ClN_3O$) 99.0%以上を含むもの]

クロルフェニラミンマレイン酸塩 $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ [医薬品各条]

クロルフェネシンカルバミン酸エステル，定量用 $C_{10}H_{12}ClNO_4$ [医薬品各条，「クロルフェネシンカルバミン酸エステル」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$) 99.0%以上を含むもの]

***p*－クロルフェノール** 4－クロロフェノール を参照．

クロルプロパミド，定量用 $C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$ [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($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$) 99.0%以上を含むもの]

クロルプロマジン塩酸塩，定量用 $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ [医薬品各条，「クロルプロマジン塩酸塩」]

クロルヘキシジン塩酸塩 $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$ [医薬品各条]

***p*－クロル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 を参照．

4－クロロアニリン $H_2NC_6H_4Cl$ 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℃

強熱残分 〈2.44〉 0.1%以下(1 g)．

4－クロロ安息香酸 ClC_6H_4COOH 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℃

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 $C_7H_5ClO_2$

2−クロロエチルジエチルアミン塩酸塩 $C_6H_{14}ClN \cdot HCl$ 白色の粉末である.

含量 95.0%以上. **定量法** 本品を45℃で3時間減圧乾燥し，その約0.2 gを精密に量り，酢酸(100) 15 mLに溶かす．この液に酢酸(100)／非水滴定用酢酸水銀(Ⅱ)試液混液(5：3) 10 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＝17.21 mg $C_6H_{14}ClN \cdot HCl$

クロロギ酸9−フルオレニルメチル $C_{15}H_{11}ClO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点〈2.60〉 60 ～ 63℃

クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用 (*E*)−クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用 を参照.

(*E*)−クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用 $C_{16}H_{18}O_9$ 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℃(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 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0.5付近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 $C_6H_3(NO_2)_2Cl$ 淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点〈2.60〉 50 ～ 54℃

貯法 遮光した気密容器.

3′−クロロ−3′−デオキシチミジン，液体クロマトグラフィー用 $C_{10}H_{13}N_2O_4Cl$ 白色の粉末である.

純度試験 本品10 mgを移動相に溶かし，100 mLとする．この液10 μLにつき，「ジドブジン」の純度試験(3)を準用して試験を行うとき，ジドブジンの保持時間にピークを認めない.

クロロトリメチルシラン $(CH_3)_3SiCl$ 無色～ほとんど無色の液で，刺激臭があり，湿った空気中で発煙する．ジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水及びエタノールとは反応する．沸点：約58℃.

(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．氷冷後，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℃

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 μL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～僅かに赤色の結晶又は結晶の塊で，特異なにおいがある．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℃.

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：デンプン試液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 $C_4H_7Cl_3O$ [医薬品各条]

1−クロロブタン $CH_3(CH_2)_3Cl$ 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_{20}^{20}：0.884 ～ 0.890

沸点〈2.57〉 約78℃

3−クロロ−1,2−プロパンジオール $C_3H_7ClO_2$ 無色澄明の粘稠な液である.

純度試験 本品0.20 gをジエチルエーテル100 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，ジエチルエーテルを加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μL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，3−クロロ−1,2−プロパンジオール以外のピークの合計面積は，標準溶液のピーク面積の2倍より大きくない.

試験条件

面積測定範囲以外の試験条件は「イオヘキソール」の純度試験(6)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 3−クロロ−1,2−プロパンジオールの保持時間の約 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「イオヘキソール」の純度試験(6)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，ジエチルエーテルを加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得た 3−クロロ−1,2−プロパンジオールのピー

ク面積が，標準溶液の3−クロロ−1,2−プロパンジオールのピーク面積の20 ～ 30%になることを確認する．

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 μLにつき，「クロルプロパミド」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．

4−クロロベンゾフェノン $C_{13}H_9ClO$ 白色の結晶性の粉末又は粉末である．

確認試験 本品のエタノール(99.5)溶液(3→50000)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256 ～ 260 nmに吸収の極大を示す．

融点〈2.60〉 73 ～ 78℃

含量 98.0%以上． **定量法** 本品1 gをアセトンに溶かし，10 mLとし，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本品の量を求める．

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ジメチルポリシロキサンを厚さ0.25 μmで被覆する．

カラム温度：220℃付近の一定温度

注入口温度：270℃

検出器温度：250℃

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分1.33 mL

スプリット比：1：100

面積測定範囲：4−クロロベンゾフェノンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液1 mLを量り，アセトンを加えて10 mLとする．この液1 μLにつき，上記の条件で操作するとき，4−クロロベンゾフェノ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50000段以上，1.2以下である．

システムの再現性：試料溶液1 mLを量り，アセトンを加えて10 mLとする．この液1 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，4−クロロベンゾフェノンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

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．

クロロホルム，水分測定用 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．

蛍光試液 亜ジチオン酸ナトリウム6.27 gを水に溶かし200 mLとした液400 μL，2−メルカプトエタノール210 μL，酢酸(100) 321 μL，1,2−ジアミノ−4,5−メチレンジオキシベンゼン31.1 mgを水1.0 mLに溶かした液400 μL及び水2669 μLを混和する．用時製する．

蛍光基質試液 酸化還元指示薬を含む溶液．

ケイソウ土 [K 8330，けい藻土，1級]

継代培地，ナルトグラスチム試験用 「ナルトグラスチム(遺伝子組換え)」0.20 mgに対応する量をリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液20 mLに溶かす．この液0.1 mLにナルトグラスチム試験用力価測定培地100 mLを加える．

ケイタングステン酸二十六水和物 $SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 26H_2O$ 白色又は僅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．

純度試験 溶状 本品の水溶液(1→20)は無色澄明である．

強熱減量〈2.43〉 14 ～ 15%(2 g，110℃で2時間乾燥後，700 ～ 750℃，恒量)．

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℃

(*E*)−ケイ皮酸，成分含量測定用 (*E*)−ケイ皮酸，定量用を参照．

(*E*)−ケイ皮酸，定量用 $C_9H_8O_2$ (*E*)−ケイ皮酸，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の試験に適合するもの．なお，本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

ピークの単一性 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品1 mgを移動相50 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，(*E*)−ケイ皮酸のピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「苓桂朮甘湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：273 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能は「苓桂朮甘湯エキス」の定量法(1)のシステム適合性を準用する．

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4−BTMSB−d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4−BTMSB−d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 6.20 ppm付近のシグナル

の面積強度A(水素数1に相当)を算出する．

(*E*)－ケイ皮酸($C_9H_8O_2$)の量(%)
$$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 0.6541$$

M: 本品の秤取量(mg)
M_S: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)
I: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A
N: Aに由来するシグナルの水素数
P: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件
装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置
測定対象とする核：^{1}H
デジタル分解能：0.25 Hz以下
観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上
スピニング：オフ
パルス角：90°
^{13}C核デカップリング：あり
遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
積算回数：8回以上
ダミースキャン：2回以上
測定温度：20 ～ 30℃の一定温度
システム適合性
検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.20 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．
システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.20 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．
システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

(*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．
吸光度 〈2.24〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(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．
融点 〈2.60〉 132 ～ 136℃
純度試験 類縁物質 本操作は，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 μL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0.5付近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．
血液カンテン培地 ハートインフュージョンカンテン培地950 mLを高圧滅菌する．約50℃に冷却後，ウマ又はヒツジ脱繊維素血液50 mLを加え滅菌したシャーレに分注し，平板とする．
1%血液浮遊液 動物の脱繊維した血液を，等張化された溶液を用いて，洗浄した後，1 vol%に調製する．用時製する．
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 本品の適量を精密に量り，1 mL中にトリプシン50 FIP単位を含む液となるように0.001 mol/L塩酸試液に溶かし，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℃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 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(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D(FIP単位)とする．

$$D\,(\mu mol\ NaOH/分) = \frac{v_2 - v_1}{t_2 - t_1} \times \frac{1}{10}$$

$$本品1\ mL中のFIP単位数 = \frac{(D_1 - D_0) \times T}{L \times M}$$

D_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 μmol 数
D_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
M: 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 μmol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，タンパク質分解酵素である．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．この液の適量をとり，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 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85.7 mg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℃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℃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当たりのトリプシン単位を求める．ただし，1トリプシン単位とは1分間当たり0.003の吸光度変化を生じる酵素量である．

$$\text{本品1 mg中のトリプシン単位}=\frac{A}{0.003\times M}$$

M：試料溶液 0.2 mL 中の本品の mg 数

貯法 冷所に保存する．

ケトコナゾール $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ [医薬品各条]

ケトコナゾール，定量用 $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ [医薬品各条，「ケトコナゾール」ただし，乾燥したものを定量するとき，ケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$) 99.5%以上を含むもの]

ゲニポシド，成分含量測定用 ゲニポシド，定量用 を参照．

ゲニポシド，定量用 $C_{17}H_{24}O_{10}$ ゲニポシド，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の試験に適合するもの．なお，本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

ピークの単一性 本品5 mgを薄めたメタノール(1→2) 50 mLに溶かす．この液1 mLを量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて100 mLとし，試料溶液とする．試料溶液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，ゲニポシドのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サンシシ」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：240 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能は「サンシシ」の定量法のシステム適合性を準用する．

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品10 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈*2.21*〉及び〈*5.01*〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 3.93 ppm及びδ 4.06 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A_1 (水素数1に相当)及びA_2 (水素数1に相当)を算出する．

ゲニポシド($C_{17}H_{24}O_{10}$)の量(%)

$$=M_S\times I\times P/(M\times N)\times 1.7147$$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの各シグナルの面積強度A_1及びA_2の和

N：A_1及びA_2に由来する各シグナルの水素数の和

P：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ3.93 ppm及びδ4.06 ppm付近の各シグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ3.93 ppm及びδ4.06 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度比A_1／A_2は，それぞれ0.99 ～ 1.01である．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度A_1又はA_2のqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

ゲニポシド，薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{24}O_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすい．融点：約160℃．

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0.3付近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 $C_{24}H_{40}O_4$ 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℃(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．次にクロロホルム／アセトン／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．さらに120℃で30分間乾燥後，直ちにリンモリブデン酸n水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を均等に噴霧し，120℃で2 ～ 3分間加熱するとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

含量 98.0%以上． **定量法** 本品を80℃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．

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝39.26 mg $C_{24}H_{40}O_4$

ゲルろ過分子量マーカー用ウシ血清アルブミン ウシ血清アルブミン，ゲルろ過分子量マーカー用 を参照．

ゲルろ過分子量マーカー用キモトリプシノーゲン キモトリプシノーゲン，ゲルろ過分子量マーカー用 を参照．

ゲルろ過分子量マーカー用卵白アルブミン 卵白アルブミン，ゲルろ過分子量マーカー用 を参照．

ゲルろ過分子量マーカー用リボヌクレアーゼA リボヌクレアーゼA，ゲルろ過分子量マーカー用 を参照．

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℃

ゲンタマイシンB $C_{19}H_{38}N_4O_{10}$ 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** 本品適量をとり，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 $C_{16}H_{20}O_9$ 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℃(分解)．

純度試験 類縁物質 本品10 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0.4付近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．

ゲンチジン酸 $C_7H_6O_4$ 淡黄色の結晶である．

融点〈2.60〉 約200℃

抗インターフェロンアルファ抗血清 インターフェロンアルファでウサギを免疫して作製した抗血清で，インターフェロンアルファと特異的に反応し，1 mLでインターフェロンアルファ10000単位以上を中和するもの．

抗ウリナスタチンウサギ血清 「ウリナスタチン」でウサギを免疫して得た抗血清で，抗体価が16倍以上のもの．－20℃以下に保存する．

抗ウロキナーゼ血清 タンパク質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中にタンパク質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 μL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

μL，ヒト血清10 μL及びヒト尿10 μL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 $6(Na_2O)\cdot 6(Al_2O_3)\cdot 12(SiO_2)$と$6(K_2O)\cdot 6(Al_2O_3)\cdot 12(SiO_2)$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℃，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 を参照．

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 を参照．

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．

酵素試液，グルカゴン用 α－キモトリプシン2 mgを0.1 mol/L炭酸水素アンモニウム試液1 mLに溶かす．

酵素消化用緩衝液 緩衝液，酵素消化用 を参照．

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 本品の適量をとり，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を，水15 mLに溶かす．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ようの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においがある．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) 凝固性タンパク質 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℃，恒量).

強熱残分 〈2.44〉 15%以下(0.5 g).

窒素含量 〈1.08〉 7.2 ～ 9.5%(乾燥後).

高密度ポリエチレンフィルム 細胞毒性試験用に製造された細胞毒性作用の認められないもの．

五酸化バナジウム 酸化バナジウム(V) を参照．

五酸化バナジウム試液 酸化バナジウム(V)試液 を参照．

五酸化バナジウム試液，希 酸化バナジウム(V)試液，希 を参照．

五酸化リン 酸化リン(V) を参照．

ゴシツ，薄層クロマトグラフィー用 ヒナタイノコズチ *Achyranthes fauriei* H. Léveillé et Vaniot (*Amaranthaceae*)の根を加熱乾燥後粉末としたものである．ただし，次の試験に適合するもの．

確認試験

(1) 本品の細末2 gをとり，水10 mLを加えて10分間振り混ぜた後，1－ブタノール5 mLを加えて10分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ 1 mgをメタノール1 mLに溶かし，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．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(5：1：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，標準溶液では濃い紫みの赤のスポットをR_f値0.35付近に認め，試料溶液では以下と同等のスポットを認める．

R_f値	スポットの色及び形状
0 付近	黒の弱いスポット
0.1 付近	つよい紫みの赤の弱いスポット
0.2 付近	つよい紫みの赤のテーリングした弱いスポット
0.25 付近	濃い紫みの赤の強いスポット
0.35 付近	濃い紫みの赤のリーディングしたスポット
0.45 付近	くすんだ黄の弱いスポット
0.5 付近	灰みの紫みを帯びた赤の弱いスポット
0.75 付近	灰みの赤の弱いスポット
0.9 付近	くすんだ赤の弱いスポット

(2) (1)で得た試料溶液及び標準溶液につき，(1)の方法を準用する．ただし，展開溶媒に1－プロパノール／酢酸エチル／水混液(4：4：3)を用いて試験を行うとき，標準溶液では濃い紫みの赤のスポットをR_f値0.45付近に認め，試料溶液では以下と同等のスポットを認める．

R_f値	スポットの色及び形状
0.25 付近	つよい紫みの赤の弱いスポット
0.25 ～ 0.3 付近	濃い紫みの赤のリーディングしたあるいは2 個の強いスポット
0.35 付近	濃い紫みの赤のスポット
0.4 付近	くすんだ赤の弱いスポット
0.42 付近	暗い赤のスポット
0.45 付近	灰みの赤の弱いスポット
0.65 付近	くすんだ緑みの黄の弱いスポット
0.7 付近	灰みの赤の弱いスポット
0.85 付近	灰みの赤の弱いスポット
0.95 付近	くすんだ黄赤の弱いスポット

ゴシュユ [医薬品各条]

コデインリン酸塩水和物，定量用 $C_{18}H_{21}NO_3\cdot H_3PO_4\cdot \frac{1}{2}H_2O$ [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($C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4) 99.0%以上を含むもの]

コハク酸 $C_4H_6O_4$ 無色～白色の結晶性の粉末である．熱水に極めて溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくい．

融点 〈2.60〉 約185℃

強熱残分 〈2.44〉 0.02%以下(1 g).

含量 99.5%以上． **定量法** 本品約1 gを精密に量り，水50 mLに溶かす．フェノールフタレイン試液5滴を加え，1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈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＝59.05 mg $C_4H_6O_4$

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．

コハク酸シベンゾリン，定量用 シベンゾリンコハク酸塩，定量用 を参照．

コハク酸トコフェロール トコフェロールコハク酸エステルを参照．

コハク酸トコフェロールカルシウム トコフェロールコハク酸エステルカルシウム を参照．

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 を参照．

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 を参照．

コプチシン塩化物，薄層クロマトグラフィー用 $C_{19}H_{14}NO_4Cl$ 橙赤色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい．融点：約260℃(分解).

確認試験 本品の水溶液(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237 ～ 241 nm，264 ～ 268 nm，354 ～ 358 nm及び452 ～ 462 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20 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を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／酢酸アンモニウム溶液(3→10)／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，試料溶液から得たR_f値0.4付近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．

ゴマ油 [医薬品各条]

コリン塩化物 $[(CH_3)_3NCH_2CH_2OH]Cl$ 白色の結晶性の粉末である．

融点 〈2.60〉 303 ～ 305℃(分解).

水分 〈2.48〉 本品1 g中，水分1 mg以下とする．

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℃.

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．次にクロロホルム／アセトン／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．さらに120℃で30分間乾燥後，直ちにリンモリブデン酸*n*水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を均等に噴霧し，120℃で2 ～ 3分間加熱するとき，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℃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 $C_{24}H_{40}O_5$

コール酸ナトリウム水和物 $C_{24}H_{39}O_5Na・H_2O$ 本品は白色の粉末である．

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3400 cm^{-1}，2940 cm^{-1}，1579 cm^{-1}，1408 cm^{-1}及び1082 cm^{-1}付近に吸収を認める．

水分 〈2.48〉 3.5 ～ 5.0%(40 mg，電量滴定法).

含量 換算した脱水物に対し，コール酸ナトリウム($C_{24}H_{39}O_5Na$) 99.0%以上． **定量法** 本品約0.35 gを精密に量り，酢酸(100) 60 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＝43.06 mg $C_{24}H_{39}O_5Na$

コルチゾン酢酸エステル $C_{23}H_{30}O_6$ [医薬品各条]

コレステロール $C_{27}H_{46}O$ [医薬品各条]

コロジオン 本品は，無色澄明の粘性のある液で，ジエチルエーテル様のにおいがある．

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℃で乾燥するとき，その残分は0.250 ～ 0.275 gである．

コンゴーレッド $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$ [K 8352，特級]

コンゴーレッド試液 コンゴーレッド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 サイコサポニンa，定量用 を参照．

サイコサポニンa，定量用 $C_{42}H_{68}O_{13}$ サイコサポニンa，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の定量用1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの．なお，定量用1はデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し用いる．定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる．

1) **定量用1**

吸光度 〈2.24〉 $E_{1\,cm}^{1\%}$(206 nm)：65 ～ 73 (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，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

検出器及びカラムは「サイコ」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：40℃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 μL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：本品及び定量用サイコサポニンb_2 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b_2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20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンaのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

2) **定量用2（qNMR純度規定）**

ピークの単一性 本品1 mgをメタノール2 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20 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，サイコサポニンaのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サイコ」の定量法の条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：206 nm，スペクトル測定範囲：200 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能：試料溶液1 mL及び定量用サイコサポニンd 1 mgをメタノール2 mLに溶かした液1 mLをとり，メタノールを加えて10 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，それらのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.4以下である．

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈*2.21*〉及び〈*5.01*〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 5.70 ppm付近のシグナルの面積強度A(水素数1に相当)を算出する．

サイコサポニンa($C_{42}H_{68}O_{13}$)の量(%)

$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 3.4480$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A

N：Aに由来するシグナルの水素数

P：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.70 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.70 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は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 $C_{42}H_{68}O_{13}$ 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℃(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 μL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0.4付近の主スポッ

ト以外のスポットを認めない．

サイコサポニンa，d混合標準試液，定量用 以下の1)，2)－1，2)－2により調製する．

1) 定量用サイコサポニンa (定量用1)及び定量用サイコサポニンd (定量用1)をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，それぞれ約10 mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に200 mLとし，定量用サイコサポニンa，d混合標準試液とする．

2)－1 定量用サイコサポニンa (定量用2)及び定量用サイコサポニンd (定量用2)それぞれ約10 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500 μLを正確に量り，低圧(真空)で溶媒を留去する．用時，これにメタノール1 mLを正確に加えて定量用サイコサポニンa，d混合標準試液とする．本品はメタノール200 mL中に定量用サイコサポニンa及び定量用サイコサポニンdそれぞれ10 mgを含む．なお，本品は定量用サイコサポニンa及び定量用サイコサポニンdの定量法(定量用2)で求めた含量で補正する．

2)－2 定量用サイコサポニンa (定量用2)及び定量用サイコサポニンd (定量用2)それぞれ約10 mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に200 mLとし，定量用サイコサポニンa，d混合標準試液とする．なお，本品は定量用サイコサポニンa及び定量用サイコサポニンdの定量法(定量用2)で求めた含量で補正する．

サイコサポニンb_2，成分含量測定用 サイコサポニンb_2，定量用 を参照．

サイコサポニンb_2，定量用 $C_{42}H_{68}O_{13}$ サイコサポニンb_2，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の試験に適合するもの．なお，本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

ピークの単一性 本品1 mgを移動相50 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，サイコサポニンb_2のピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

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．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：252 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能は「柴苓湯エキス」の定量法(1)のシステム適合性を準用する．

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 6.20 ppm付近のシグナルの面積強度A(水素数1に相当)を算出する．

サイコサポニンb_2 ($C_{42}H_{68}O_{13}$)の量(%)

$$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 3.4480$$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4-BTMSB-d_4の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A

N：Aに由来するシグナルの水素数

P：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.20 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.20 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

サイコサポニンb_2，薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{68}O_{13}$ 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℃．

確認試験 本品のメタノール溶液(1→50000)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241 ～ 245 nm，250 ～ 254 nm及び259 ～ 263 nmに吸収の極大を示す．

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0.3付近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b_2標準試液，定量用 以下の1)又は 2)により調製する．

1) 定量用サイコサポニンb_2約10 mgを精密に量り，メタノ

ールに溶かし，正確に250 mLとする．この液 500 μLを正確に量り，減圧で溶媒を留去する．用時，これに水／メタノール混液(1：1) 2 mLを正確に加えて定量用サイコサポニンb_2標準試液とする．本品は水／メタノール混液(1：1) 1000 mL中に定量用サイコサポニンb_2 10 mgを含む．なお，本品は定量用サイコサポニンb_2の定量法で求めた含量で補正する．

2) 定量用サイコサポニンb_2約10 mgを精密に量り，メタノール50 mLに溶かし，水を加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100 mLとし，定量用サイコサポニンb_2標準試液とする．なお，本品は定量用サイコサポニンb_2の定量法で求めた含量で補正する．

サイコサポニンd，成分含量測定用 サイコサポニンd，定量用 を参照．

サイコサポニンd，定量用 $C_{42}H_{68}O_{13}$ 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℃．ただし，以下の定量用1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの．なお，定量用1はデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し用いる．定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる．

1) **定量用1**

吸光度 〈2.24〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(206 nm)：66 ～ 74 (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0.4付近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，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

検出器及びカラムは「サイコ」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：40℃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：本品及び定量用サイコサポニン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，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンdのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

2) **定量用2 (qNMR純度規定)**

ピークの単一性 本品1 mgをメタノール2 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20 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，サイコサポニンdのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サイコ」の定量法の条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：206 nm，スペクトル測定範囲：200 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能：試料溶液1 mL及び定量用サイコサポニンa 1 mgをメタノール2 mLに溶かした液1 mLをとり，メタノールを加えて10 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，それらのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.4以下である．

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 5.70 ppm付近のシグナルの面積強度A(水素数1に相当)を算出する．

サイコサポニンd($C_{42}H_{68}O_{13}$)の量(%)

$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 3.4480$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A

N：Aに由来するシグナルの水素数

P：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置
測定対象とする核：^{1}H
デジタル分解能：0.25 Hz以下
観測スペクトル幅：−5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上
スピニング：オフ
パルス角：90°
^{13}C核デカップリング：あり
遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
積算回数：8回以上
ダミースキャン：2回以上
測定温度：20 ～ 30℃の一定温度
システム適合性
検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.70 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．
システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.70 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．
システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は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，サイコ定量用　を参照．

サイコ定量用リン酸塩緩衝液　リン酸塩緩衝液，サイコ定量用を参照．

SYBR Green含有PCR 2倍反応液　PCR 2倍反応液，SYBR Green含有　を参照．

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 ～ 4×10^{5} cells/mLに細胞濃度を調整する．

細胞毒性試験用リン酸塩緩衝液　リン酸塩緩衝液，細胞毒性試験用　を参照．

酢酸　酢酸(31)　を参照．

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　CH_3COOH　[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)　を参照．

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，2 mol/L　酢酸(100) 12 gに水を加えて100 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・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 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，1 mol/L，pH 6.0　酢酸ナトリウム試液に希酢酸を加えてpH 6.0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 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 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 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・酢酸ナトリウム試液，pH 7.0　酢酸ナトリウム三水和物4.53 gを水に溶かし100 mLとし，薄めた酢酸(100)

(1→50)を加えてpH 7.0に調整する．

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．

酢酸亜鉛 酢酸亜鉛二水和物 を参照．

酢酸亜鉛二水和物 $Zn(CH_3COO)_2・2H_2O$ [K 8356，特級]

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，緩やかにかき混ぜた後，室温まで冷やす．アンモニア水(28)を加えてpH 6.4に調整した後，水を加えて1000 mLとする．

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 を参照．

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，0.02 mol/L，pH 6.0 塩化ナトリウム1.76 gをpH 6.0の1 mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液4 mL及び水に溶かし，200 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 4.0，0.05 mol/L 酢酸(100) 3.0 mLに水900 mLを加える．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．

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 を参照．

酢酸カドミウム二水和物 $Cd(CH_3COO)_2・2H_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1） 本品0.2 gを水20 mLに溶かし，試料溶液とする．この液10 mLに塩化鉄(Ⅲ)試液2 mLを加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2） (1)の試料溶液10 mLに硫化ナトリウム試液1 mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

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)．

酢酸カルシウム一水和物 $(CH_3COO)_2Ca・H_2O$ [K 8364，特級]

酢酸コルチゾン コルチゾン酢酸エステル を参照．

酢酸水銀(Ⅱ) $Hg(CH_3COO)_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1） 本品1 gを薄めた硝酸(1→7) 1 mLに溶かし，水20 mLを加えて，試料溶液とする．この液10 mLに塩化鉄(Ⅲ)試液0.8 mLを加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2） (1)の試料溶液10 mLにヨウ化カリウム試液2 mLを加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

貯法 遮光した気密容器．

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 セミカルバジド塩酸塩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℃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) を参照．

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 を参照．

酢酸第二銅 酢酸銅(Ⅱ)一水和物 を参照．

酢酸第二銅試液，強 酢酸銅(Ⅱ)試液，強 を参照．

酢酸銅(Ⅱ)一水和物 $Cu(CH_3COO)_2・H_2O$ 青緑色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1） 本品1 gを薄めた硫酸(1→2) 10 mLに溶かした液を加熱するとき，酢酸のにおいを発する．

（2） 本品0.1 gを水20 mLに溶かし，アンモニア水(28) 3 mLを加えるとき，液は濃青色を呈する．

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 トコフェロール酢酸エステル を参照．

酢酸ナトリウム 酢酸ナトリウム三水和物 を参照．

酢酸ナトリウム，無水 CH_3COONa [K 8372，酢酸ナトリウム，特級]

酢酸ナトリウム三水和物 $CH_3COONa・3H_2O$ [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．

酢酸鉛 酢酸鉛(Ⅱ)三水和物 を参照．

酢酸鉛試液 酢酸鉛(Ⅱ)試液 を参照．

酢酸鉛(Ⅱ)三水和物 $Pb(CH_3COO)_2・3H_2O$ [K 8374，特級]

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に溶かし，100 mLとする(0.25 mol/L)．

貯法 密栓して保存する．

酢酸ヒドロキソコバラミン ヒドロキソコバラミン酢酸塩 を参照．

酢酸ヒドロコルチゾン ヒドロコルチゾン酢酸エステル を参照．

酢酸ビニル $C_4H_6O_2$ 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．

酢酸ブチル $CH_3COOCH_2CH_2CH_2CH_3$ [K 8377，特級]

酢酸*n*－ブチル 酢酸ブチル を参照.

酢酸プレドニゾロン プレドニゾロン酢酸エステル を参照.

酢酸メチル CH_3COOCH_3 [K 8382，特級]

酢酸3－メチルブチル $CH_3COOCH_2CH_2CH(CH_3)_2$ 無色澄明の液である．沸点：約140℃.

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.868 ～ 0.879

貯法 遮光した気密容器.

酢酸リチウム二水和物 $CH_3COOLi \cdot 2H_2O$ 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℃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 $CH_3COOLi \cdot 2H_2O$

サケ精子DNA サケ精子あるいはサケ精巣より抽出された核画分を超音波処理し，乾燥したもの.

サーモリシン タンパク質1 mg中に50 ～ 100単位の活性を有したもの.

由来：Bacillus thermoproteolyticus rokko

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 $C_7H_7NO_2$ 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極めて溶けやすく，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℃

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 $C_7H_7NO_2$

サリチルアルダジン $C_{14}H_{12}N_2O_2$ 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℃

純度試験 類縁物質 本品90 mg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 HOC_6H_4CHO [K 8390，特級]

サリチル酸 HOC_6H_4COOH [K 8392，特級]

サリチル酸，定量用 HOC_6H_4COOH [K 8392，サリチル酸，特級]

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.

サリチル酸イソブチル $C_{11}H_{14}O_3$ 無色澄明の液で，特異なにおいがある.

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.506 ～ 1.511

比重〈2.56〉 d_4^{20}：1.068 ～ 1.073

沸点〈2.57〉 260 ～ 262℃

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 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塡する.

カラム温度：220℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分約20 mL

検出感度：本品1 μL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→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→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 HOC_6H_4COONa [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 $C_8H_8O_3$ [医薬品各条]

サルササポゲニン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{27}H_{44}O_3$
本品は白色又は僅かに灰色を帯びた白色の結晶性の粉末又は粉末で，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．
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2930 cm^{-1}，1448 cm^{-1}，1173 cm^{-1}，985 cm^{-1}及び850 cm^{-1}付近に吸収を認める．
純度試験 類縁物質 本品1 mgをメタノール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，メタノールを加えて正確に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5 μLにつき，「チモ」の確認試験(2)を準用して試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値0.4付近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．
ザルトプロフェン $C_{17}H_{14}O_3S$ [医薬品各条]
ザルトプロフェン，定量用 $C_{17}H_{14}O_3S$ [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($C_{17}H_{14}O_3S$) 99.5%以上を含むもの]
サルポグレラート塩酸塩 $C_{24}H_{31}NO_6$・HCl [医薬品各条]
三塩化アンチモン 塩化アンチモン(Ⅲ) を参照．
三塩化アンチモン試液 塩化アンチモン(Ⅲ)試液 を参照．
三塩化チタン 塩化チタン(Ⅲ) (20) を参照．
三塩化チタン試液 塩化チタン(Ⅲ)試液 を参照．
三塩化チタン・硫酸試液 塩化チタン(Ⅲ)・硫酸試液 を参照．
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℃ 融点：約2000℃．
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→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，時々緩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→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 帯橙黄色～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 $CH_3COCH=C(CH_3)_2$
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_{20}^{20}：0.850 ～ 0.860
酸化モリブデン(Ⅵ) 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(Ⅵ)・クエン酸試液 酸化モリブデン(Ⅵ) 54 g及び水酸化ナリトウム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→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℃，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) を参照．
三酸化クロム試液 酸化クロム(Ⅵ)試液 を参照．
三酸化ナトリウムビスマス $NaBiO_3$ 黄褐色の粉末である．
確認試験
(1) 本品10 mgをとり，硝酸マンガン(Ⅱ)六水和物溶液(4→125) 5 mL及び薄めた硝酸(1→3) 1 mLを加えて10秒間激しく振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．
(2) 本品10 mgをとり，薄めた塩酸(1→2) 2 mLに溶かした液は，ナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．
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 を参照．
三酸化ヒ素試液 三酸化二ヒ素試液 を参照．
三酸化モリブデン 酸化モリブデン(Ⅵ) を参照．
三酸化モリブデン・クエン酸試液 酸化モリブデン(Ⅵ)・クエン酸試液 を参照．
32D clone3細胞 マウス骨髄由来32D細胞株をG－CSF存在下で培養し，クローニングした株．
サンショウ [医薬品各条]
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用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用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　を参照．

酸性塩化カリウム試液　塩化カリウム試液，酸性　を参照．

酸性塩化スズ(Ⅱ)試液　塩化スズ(Ⅱ)試液，酸性　を参照．

酸性塩化第一スズ試液　塩化スズ(Ⅱ)試液，酸性　を参照．

酸性塩化第二鉄試液　塩化鉄(Ⅲ)試液，酸性　を参照．

酸性塩化鉄(Ⅲ)試液　塩化鉄(Ⅲ)試液，酸性　を参照．

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　を参照．

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℃，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，蓋を除いて比重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　を参照．

酸素　O_2　[K 1101]

酸素スパンガス，定量用　耐圧密封容器詰めの酸素99.7 vol%以上のもの．

酸素ゼロガス，定量用　耐圧密封容器詰めの窒素又はアルゴン99.99 vol%以上のもの，あるいは測定を行う範囲の最小目盛の酸素を含む耐圧密封容器詰めの窒素又はアルゴン98 ～ 99 vol%のもの．

酸素比較ガス，定量用　耐圧密封容器詰めの酸素99.99 vol%以上のもの．

サントニン　$C_{15}H_{18}O_3$　[医薬品各条]

サントニン，定量用　$C_{15}H_{18}O_3$　[医薬品各条，「サントニン」ただし，定量するとき，サントニン($C_{15}H_{18}O_3$) 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　を参照．

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　を参照．

三フッ化ホウ素　BF_3　無色の気体で，刺激臭がある．

沸点〈*2.57*〉　−100.3℃

融点〈*2.60*〉　−127.1℃

三フッ化ホウ素・メタノール試液　三フッ化ホウ素(BF_3：67.81)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　を参照．

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，10%　次亜塩素酸ナトリウム(NaClO：74.44)が10%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　$CH_3COCOCH_3$　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℃

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.390 ～ 1.398

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.98 ～ 1.00

沸点〈*2.57*〉　85 ～ 91℃

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：ブ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 $C_4H_6O_2$

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．

ジアゼパム，定量用　$C_{16}H_{13}ClN_2O$　[医薬品各条，「ジアゼパム」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$) 99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品50 mgを水10 mL及びメタノールに溶かし100 mLとし，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とする．この液2 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，試料溶液のジアゼパム以外のピークの面積は，標準溶液のジアゼパム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「ジアゼパム錠」の定量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ジアゼパムの保持時間の約4.5倍の範囲

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，ジアゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

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，ジアゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

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，氷冷した後，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分間氷冷した後，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 を参照．

ジアゾベンゼンスルホン酸試液 105℃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，氷冷しながら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℃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．この液を氷冷し，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 $NH_2C(NH)NHCN$ 白色の結晶性の粉末で，水に溶けやすい．

融点〈2.60〉 209 ～ 212℃

乾燥減量〈2.41〉 0.1%以下(1 g，105℃，3時間)．

窒素含量〈1.08〉 66.0 ～ 67.3%(乾燥後)．

シアノコバラミン $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$ [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．

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 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．

シアノプロピルメチルフェニルシリコーン，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．

2,3－ジアミノナフタリン $C_{10}H_{10}N_2$ 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℃

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．これらの液に塩化ヒドロキシルアンモニウム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，ビーカーを水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40 mg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．

2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩 $C_6H_8N_2O \cdot 2HCl$ 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，液は澄明又は僅かに混濁する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1 g，105℃，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＝9.853 mg $C_6H_8N_2O \cdot 2HCl$

2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩試液 2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩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．

3,3′－ジアミノベンジジン四塩酸塩 $C_{12}H_{14}N_4 \cdot 4HCl$ 白色～帯黄褐色の針状の結晶で，水に溶ける．

次亜リン酸 ホスフィン酸 を参照．

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 $C_3H_3NO_2$ 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 $C_3H_3NO_2$

シアン酢酸エチル $NCCH_2COOC_2H_5$ 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．

ジイソプロピルアミン $[(CH_3)_2CH]_2NH$ 無色澄明の液で，アミン様の特異なにおいがある．水又はエタノール(95)と混和する．水溶液はアルカリ性である．

屈折率 〈2.45〉 n_D^{20}：1.391 ～ 1.394

比重 〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.715 ～ 0.722

ジェサコニチン，純度試験用 $C_{35}H_{49}NO_{12}$ 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〉 $E_{1\,cm}^{1\%}$(258 nm)：270 ～ 291 (5 mg，エタノール(99.5)，200 mL).

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，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(3)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：溶媒のピークの後から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 μLから得たジェサコニチンのピーク面積が，標準溶液10 μL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：本品1 mg及び純度試験用アコニチン，純度試験用ヒパコニチン並びに純度試験用メサコニチンそれぞれ5 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，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).

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℃

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 $(C_2H_5)_2NH$ 無色澄明の液で，アミン様の特異なにおいがある．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^{10}：0.702 ～ 0.708

蒸留試験 〈2.57〉 54 ～ 58℃，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 $C_2H_5OC_2H_5$ [K 8103，ジエチルエーテル，特級] ただし，ジエチルエーテル300.0 mLを量り，減圧，40℃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ンに溶かし，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とする．さらにこの液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 μL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

面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈5.01〉の4.純度試験4.3.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γ－BHC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) 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．

ジエチルエーテル，無水 $C_2H_5OC_2H_5$ [K 8103，ジエチルエーテル，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 $[(C_2H_5)_2NCSS]_2Zn$ 白色～薄い黄色の粉末である．融点：177 ～ 182℃．

含量 94.0 ～ 108.0%． **定量法** 本品0.8 gを精密に量り，水50 mL及び薄めた塩酸(1→3) 15 mLを加えた後，煮沸して溶かす．冷後，pH 10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液40 mL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滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT試液0.1 mL)．ただし，滴定の終点は液の色が赤から青に変わるときとする．

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
＝ 36.19 mg $[(C_2H_5)_2NCSS]_2Zn$

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 を参照．

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 を参照．

***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 を参照．

***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** $C_{18}H_{24}N_2O_4$ 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ュウ酸塩試液** *N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩1 gを水に溶かし，1000 mLとする．

***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** *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1 gをアセトン／水混液(1：1) 100 mLに溶かす．用時製する．

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℃，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℃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 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．

四塩化炭素 CCl_4 [K 8459，特級]

ジオキサン 1,4－ジオキサン を参照．

1,4－ジオキサン $C_4H_8O_2$ [K 8461，特級]

ジギトニン $C_{56}H_{92}O_{29}$ 白色～類白色の結晶又は結晶性の粉末である．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－47 ～ －50° [105℃で2時間乾燥したもの2 g，薄めた酢酸(100) (3→4)，50 mL，100 mm]．

鋭敏度 本品0.5 gをとり，エタノール(95) 20 mLに加温して溶かし，更にエタノール(95)を加えて50 mLとする．この液0.5 mLにコレステロールのエタノール(95)溶液(1→5000) 10 mLを加え，10℃に冷却し，時々激しく振り混ぜながら30分間放置するとき，沈殿を生じる．

シクロスポリンU $C_{81}H_{109}N_{11}O_{12}$ 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)．

ジクロフェナクナトリウム $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ [医薬品各条]

ジクロフェナクナトリウム，定量用 $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ [医薬品各条，「ジクロフェナクナトリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジクロフェナクナトリウム($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$) 99.0%以上を含むもの]

シクロブタンカルボン酸 $C_5H_8O_2$ 無色澄明の液である．凝固点：－7.5℃．

1,1－シクロブタンジカルボン酸 $C_6H_8O_4$ 白色の結晶である．

融点〈2.60〉 159 ～ 163℃

純度試験 類縁物質 本品20 mgを「カルボプラチン」の純度試験(1)の移動相100 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液25 μLにつき，「カルボプラチン」の純度試験(1)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，1,1－シクロブタンジカルボン酸以外のピークの合計量は2%以下である．ただし，面積測定範囲は溶媒のピークの後から1,1－シクロブタンジカルボン酸の保持時間の約2倍の範囲とする．

含量 99.0%以上． **定量法** 本品約30 mg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)．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＝7.207 mg $C_6H_8O_4$

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様の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 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 $C_7H_{14}O$ 僅かに樟脳の匂いがある液で，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℃

シクロホスファミド水和物，定量用 $C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$ [医薬品各条，「シクロホスファミド水和物」ただし，定量するとき，シクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$) 99.0%以上を含むもの]

1,2－ジクロルエタン 1,2－ジクロロエタン を参照．

2,6－ジクロル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 を参照．

2,6－ジクロル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 を参照．

2,6－ジクロル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 を参照．

ジクロルフルオレセイン ジクロロフルオレセイン を参照．

ジクロルフルオレセイン試液 ジクロロフルオレセイン試液 を参照．

ジクロルメタン ジクロロメタン を参照．

3,4－ジクロロアニリン $C_6H_5Cl_2N$ 白色～褐色の固体である．

融点 〈2.60〉 69 ～ 75℃

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]

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」 を参照．

2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液 2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物溶液(1→20)とpH 7.0の酢酸・酢酸ナトリウム試液を用時，等容量混和する．

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 $C_6H_4Cl_2O$ 白色～帯紫白色の結晶である．

融点 〈2.60〉 65 ～ 67℃

ジクロロフルオレセイン $C_{20}H_{10}Cl_2O_5$ 橙色～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，液は橙赤色となり，これに希塩酸10 mLを加えて酸性にするとき，赤橙色の沈殿を生じる．

（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℃

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℃)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 $C_{24}H_{32}O_7$ 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℃

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 μL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0.4付近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℃

融点 〈2.60〉 約4℃

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，においはない．

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 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(4) (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(4) (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 μL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** $C_{13}H_{22}N_2$ 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℃

***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 を参照．

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．

ジスチグミン臭化物，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]

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 $C_3H_7NO_5S$ 白色の粉末．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋7.5 ～ ＋9.0° (1.5 g，水，20 mL，100 mm)．

融点〈2.60〉 約260℃

システム適合性試験用試液，フィルグラスチム用 「フィルグラスチム(遺伝子組換え)」にチャージアイソマー約2%を含むもの．

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 を参照．

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 を参照．

ジチオジグリコール酸 $C_4H_6O_4S_2$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

ジチオジプロピオン酸 $C_6H_{10}O_4S_2$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

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℃

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．

純度試験 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：ブ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水酸化ナトリウム液1 mL
＝21.63 mg $C_{18}H_{28}N_2O_6S_2$

1,3－ジチオラン－2－イリデンマロン酸ジイソプロピル $C_{12}H_{18}O_4S_2$ 白色の結晶である．

確認試験 本品のメタノール溶液(1→125000)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304 ～ 308 nmに吸収の極大を示す．

融点〈2.60〉 54 ～ 57℃

ジチゾン $C_6H_5NHNHCSN : NC_6H_5$ [K 8490，特級]

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．

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，保存する．用時，この液の必要量をとり，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．

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〉 $E_{1\,cm}^{1\%}$(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 $C_{21}H_{28}O_2$ [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($C_{21}H_{28}O_2$) 99.0%以上を含むもの]

2,2′－ジナフチルエーテル $C_{20}H_{14}O$ 白色の結晶である．

融点〈2.60〉 102 ～ 107℃

2,4－ジニトロクロルベンゼン 1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン を参照．

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・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・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℃

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 を参照.

1,2－ジニトロベンゼン $C_6H_4(NO_2)_2$ 帯黄白色～帯褐黄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〉のペースト法により測定するとき，波数3100 cm^{-1}，1585 cm^{-1}, 1526 cm^{-1}, 1352 cm^{-1}及び793 cm^{-1}付近に吸収を認める.

融点〈2.60〉 116 ～ 119℃

1,3－ジニトロベンゼン $C_6H_4(NO_2)_2$ 淡黄色～帯赤黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点〈2.60〉 88 ～ 92℃

貯法 遮光した気密容器.

***m*－ジニトロベンゼン** 1,3－ジニトロベンゼン を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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_{20}^{20}：0.920 ～ 0.930

純度試験 類縁物質 本品0.10 gをヘキサン25 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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．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，シネオール以外のピークの合計量は1.0%以下である.

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，「ユーカリ油」の定量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シネオールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：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 μL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.

シノキサシン，定量用 $C_{12}H_{10}N_2O_5$ [医薬品各条，「シノキサシン」ただし，乾燥したものを定量するとき，シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$) 99.0%以上を含むもの]

シノブファギン，成分含量測定用 シノブファギン，定量用 を参照.

シノブファギン，定量用 $C_{26}H_{34}O_6$ 白色の結晶性の粉末で，においはない.

吸光度〈2.24〉 $E_{1\,cm}^{1\%}$(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，以下定量用ブ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 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．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ブファギンの量を求める.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(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 μm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塡する.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：シノブファギンの保持時間が約7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シノブファギンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

.

検出の確認：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 μLから得たシノブ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 μLから得たシノブ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.

システムの性能：本品，定量用ブファリン及び定量用レジブフォゲニン10 mgずつをメタノールに溶かして200 mLとする．この液20 μL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，それぞれの分離度は1.5以上である

シノメニン，定量用 $C_{19}H_{23}NO_4$ シノメニン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の定量用1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの．なお，定量用1はデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し用いる．定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる.

1) **定量用1**

確認試験 本品のメタノール溶液(1→25000)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259 ～ 263 nmに吸収の極大を示す.

純度試験 類縁物質 本品5 mgを水／アセトニトリル混液(7：3) 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／アセトニトリル混液(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，試料溶液のシノメニン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシノメニ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「防已黄耆湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する．
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：261 nm)
面積測定範囲：溶媒のピークの後からシノメニンの保持時間の約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，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たシノメニンのピーク面積が，標準溶液のシノメニンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シノメニ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5000段以上，1.5以下である．
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，シノメニンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

2) **定量用2 (qNMR純度規定)**

ピークの単一性 本品5 mgを水／アセトニトリル混液(7：3) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，シノメニンのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．
試験条件
カラム，カラム温度，移動相及び流量は「防已黄耆湯エキス」の定量法(1)の条件を準用する．
検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：261 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)
システム適合性
システムの性能：試料溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シノメニ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5000段以上，1.5以下である．

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化アセトン1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 5.42 ppm付近のシグナルの面積強度A (水素数1に相当)を算出する．

シノメニン($C_{19}H_{23}NO_4$)の量(%)
$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.4543$

M：本品の秤取量(mg)
M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)
I：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A
N：Aに由来するシグナルの水素数
P：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)
試験条件
装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置
測定対象とする核：^{1}H
デジタル分解能：0.25 Hz以下
観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上
スピニング：オフ
パルス角：90°
^{13}C核デカップリング：あり
遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
積算回数：8回以上
ダミースキャン：2回以上
測定温度：20 ～ 30℃の一定温度
システム適合性
検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.42 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．
システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.42 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．
システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

シノメニン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{19}H_{23}NO_4$ 白色又は微褐色の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，水に極めて溶けにくい．
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2830 cm^{-1}，1687 cm^{-1}，1630 cm^{-1}，1441 cm^{-1}及び1279 cm^{-1}付近に吸収を認める．
純度試験 類縁物質 本品5 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につき，「防已黄耆湯エキス」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0.2付近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．

ジピコリン酸 $C_7H_5NO_4$ 白色の粉末である．
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2630 cm^{-1}，1701 cm^{-1}，1576 cm^{-1}，1416 cm^{-1}，1300 cm^{-1}及び1267 cm^{-1}付近に吸収を認める．
純度試験 溶状 本品0.5 gをエタノール(99.5) 20 mLに加温して溶かした液は，冷却するとき無色澄明である．
含量 98.0%以上． **定量法** 本品約0.1 gを精密に量り，エタノール(99.5) 25 mLを加え，加温して溶かし，冷後，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2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＝8.356 mg $C_7H_5NO_4$

ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩，薄層クロマトグラフィー用 $C_{35}H_{41}N_5O_5・CH_4O_3S$ 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℃(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 μLにつき，「ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩」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．

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．

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℃

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製する．

ジヒドロコデインリン酸塩，定量用 $C_{18}H_{23}NO_3・H_3PO_4$ [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($C_{18}H_{23}NO_3・H_3PO_4$) 99.0%以上を含むもの]

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℃(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．

1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{10}H_{12}N_2O_4$ 白色の粉末である．

純度試験 本品0.1 gをメタノール100 mLに溶かした液につき，「ジドブジン」の純度試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.23の主スポット以外のスポットを認めない．

α，α′－ジピリジル 2,2′－ビピリジル を参照．

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℃

水分〈2.48〉 本品1 g中，水分は1 mg以下とする．

ジフェニドール塩酸塩 $C_{21}H_{27}NO・HCl$ [医薬品各条]

ジフェニル $C_{12}H_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．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℃

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填する．

カラム温度：180℃付近の一定温度

キャリヤーガス：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・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・氷酢酸試液 ジフェニルアミン・酢酸試液を参照．

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℃

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℃

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(0.5 g，105℃，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)．

0.1 mol/L過塩素酸1 mL＝22.03 mg $C_{15}H_{12}N_2$

ジフェニルエーテル $C_{12}H_{10}O$ ゼラニウムようの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_{25}^{25}：1.072 ～ 1.075

沸点〈2.57〉 254 ～ 259℃

融点〈2.60〉 28℃

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参照．

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 を参照．

ジフェニルカルバゾン $C_6H_5N_2CON_2H_2C_6H_5$ 帯黄赤色の結

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1708 cm^{-1}，1602 cm^{-1}，1497 cm^{-1}，1124 cm^{-1}，986 cm^{-1}，748 cm^{-1}及び692 cm^{-1}付近に吸収を認める．

貯法 遮光した気密容器．

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 $C_{13}H_{14}N_4O$ [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．

ジフェニルスルホン，定量用 $C_{12}H_{10}O_2S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，ジメチルスルホキシドに溶ける．

本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

確認試験 本品につき，定量法を準用するとき，δ 7.65 ppm付近に三重線様の4水素分のシグナル，δ 7.73 ppm付近に三重線様の2水素分のシグナル，δ 7.99 ppm付近に二重線様の4水素分のシグナルを示す．

ピークの単一性 本品10 mgをメタノール100 mLに溶かす．この液10 mLにメタノールを加えて100 mLとし，試料溶液とする．試料溶液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，ジフェニルスルホンのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ソヨウ」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：234 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能は「ソヨウ」の定量法のシステム適合性を準用する．

ただし，ジフェニルスルホン($C_{12}H_{10}O_2S$)の量(%)が99.5 ～ 100.5%に入るものは，ピークの単一性は不要とする．

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6 1 mgをそれぞれ精密に量り，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2 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－dをqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 7.64 ～ 7.74 ppm及びδ 7.98 ～ 8.01 ppm付近のシグナルの面積強度A_1(水素数6に相当)及びA_2(水素数4に相当)を算出する．

ジフェニルスルホン($C_{12}H_{10}O_2S$)の量(%)

$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 0.9729$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6のシグナルの面積強度を9.000としたときの各シグナルの面積強度A_1及びA_2の和

N：A_1及びA_2に由来する各シグナルの水素数の和

P：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 7.64 ～ 7.74 ppm及びδ 7.98 ～ 8.01 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 7.64 ～ 7.74 ppm及びδ 7.98 ～ 8.01 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度比(A_1／6)／(A_2／4)は，0.99～1.01である．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度A_1又はA_2のqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{25}N \cdot HCl$ ジフェニドール塩酸塩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．クロロホルム抽出液を合わせ，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〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(250 nm)：386 ～ 446 (10 mg，水，1000 mL)．

融点〈2.60〉 176 ～ 180℃

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＝16.39 mg $C_{21}H_{25}N \cdot HCl$

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，僅かに芳香がある．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．

ジフェンヒドラミン $C_{17}H_{21}NO$ [医薬品各条]

ジブカイン塩酸塩 $C_{20}H_{29}N_3O_2 \cdot HCl$ [医薬品各条]

ジブチルアミン $C_8H_{19}N$ 無色澄明な液である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.415 ～ 1.419

密度〈2.56〉 (20℃) 0.756 ～ 0.761 g/mL

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℃

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 $[(C_4H_9)_2NCSS]_2Zn$ 白色の粉末である．融点：106 ～ 110℃．

含量 95.0%以上． **定量法** 本品1.0 gを精密に量り，水10 mL及び塩酸5 mLを加えて溶かした後，加熱板上で蒸発乾固する．残留物に薄めた塩酸(1→3) 15 mLを加えて加温して溶かし，水50 mL及びpH 10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液40 mL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滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT試液0.1 mL)．ただし，滴定の終点は液の色が赤から青に変わるときとする．

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
＝47.41 mg $[(C_4H_9)_2NCSS]_2Zn$

4,4′-ジフルオロベンゾフェノン $C_{13}H_8F_2O$ 白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 106 ～ 109℃

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℃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-ジブロムキノンクロルイミド 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン を参照．

2,6-ジブロムキノンクロルイミド試液 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 を参照．

2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン $C_6H_2Br_2ClNO$ [K 8491，2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノンモノイミン，特級]

2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノンモノイミン 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン を参照．

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0.5 gをメタノールに溶かし，100 mLとする．

2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-*p*-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 を参照．

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 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン0.2 gをメタノールに溶かし，100 mLとする．

2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノンモノイミン試液，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，希 を参照．

ジベカシン硫酸塩 $C_{18}H_{37}N_5O_8 \cdot xH_2SO_4$ [医薬品各条]

シベレスタットナトリウム水和物 $C_{20}H_{21}N_2NaO_7S \cdot 4H_2O$ [医薬品各条]

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℃

純度試験 類縁物質 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 μLにつき，「注射用ビンブラスチン硫酸塩」の定量法の条件を準用し，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 μL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．

***N,N′*-ジベンジルエチレンジアミン二酢酸塩** $C_{16}H_{20}N_2 \cdot 2C_2H_4O_2$ 白色～僅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，比較液とする．試料溶液及び比較液20 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，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 μm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塡する．
カラム温度：40℃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 μL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 μL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．

ジベンズ[*a,h*]アントラセン $C_{22}H_{14}$ ごく薄い黄色～緑黄色の結晶性の粉末又は粉末である．水，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．融点：265 ～ 270℃．
確認試験 本品につき，純度試験を準用して試験を行うとき，主ピークのマススペクトルに，分子イオンピーク(*m/z* 278)及びフラグメントイオンピーク(*m/z* 139)を認める．
純度試験 類縁物質 本品3.0 mgをメタノールに溶かし，100 mLとし，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それらの量を求めるとき，ジベンズ[*a,h*]アントラセン以外のピークの合計量は7.0%以下である．
試験条件
検出器：質量分析計(EI)
走査質量範囲：15.00 ～ 300.00
測定時間：12 ～ 30分
カラム：内径0.25 mm，長さ30 mの石英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0.25 μm ～ 0.5 μmで被覆する．
カラム温度：45℃付近の一定温度で注入し，毎分40℃で240℃まで昇温し，240℃を5分間保持した後，毎分4℃で300℃まで昇温し，次いで毎分10℃で320℃まで昇温し，320℃を3分間保持する．
注入口温度：250℃付近の一定温度
インターフェース温度：300℃付近の一定温度
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：ジベンズ[*a,h*]アントラセンの保持時間が約27分になるように調整する．
スプリットレス
システム適合性
検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 mLとする．この液1 μLから得たジベンズ[*a,h*]アントラセンのピーク面積が，試料溶液のジベンズ[*a,h*]アントラセンのピーク面積の5 ～ 15%になることを確認する．

シベンゾリンコハク酸塩，定量用 $C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$ [医薬品各条，「シベンゾリンコハク酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$) 99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]
純度試験 類縁物質 本品0.10 g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とする．さらに，この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 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(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／メタノール／アンモニア水(28)混液(20：3：2)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾し，80℃で30分間乾燥する．冷後，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．また，この薄層板をヨウ素蒸気で飽和した密閉容器中に30分間放置するとき，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．

脂肪酸メチルエステル混合試液 「ポリソルベート80」の組成に対応するガスクロマトグラフィー用ミリスチン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用パルミトレイン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用オレイン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用リノール酸メチル及びガスクロマトグラフィー用リノレン酸メチルの混合物0.50 gを量り，ヘプタンに溶かし50.0 mL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．
比重〈2.56〉 0.938 ～ 0.945 (第3法)．
沸点〈2.57〉 163 ～ 165℃
純度試験 本品3 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 μmで被覆する．

カラム温度：70℃付近の一定温度で注入し，1分間保った後，200℃になるまで毎分10℃の割合で昇温し，200℃付近の一定温度で3分間保つ．
キャリヤーガス：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 μL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 μL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．

水分 〈*2.48*〉 0.2%以下(0.1 g，電量滴定法)．

ジメチルアニリン *N,N*−ジメチルアニリン を参照．

2,6−ジメチルアニリン $C_8H_{11}N$ 澄明な液体である．エタノール(95)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．比重 d_{20}^{20}：約0.98．

***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℃，95 vol%以上．

(ジメチルアミノ)アゾベンゼンスルホニルクロリド $C_{14}H_{14}ClN_3O_2S$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

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 類縁物質 本品の水溶液(1→2000) 5 μL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 $C_{11}H_{13}NO$ 橙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℃

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℃，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%(乾燥後)．

***p*−ジメチルアミノシンナムアルデヒド** 4−ジメチルアミノシンナムアルデヒド を参照．

4−ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 4−ジメチルアミノシン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 を参照．

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℃

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 を参照．

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20 mg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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

***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 を参照．

***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 を参照．

***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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

4−ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸・酢酸試液 4−ジメチルアミノベンズアルデヒド8 gを酢酸(100)／塩酸混液(19：1) 50 mLに溶かす．用時製する．

ジメチルアミン $(CH_3)_2NH$ 無色澄明の液で，アミン様の特異なにおいがある．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_{20}^{20}：0.85 ～ 0.93

含量 38.0 ～ 45.0%． **定量法** 本品約1 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 C_2H_7N

***N,N*－ジメチル－*n*－オクチルアミン** $C_{10}H_{23}N$ 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 $C_4H_8N_2O_2$ [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 $(CH_3)_2SO$ [K 9702，特級]

ジメチルスルホキシド，吸収スペクトル用 $(CH_3)_2SO$ 無色の結晶又は無色澄明の液で，特異なにおいがある．吸湿性が強い．
凝固点〈2.42〉 18.3℃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．

3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物 $C_{18}H_{16}BrN_5S$ 黄色の結晶．融点：約195℃(分解)．

3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物試液 3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物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．

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 $C_{17}H_{16}N_2O_5$ 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．ごく薄い青色の結晶で，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℃
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 $C_{17}H_{16}N_2O_5$

***N,N*－ジメチル－*p*－フェニレンジアンモニウム二塩酸塩** $H_2NC_6H_4N(CH_3)_2 \cdot 2HCl$ [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．

ジメチルホルムアミド *N,N*－ジメチルホルムアミド を参照．

***N,N*－ジメチルホルムアミド** $HCON(CH_3)_2$ [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** $HCON(CH_3)_2$ [K 8500，*N,N*－ジメチルホルムアミド，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．

ジメトキシメタン $C_3H_8O_2$ 無色澄明の揮発性を有する液体で，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．

ジメドン $C_8H_{12}O_2$ 白色～微黄色の結晶性の粉末である．
融点〈2.60〉 145 ～ 149℃

ジメンヒドリナート，定量用 $C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$ [医薬品各条，「ジメンヒドリナート」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$) 53.8 ～ 54.9%及び8－クロロテオフィリン($C_7H_7ClN_4O_2$) 45.2 ～ 46.1%を含むもの]

ジモルホラミン，定量用 $C_{20}H_{38}N_4O_4$ [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($C_{20}H_{38}N_4O_4$) 99.0%以上を含むもの]

シャゼンシ，薄層クロマトグラフィー用 医薬品各条，「シャゼンシ」ただし，次の試験に適合するもの]
確認試験
(1) 本品の細末1 gをとり，メタノール3 mLを加え，水浴上で3分間加温する．冷後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．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．次にアセトン／酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(10 : 10 : 3 : 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℃で10分間加熱するとき，以下と同等のスポットを認める．

R_f値	スポットの色及び形状
0付近	ごく暗い青の強いスポット
0.08付近	ごく暗い青のスポット
0.1 ～ 0.2付近	ごく暗い青のリーディングしたスポット
0.25付近	濃い青の強いスポット(プランタゴグアニジン酸に相当)
0.35付近	暗い灰みの青の強いスポット(ゲニポシド酸に相当)
0.45付近	灰みの黄みを帯びた緑の弱いスポット
0.50付近	濃い黄緑の強いスポット(ベルバスコシドに相当)
0.6付近	薄い青の弱いスポット
0.85付近	濃い青のスポット
0.9 ～ 0.95付近	灰みの青のテーリングしたスポット

（2） (1)で得た試料溶液及び標準溶液につき，(1)の方法を準用する．ただし，展開溶媒に酢酸エチル／水／ギ酸混液(6：1：1)を用いて試験を行うとき，以下と同等のスポットを認める．

R_f値	スポットの色及び形状
0付近	黄緑みの暗い灰色のスポット
0.05付近	暗い灰みの黄緑の弱いスポット
0.2付近	暗い緑の弱いスポット
0.25付近	暗い赤みの紫の強いスポット(ゲニポシド酸に相当)
0.35付近	あざやかな青の弱いスポット
0.4 ～ 0.45付近	くすんだ緑みの青の弱いテーリングしたスポット
0.45付近	濃い黄緑の強いスポット(ベルバスコシドに相当)
0.5付近	濃い青の強いスポット(プランタゴグアニジン酸に相当)
0.95付近	暗い灰みの青緑の強いスポット
0.97付近	暗い灰みの青緑のスポット

重塩酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 DCl 核磁気共鳴スペ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)ふるいを通過したものを集め，120℃で10時間又は500℃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 ジスチグミン臭化物，定量用 を参照．

臭化ジミジウム $C_{20}H_{18}BrN_3$ 赤色～暗褐色の結晶性粉末又は粉末である．

確認試験

（1） 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3300 cm^{-1}，1619 cm^{-1}，1489 cm^{-1}，1470 cm^{-1}，1422 cm^{-1}及び1316 cm^{-1}付近に吸収を認める．

（2） 本品の水溶液(1→1000)は臭化物の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

臭化ジミジウム－パテントブルー混合試液 臭化ジミジウム0.5 g及びパテントブルー0.25 gをそれぞれ加温した水／エタノール(99.5)混液(9：1) 30 mLずつに溶かし，両液を合わせ，水／エタノール(99.5)混液(9：1)を加えて250 mLとする．この液20 mLをとり，薄めた硫酸(7→675) 270 mL及び水を加えて500 mLとする．

貯法 遮光して保存する．

臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム 3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物 を参照．

臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液 3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物試液 を参照．

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 アレコリン臭化水素酸塩，薄層クロマトグラフィー用 を参照．

臭化水素酸スコポラミン スコポラミン臭化水素酸塩水和物 を参照．

臭化水素酸スコポラミン，薄層クロマトグラフィー用 スコポラミン臭化水素酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用 を参照．

臭化水素酸セファエリン セファエリン臭化水素酸塩 を参照．

臭化水素酸ホマトロピン ホマトロピン臭化水素酸塩 を参照．

臭化ダクロニウム，薄層クロマトグラフィー用 ダクロニウム臭化物，薄層クロマトグラフィー用 を参照．

臭化*n*－デシルトリメチルアンモニウム *n*－デシルトリメチルアンモニウム臭化物 を参照．

臭化*n*－デシルトリメチルアンモニウム試液，0.005 mol/L *n*－デシルトリメチルアンモニウム臭化物試液，0.005 mol/L を参照．

臭化テトラ*n*－ブチルアンモニウム テトラ－*n*－ブチルアンモニウム臭化物 を参照．

臭化テトラ*n*－プロピルアンモニウム テトラ－*n*－プロピルアンモニウム臭化物 を参照．

臭化テトラ*n*－ヘプチルアンモニウム テトラ－*n*－ヘプチルアンモニウム臭化物 を参照．

臭化テトラ*n*－ペンチルアンモニウム テトラ－*n*－ペンチルアンモニウム臭化物 を参照．

臭化ナトリウム NaBr [K 8514，特級]

臭化プロパンテリン プロパンテリン臭化物 を参照．

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〉 37 ～ 43℃

貯法 遮光したガラス容器に入れ，冷所に保存する．

臭化ヨウ素(Ⅱ)試液 臭化ヨウ素(Ⅱ) 20 gを酢酸(100)に溶かし，1000 mLとする．遮光して保存する．

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．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 0.1%以下．

（2） 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 を参照．

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) を参照．

重クロム酸カリウム試液 二クロム酸カリウム試液 を参照．

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 を参照．

シュウ酸 シュウ酸二水和物 を参照．

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]

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).

シュウ酸アンモニウム シュウ酸アンモニウム一水和物 を参照.

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 を参照.

シュウ酸ナトリウム(標準試薬) $C_2Na_2O_4$ JIS K 8005の容量分析用標準物質(しゅう酸ナトリウム)のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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.

重水素化アセトン, 核磁気共鳴スペクトル測定用 CD_3COCD_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・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・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.

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.

臭素酸カリウム $KBrO_3$ [K 8530, 特級]

酒石酸 L-酒石酸 を参照.

L-酒石酸 $C_4H_6O_6$ [K 8532, L(+)-酒石酸, 特級]

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.

酒石酸アンモニウム L-酒石酸アンモニウム を参照.

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]

酒石酸カリウム $2C_4H_4K_2O_6 \cdot H_2O$ [K 8535, (+)-酒石酸カリウム一水(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 を参照.

酒石酸水素ナトリウム 酒石酸水素ナトリウム一水和物 を参照.

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 を参照.

酒石酸鉄(Ⅱ)試液 硫酸鉄(Ⅱ)七水和物1 g, 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物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 を参照.

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]

酒石酸メトプロロール, 定量用 メトプロロール酒石酸塩, 定量用 を参照.

酒石酸レバロルファン, 定量用 レバロルファン酒石酸塩, 定量用 を参照.

純度試験用アコニチン アコニチン, 純度試験用 を参照.

純度試験用アルテミシア・アルギイ アルテミシア・アルギイ, 純度試験用 を参照.

純度試験用ジェサコニチン ジェサコニチン, 純度試験用 を参照.

純度試験用ヒパコニチン ヒパコニチン, 純度試験用 を参照.

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 を参照.

純度試験用ペウケダヌム・レデボウリエルロイデス ペウケダヌム・レデボウリエルロイデス, 純度試験用 を参照.

純度試験用メサコニチン メサコニチン, 純度試験用 を参照.

純度試験用ラポンチシン ラポンチシン, 純度試験用 を参照.

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]

硝酸試液, 2 mol/L 硝酸12.9 mLに水を加えて100 mLとする.

硝酸アンモニウム NH_4NO_3 [K 8545, 特級]

硝酸イソソルビド, 定量用 $C_6H_8N_2O_8$ [医薬品各条, 「硝酸イソソルビド」ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, 硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$) 99.0%以上を含む. また,

次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品50 mgを水／メタノール混液(1：1) 50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に200 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，試料溶液の硝酸イソソルビド以外のピークの合計面積は，標準溶液の硝酸イソソルビド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「硝酸イソソルビド錠」の定量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硝酸イソソルヒドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液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とする．この液10 μLから得た硝酸イソソルビドのピーク面積が，標準溶液の硝酸イソソルビドのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，硝酸イソソルビドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

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，硝酸イソソルビドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

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 を参照．

硝酸カルシウム四水和物 $Ca(NO_3)_2・4H_2O$ [K 8549，特級]

硝酸銀 $AgNO_3$ [K 8550，特級]

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．

硝酸コバルト 硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物 を参照．

硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物 $Co(NO_3)_2・6H_2O$ [K 8552，特級]

硝酸ジルコニル 硝酸ジルコニル二水和物 を参照．

硝酸ジルコニル二水和物 $ZrO(NO_3)_2・2H_2O$ 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 ストリキニーネ硝酸塩，定量用 を参照．

硝酸セリウム(Ⅲ)六水和物 $Ce(NO_3)_3・6H_2O$ 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及びペルオキソ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 $Ce(NO_3)_3・6H_2O$

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．

硝酸第一セリウム 硝酸セリウム(Ⅲ)六水和物 を参照．

硝酸第一セリウム試液 硝酸セリウム(Ⅲ)試液 を参照．

硝酸第二鉄 硝酸鉄(Ⅲ)九水和物 を参照．

硝酸第二鉄試液 硝酸鉄(Ⅲ)試液 を参照．

硝酸チアミン チアミン硝化物 を参照．

硝酸鉄(Ⅲ)九水和物 $Fe(NO_3)_3・9H_2O$ [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 デヒドロコリダリン硝化物，定量用 を参照．

硝酸銅(Ⅱ)三水和物 $Cu(NO_3)_2・3H_2O$ 青色の結晶又は結晶性の粉末で，水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすい．

確認試験

(1) 本品の水溶液(1→10)は第二銅塩の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

(2) 本品の水溶液(1→10)は硝酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

純度試験

(1) 鉄 本品5.0 gを正確に量り，水／硝酸混液(2：1) 10 mLを加え，水を加えて正確に100 mLとし，試料原液とする．試料原液20 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に試料原液20 mLを正確に量り，鉄標準液3 mLを正確に加えた後，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につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液の吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_S-A_Tより大きくない(0.003%以下)．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：鉄中空陰極ランプ

測定波長：248.3 nm

(2) 亜鉛 (1)の試料溶液を試料溶液とする．別に(1)の試料原液20 mLを正確に量り，亜鉛標準液4 mLを正確にとり，水を加えて正確に10 mLとした液5 mLを正確に加えた後，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につき，次の条件で原子吸光光度法

〈2.23〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液の吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_S-A_Tより大きくない(0.005%以下).

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

測定波長：213.9 nm

（3） カルシウム　(1)の試料溶液を試料溶液とする．別に(1)の試料原液20 mLを正確に量り，カルシウム標準液1 mLを正確にとり，水を加えて正確に10 mLとした液5 mLを正確に加えた後，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につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液の吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_S-A_Tより大きくない(0.005%以下).

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気又は亜酸化窒素

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

測定波長：422.7 nm

（4） ニッケル　(1)の試料溶液を試料溶液とする．別に(1)の試料原液20 mLを正確に量り，ニッケル標準液4 mLを正確に加えた後，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につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液の吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_S-A_Tより大きくない(0.002%以下).

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：ニッケル中空陰極ランプ

測定波長：232.0 nm

含量　$Cu(NO_3)_2$として77.0 ～ 80.0%．　**定量法**　本品約0.6 gを精密に量り，水に溶かし，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(1→10) 6 mL及び水／アンモニア水(28)混液(10：1) 1 mL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(指示薬：ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬50 mg)．ただし，滴定の終点は液の緑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

＝1.876 mg $Cu(NO_3)_2$

硝酸ナトリウム　$NaNO_3$ [K 8562，特級]

硝酸ナファゾリン　ナファゾリン硝酸塩　を参照.

硝酸ナファゾリン，定量用　ナファゾリン硝酸塩，定量用　を参照.

硝酸鉛　硝酸鉛(Ⅱ)　を参照.

硝酸鉛(Ⅱ)　$Pb(NO_3)_2$ [K 8563，特級]

硝酸二アンモニウムセリウム(Ⅳ)　$Ce(NH_4)_2(NO_3)_6$ [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　$Ba(NO_3)_2$ [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　を参照.

硝酸ビスマス五水和物　$Bi(NO_3)_3\cdot 5H_2O$ [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　を参照.

硝酸マグネシウム六水和物　$Mg(NO_3)_2\cdot 6H_2O$ [K 8567，特級]

硝酸マンガン(Ⅱ)六水和物　$Mn(NO_3)_2\cdot 6H_2O$ [K 8568，特級]

硝酸ミコナゾール　ミコナゾール硝酸塩　を参照.

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　を参照.

生薬純度試験用アセトン　アセトン，生薬純度試験用　を参照.

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　を参照.

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　を参照.

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　を参照.

生薬純度試験用ヘキサン　ヘキサン，生薬純度試験用　を参照.

生薬定量用エフェドリン塩酸塩　エフェドリン塩酸塩，生薬定量用　を参照.

蒸留水，注射用　[医薬品各条，「注射用水」又は「注射用水(容器入り)」ただし，蒸留して製したもの．なお，用いる試験の目的にかなう水であることが確認できれば，規格項目の全てに適合していることを確認する必要はない．]

[6]－ショーガオール，定量用　$C_{17}H_{24}O_3$ [6]－ショーガオール，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の定量用1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの．なお，定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる.

1） 定量用1

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(225 nm)：727 ～ 781 (5 mg，エタノール(99.5)，500 mL).

純度試験　類縁物質　本品5 mgをアセトニトリル／水混液(2：1) 10 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／水混液(2：1)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[6]－ショーガオール以外のピークの合計面積は，標準溶液の[6]－ショーガオ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「無コウイ大建中湯エキス」の定量法(2)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[6]－ショーガオールの保持時間の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／水混液(2：1)を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得た[6]－ショーガオールのピーク面積が，標準溶液の[6]－ショーガオールのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，[6]－ショーガオ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5000段以上，1.5以下である．

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，[6]－ショーガオールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

2) 定量用2 (qNMR純度規定)

ピークの単一性 本品5 mgをアセトニトリル／水混液(2：1) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，[6]－ショーガオールのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「無コウイ大建中湯エキス」の定量法(2)の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：225 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能は「無コウイ大建中湯エキス」の定量法(2)のシステム適合性を準用する．

定量法 ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 3.57 ppm付近のシグナルの面積強度A(水素数3に相当)を算出する．

$$[6]\text{－ショーガオール}(C_{17}H_{24}O_3)\text{の量}(\%) = M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.2202$$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A

N：Aに由来するシグナルの水素数

P：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 3.57 ppm及びδ 6.37 ～ 6.43 ppm付近の各シグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 3.57 ppm及びδ 6.37 ～ 6.43 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件でδ 3.57 ppm及びδ 6.37 ～ 6.43 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A (水素数3に相当)及び面積強度A_1 (水素数2に相当)を測定するとき，各シグナル間の面積強度比$(A_1/2)/(A/3)$は，0.99 ～ 1.01である．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

[6]－ショーガオール，薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{24}O_3$ 微黄色澄明の液である．メタノール又はエタノール(99.5)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 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℃で5分間加熱した後，放冷するとき，R_f値0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない．

触媒用ラニーニッケル ラニーニッケル，触媒用 を参照．

植物油 医薬品各条の植物性脂肪油．

ジョサマイシン $C_{42}H_{69}NO_{15}$ [医薬品各条]

ジョサマイシンプロピオン酸エステル $C_{45}H_{73}NO_{16}$ [医薬品各条]

シラザプリル シラザプリル水和物 を参照．

シラザプリル，定量用 シラザプリル水和物，定量用 を参照．

シラザプリル水和物 $C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$ [医薬品各条]

シラザプリル水和物，定量用 $C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$ [医薬品各条，「シラザプリル水和物」ただし，定量するとき，換算し

た脱水物に対し，シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$) 99.0%以上を含むもの]

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.

純度試験 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 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．別に水20 μL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 μm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塡する．

カラム温度：50℃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 μL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 μL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ピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μL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 μL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．

エタノール(C_2H_5OH)の量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 100

M_S：エタノール(99.5)の秤取量(mg)

M_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 μmで被覆する．

カラム温度：50℃付近の一定温度で注入し，150秒間保った後，70℃になるまで毎分8℃の割合で昇温し，70℃付近の一定温度に30秒間保つ．

キャリヤーガス：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 μL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 μL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，3.0以下である．

システムの再現性：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，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．

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 g).

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 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℃で乾燥して元の色に戻す．

強熱減量 〈2.43〉 6%以下(2 g，950±50℃).

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 淡灰色半澄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 mm^2/s (25℃)，屈折率は

1.400 ～ 1.410 (25℃)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℃，1時間)．

シリコン樹脂 シリコーン樹脂 を参照．

シリコーン油 無色澄明の液で，においはない．

粘度 〈2.53〉 50 ～ 100 mm^2/s

シリコン油 シリコーン油 を参照．

試料緩衝液，エポエチンアルファ用 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール1.2 g及びラウリル硫酸ナトリウム3.2 gを水に溶かし，6 mol/L塩酸試液，1 mol/L塩酸試液又は0.1 mol/L塩酸試液を加えてpH 6.8に調整した後，ブロモフェノールブルー32 mg及びグリセリン16 mLを溶かし，水を加えて40 mLとする．用時，この液10 mLにジチオスレイトール50 mgを加えて溶かす．

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 を参照．

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和物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．

ジルチアゼム塩酸塩 $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$ [医薬品各条]

ジルチアゼム塩酸塩，定量用 $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$ [医薬品各条，「ジルチアゼム塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジルチアゼム塩酸塩($C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$) 99.0%以上を含むもの]

シロドシン $C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$ [医薬品各条]

シンイ [医薬品各条]

シンコニジン $C_{19}H_{22}N_2O$ 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℃．

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 $C_{19}H_{22}N_2O$

シンコニン $C_{19}H_{22}N_2O$ 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を加えるとき，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和物溶液(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 $C_{19}H_{22}N_2O$

ジンコン $C_{20}H_{16}N_4O_6S$ 暗赤色～紫色の粉末である．

確認試験 本品を105℃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試験を行うとき，波数1604 cm^{-1}，1494 cm^{-1}，1294 cm^{-1}，1194 cm^{-1}，1110 cm^{-1}，1046 cm^{-1}及び764 cm^{-1}付近に吸収を認める．

貯法 遮光した気密容器．

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．

シンドビスウイルス トガウイルス科のRNAウイルスで，ニワトリ胚細胞初代培養で増殖させる．同細胞培養上でプラーク数を測定し，1×10^8 PFU/mL以上のものを用いる．

シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用 (*E*)－シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用 を参照．

(*E*)－シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用 C_9H_8O 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〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(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0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．

水，核酸分解酵素不含 核酸分解酵素が入っていない水．

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〉 を参照．

水酸化第二銅 水酸化銅(Ⅱ) を参照．

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，5 mol/L 水酸化ナトリウム210 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 を参照．

水酸化バリウム八水和物 $Ba(OH)_2・8H_2O$ [K 8577，特級]
密栓して保存する．

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)．

水酸化リチウム一水和物 $LiOH・H_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，吸湿性がある．

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：デンプン試液)．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液1 mL＝0.4729 mg $NaBH_4$

水分測定用試液 水分測定法〈2.48〉 を参照．

水分測定用イミダゾール イミダゾール，水分測定用 を参照．

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 を参照．

水分測定用塩化カルシウム 塩化カルシウム，水分測定用 を参照．

水分測定用クロロホルム クロロホルム，水分測定用 を参照．

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，水分測定用 を参照．

水分測定用炭酸プロピレン 炭酸プロピレン，水分測定用 を参照．

水分測定用ピリジン ピリジン，水分測定用 を参照．

水分測定用ホルムアミド ホルムアミド，水分測定用 を参照．

水分測定用メタノール メタノール，水分測定用 を参照．

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，水分測定用 を参照．

水分測定用陽極液A 陽極液A，水分測定用 を参照．

スウェルチアマリン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{16}H_{22}O_{10}$
白色～淡黄色の粉末である．水又はエタノール(95)に溶けやすい．
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3380 cm^{-1}，1693 cm^{-1}，1618 cm^{-1}及び1068 cm^{-1} 付近に吸収を認める．
純度試験 類縁物質 本品2 mgをエタノール(95) 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，エタノール(95)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20 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／1−プロパノール／水混液(6：4：3)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R_f値0.5付近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．

スキサメトニウム塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用 $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4・2H_2O$ [医薬品各条，「スキサメトニウム塩化物水和物」]

スクロース $C_{12}H_{22}O_{11}$ [K 8383，特級]

スクロース，旋光度測定用 $C_{12}H_{22}O_{11}$ [K 8383，スクロース，特級]

スコポラミン臭化水素酸塩水和物 $C_{17}H_{21}NO_4・HBr・3H_2O$ [医薬品各条]

スコポラミン臭化水素酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{21}NO_4・HBr・3H_2O$ [医薬品各条，「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」]又は次の試験に適合するもの．無色若しくは白色の結晶又は白色の粒，若しくは粉末である．水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)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．

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1731 cm^{-1}，1204 cm^{-1}，1070 cm^{-1}及び735 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品5 mgをエタノール(95) 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，エタノール(95)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．次にアセトン／水／アンモニア水(28)混液(90：7：3)を展開溶媒として，約10 cm展開した後，薄層板を80℃で10分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たR_f値0.6付近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．

スコポレチン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{10}H_8O_4$ 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)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約206℃．

確認試験

（1） 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226 ～ 230 nm，295 ～ 299 nm及び343 ～ 347 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測定するとき，波数3340 cm^{-1}，1702 cm^{-1}，1566 cm^{-1}，1436 cm^{-1}及び923 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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5 μLにつき，「ガイヨウ」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0.4付近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．

スズ Sn [K 8580，すず，特級]

スタキオース，薄層クロマトグラフィー用 $C_{24}H_{42}O_{21}$ 本品は白色の粉末で，水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．本品は湿気によって潮解する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋144 ～ ＋154° [脱水物に換算したもの，50 mg，薄めたアンモニア水(28) (1→1000)，5 mL，100 mm]．

純度試験 類縁物質 本品2 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2 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2－プロパノール／水／メタノール混液(3：2：2)を展開溶媒として約7 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1,3－ナフタレンジオール試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，R_f値0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない．

スダンⅢ $C_{22}H_{16}N_4O$ 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℃

スダンⅢ試液 スダンⅢ 10 mg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．

ズダンⅢ スダンⅢ を参照．

ズダンⅢ試液 スダンⅢ試液 を参照．

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填する．

カラム温度：100℃付近の一定温度

試料気化室温度：150℃付近の一定温度

キャリヤーガス：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** $C_8H_7NaO_3S$ 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，「パニペネム」の定量法を準用して試験を行うとき，パニペネムの測定を妨害するピークを認めない．

スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル スチレンと無水マレイン酸をクメンを溶媒として重合し，無水マレイン酸基に1－ブタノール又は水を付加したもの．平均分子量約1600．本品は白色～微黄白色の粉末である．

確認試験 本品5 mgをとり，炭酸水素ナトリウム溶液(1→15)に溶かし，10 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長256 ～ 260 nmに吸収の極大を示し，波長251 ～ 256 nmに吸収の肩を示す．

吸光度〈2.24〉 $E_{1\,cm}^{1\%}$(258 nm)：6.3 ～ 7.3 [脱水物に換算したもの5 mg，炭酸水素ナトリウム溶液(1→15)，10 mL]．

純度試験

(i) 試液

溶液A 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール36.6 gを1 mol/L塩酸試液48 mL，*N*,*N*,*N*′,*N*′－テトラメチルエチレンジアミン0.23 mL及び水に溶かし，100 mLとする．

溶液B　アクリルアミド33.3 g及び*N,N′*－メチレンビスアクリルアミド0.89 gを水に溶かし，100 mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液C　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール5.98 gを1 mol/L塩酸試液48 mL，*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン0.46 mL及び水に溶かし，100 mLとする．

溶液D　アクリルアミド10.0 g及び*N,N′*－メチレンビスアクリルアミド2.5 gを水に溶かし，100 mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液E　リボフラビン4 mgを水に溶かし，100 mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液F　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール3.0 g及びグリシン14.4 gを水に溶かし，500 mLとする．

試料用緩衝液　溶液C 50 mLに水20 mL及びグリセリン溶液(3→5) 10 mLを加える．

(ⅱ)　ゲル

分離ゲル　溶液A 2.5 mLと溶液B 7.5 mLを混合する．この混合液及び用時調製したペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液(7→5000) 10 mLを減圧で脱気した後，混合する．この液を内径5 mm，長さ10 cmのガラス管に下端から7 cmまで流し込み，その上に水を静かに重層し，60分間静置してゲル化させる．ゲル化終了後，重層した水を除く．

濃縮ゲル　溶液C 1 mL，溶液D 2 mL，溶液E 1 mL及び水4 mLを混合した濃縮ゲル溶液を分離ゲルの上に0.2 mL流し込み，その上に水を静かに重層し，蛍光灯下で60分間静置してゲル化させる．ゲル化終了後，重層した水を除く．

(ⅲ)　試料溶液　本品3.0 mgを試料用緩衝液に溶かし，20 mLとする．

(ⅳ)　操作法　ゲルを電気泳動装置に取り付ける．上部電極槽(陰極)に溶液F 200 mL及びブロモフェノールブルー溶液(1→100000) 2 mLの混合液を加え，下部電極槽(陽極)に溶液F 300 mLを加える．試料溶液100 μLを正確に量り，ゲルの上部に静かに重層した後，室温で泳動する．ブロモフェノールブルーの帯が濃縮ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり2 mAの電流を通じ，分離ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり4 mAの電流を通じる．ブロモフェノールブルーの帯が分離ゲル上端から5 cmに達したとき，泳動を終了させる．

(ⅴ)　染色及び脱色　クーマシーブリリアントブルーG－250 0.1 gをトリクロロ酢酸溶液(1→2) 100 mLに溶かし，用時，この液1容量と水2容量を混合した液に15時間浸して染色した後，酢酸(100)溶液(7→100)約20 mLに浸し，脱色する．この液をゲルの背景が無色になるまで繰り返し交換する．

(ⅵ)　測定　デンシトメーターを用いて波長600 nmにおける吸光度よりスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルのピーク面積A_T及びそれ以外のピークの合計面積Aを測定する．次式によりスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルの量を求めるとき，98.0%以上である．

スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルの量(%)

$$= A_T / (A_T + A) \times 100$$

水分〈*2.48*〉　10.0%以下(10 mg，電量滴定法)．

ステアリルアルコール　[医薬品各条]

ステアリルナトリウムフマル酸塩　$C_{22}H_{39}NaO_4$　白色の結晶性の粉末である．

確認試験

(1)　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2950 cm^{-1}，2920 cm^{-1}，2850 cm^{-1}，1720 cm^{-1}，1610 cm^{-1}，1313 cm^{-1}，1186 cm^{-1}，980 cm^{-1}及び665 cm^{-1}付近に吸収を認める．

(2)　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ステアリン酸，ガスクロマトグラフィー用　$C_{18}H_{36}O_2$　[K 8585，ステアリン酸，特級]

ステアリン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用　$C_{19}H_{38}O_2$　白色の結晶又は結晶性の塊である．

融点〈*2.60*〉　36 ～ 42℃

ストリキニーネ硝酸塩，定量用　$C_{21}H_{22}N_2O_2 \cdot HNO_3$　ストリキニーネ硝酸塩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 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．

試験条件

面積測定範囲以外の試験条件は，「ホミカ」の定量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ストリキニーネの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液(1) 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 μL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 μL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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.2 g，105℃，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 $C_{21}H_{22}N_2O_2 \cdot HNO_3$

ストロンチウム試液 塩化ストロンチウム76.5 gを水に溶かし，正確に500 mLとする．この液20 mLを正確に量り，水を加えて正確に1000 mLとする(1000 ppm).

スルバクタムナトリウム，スルバクタムペニシラミン用 $C_8H_{10}NNaO_5S$ 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}，1300 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 μg(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)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_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 μm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填する.

カラム温度：35℃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.

スルバクタムペ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，スルバクタムペニシラミン用 を参照.

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 スルピリン水和物 を参照.

スルピリン，定量用 スルピリン水和物，定量用 を参照.

スルピリン水和物 $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$ [医薬品各条]

スルピリン水和物，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 $C_9H_9N_3O_3S_2$ 白色の結晶性の粉末である.

融点〈2.60〉 200 ～ 204℃

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，スルファニルアミド，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) を参照.

スルファミン酸アンモニウム アミド硫酸アンモニウム を参照.

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 を参照.

スルホコハク酸ジ－2－エチルヘキシルナトリウム $C_8H_{17}COOCH_2(C_8H_{17}COO)CHSO_3Na$ 白色又は白色半透明の粘滑な軟塊で，水にやや溶けにくい.

純度試験 溶状 本品1.0 gを水100 mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

乾燥減量〈2.41〉 5.0%以下(1 g，105℃，2時間).

スルホサリチル酸 5－スルホサリチル酸二水和物 を参照.

5－スルホサリチル酸二水和物 $C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$ [K 8589，特級]

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.

スレオプロカテロール塩酸塩 $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$ プロカテロール塩酸塩に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℃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℃(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.

精製塩酸 塩酸，精製 を参照.

精製水 [医薬品各条，「精製水」又は「精製水(容器入り)」．なお，用いる試験の目的にかなう水であることが確認できれば，規格項目の全てに適合していることを確認する必要はない．]

精製水，アンモニウム試験用 アンモニウム試験用水 を参照.

精製水，滅菌 [医薬品各条，「滅菌精製水(容器入り)」．なお，用いる試験の目的にかなう水であることが確認できれば，規

格項目の全てに適合していることを確認する必要はない．]

精製ヒアルロン酸ナトリウム $(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n$ [医薬品各条]

精製メタノール メタノール，精製 を参照．

精製硫酸 硫酸，精製 を参照．

性腺刺激ホルモン試液，ヒト絨毛性 「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」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ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位を含むように調製する．

成分含量測定用アミグダリン アミグダリン，定量用 を参照．

成分含量測定用アルブチン アルブチン，定量用 を参照．

成分含量測定用塩酸14−アニソイルアコニン 14−アニソイルアコニン塩酸塩，定量用 を参照．

成分含量測定用塩酸エメチン エメチン塩酸塩，定量用 を参照．

成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニン ベンゾイルヒパコニン塩酸塩，定量用 を参照．

成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニン ベンゾイルメサコニン塩酸塩，定量用 を参照．

成分含量測定用カプサイシン (*E*)−カプサイシン，定量用 を参照．

成分含量測定用(*E*)−カプサイシン (*E*)−カプサイシン，定量用 を参照．

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三水和物 を参照．

成分含量測定用[6]−ギンゲロール [6]−ギンゲロール，定量用 を参照．

成分含量測定用クルクミン クルクミン，定量用 を参照．

成分含量測定用(*E*)−ケイ皮酸 (*E*)−ケイ皮酸，定量用 を参照．

成分含量測定用ゲニポシド ゲニポシド，定量用 を参照．

成分含量測定用サイコサポニンa サイコサポニンa，薄層クロマトグラフィー用 を参照．

成分含量測定用サイコサポニンb_2 サイコサポニンb_2，定量用 を参照．

成分含量測定用サイコサポニンd サイコサポニンd，定量用 を参照．

成分含量測定用シノブファギン シノブファギン，定量用 を参照．

成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン デヒドロコリダリン硝化物，定量用 を参照．

成分含量測定用バルバロイン バルバロイン，定量用 を参照．

成分含量測定用10−ヒドロキシ−2−(*E*)−デセン酸 10−ヒドロキシ−2−(*E*)−デセン酸，定量用 を参照．

成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，定量用 を参照．

成分含量測定用ブファリン ブファリン，定量用 を参照．

成分含量測定用ペオノール ペオノール，定量用 を参照．

成分含量測定用ヘスペリジン ヘスペリジン，定量用 を参照．

成分含量測定用ペリルアルデヒド ペリルアルデヒド，定量用 を参照．

成分含量測定用マグノロール マグノロール，定量用 を参照．

成分含量測定用リンコフィリン リンコフィリン，定量用 を参照．

成分含量測定用レジブフォゲニン レジブフォゲニン，定量用 を参照．

成分含量測定用ロガニン ロガニン，定量用 を参照．

成分含量測定用ロスマリン酸 ロスマリン酸，定量用 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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，セレクチン用 を参照．

セサミン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{20}H_{18}O_6$ 白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．

確認試験 本品のメタノール溶液(3→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235 ～ 239 nm及び285 ～ 289 nmに吸収の極大を示す．

融点〈*2.60*〉 122 ～ 124℃

純度試験 類縁物質 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50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLにつき，「ゴマ」の確認試験を準用し，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．

セスキオレイン酸ソルビタン ソルビタンセスキオレイン酸エステル を参照．

セタノール [医薬品各条]

セチリジン塩酸塩，定量用 $C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl [医薬品各条，「セチリジン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl) 99.5%以上を含むもの]

セチルピリジニウム塩化物一水和物 $C_{21}H_{38}ClN \cdot H_2O$ 白色の粉末又は結晶で，においはないか，又は僅かに特異なにおいがある．

融点 〈2.60〉 80 ～ 84℃

水分 〈2.48〉 4.5 ～ 5.5%

強熱残分 〈2.44〉 0.2%以下(1 g).

含量 換算した脱水物に対し，99.0 ～ 102.0%を含む．

定量法 本品約0.2 gを精密に量り，水75 mLに溶かす．クロロホルム10 mL，ブロモフェノールブルー溶液(1→2000) 0.4 mL及び新たに製した炭酸水素ナトリウム溶液(21→5000) 5 mLを加え，0.02 mol/Lテトラフェニルボロンナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は，終点の近くでは1滴ごとに激しく振り混ぜ，クロロホルム層の青色が消えるときとする．

0.02 mol/Lテトラフェニルボロンナトリウム液1 mL
＝6.800 mg $C_{21}H_{38}ClN$

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 を参照．

赤血球浮遊液，B型 B型赤血球浮遊液 を参照．

セトリミド $C_{17}H_{38}BrN$ 本品は白色～微黄白色の粉末で，僅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．さらにクロロホルム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 $C_{17}H_{38}BrN$

セファエリン臭化水素酸塩 $C_{28}H_{38}N_2O_4 \cdot 2HBr$ 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」の定量法を準用し，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．

セファトリジンプロピレングリコール $C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_8O_2$ [医薬品各条]

セファドロキシル $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ [医薬品各条]

セフカペンピボキシル塩酸塩水和物 $C_{23}H_{29}N_5O_8S_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ [医薬品各条]

セフジニルラクタム環開裂ラクトン $C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$ 本品は4種のジアステレオマーの混合物である．白色～黄色の粉末である．

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．

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．

セミカルバジド塩酸塩 $H_2NNHCONH_2 \cdot HCl$ 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．

ゼラチン [医薬品各条，「ゼラチン」ただし，ゲル化グレードのもの]

ゼラチン，酸処理 [医薬品各条，「ゼラチン」ただし，ゲル化グレードで，等電点が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・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 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 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 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 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

試液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 7.4に調整し，更に水を加えて200 mLとする．

ゼラチン製ペプトン ペプトン，ゼラチン製 を参照．

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のタンパク質を含み，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，リシン，リシン，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，本品を総タンパク質含量試験の結果に従い，総タンパク質として約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 μLを加える．加水分解管内部を減圧にして，約100℃で6時間加熱する．減圧で蒸発乾固した後，残留物を水250 μLに溶かす．この液に，ベンズアルデヒド200 μL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 μL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 μL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，タンパク質消化酵素試液1 mLを加えて振り混ぜ，37℃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 μLを加える．他方には，2−メルカプトエタノール10 μLを加えて，更に，37℃で30分間放置した後，トリフルオロ酢酸溶液(1→10) 25 μL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(1)の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉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)」の構成アミノ酸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番目のリシ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．

セルモロイキン分子量測定用マーカータンパク質 マーカータンパク質，セルモロイキン分子量測定用 を参照．

セルモロイキン用緩衝液 緩衝液，セルモロイキン用 を参照．

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 を参照．

セルモロイキン用濃縮ゲル 濃縮ゲル，セルモロイキン用 を参照．

セルモロイキン用培養液 培養液，セルモロイキン用 を参照．

セルモロイキン用分離ゲル 分離ゲル，セルモロイキン用 を参照．

セレン Se [K 8598，特級]

旋光度測定用スクロース スクロース，旋光度測定用 を参照．

洗浄液，ナルトグラスチム試験用 ポリソルベート20 1 mL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．

センダイウイルス パラミクソウイルス科のRNAウイルスで，発育鶏卵の尿膜腔内で増殖させる．ニワトリ赤血球を用いて赤血球凝集価(HA価)を測定し，800 ～ 3200 HA価/mLのものを用いる．

センノシドA，薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{38}O_{20}$ 黄色の粉末で，水又はエタノール(99.5)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3420 cm^{-1}，1712 cm^{-1}，1637 cm^{-1}，1597 cm^{-1}及び1074 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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1 mgをテトラヒドロフラン／水混液(7 : 3) 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，テトラヒドロフラン／水混液(7 : 3)を加えて正確に25 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLにつき，「センナ」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0.3付近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．

センブリ [医薬品各条]

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 を参照．

ソーダ石灰 [K 8603，二酸化炭素吸収用]

ゾピクロン，定量用 $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$ [医薬品各条，「ゾピクロン」ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，ゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$) 99.5%以上を含むもの]

ソルビタンセスキオレイン酸エステル [医薬品各条]

ゾルピデム酒石酸塩，定量用 $(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$ [医薬品各条，「ゾルピデム酒石酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，ゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$] 99.5%以上を含むもの]

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 を参照．

第三ブタノール *t*−ブチルアルコール を参照．

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．

純度試験 溶状 本品71 nkat_{s-2222}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71 nkat_{s-2222}を水10 mLに溶かす．

ダイズ製ペプトン ペプトン，ダイズ製 を参照．

ダイズ油 [医薬品各条]

大腸菌由来タンパク質 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体(*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．

タンパク質含量 「セルモロイキン(遺伝子組換え)」の定量法(1)総タンパク質含量により，タンパク質含量を求めるとき，1 mL当たりのタンパク質含量は0.1 ～ 0.5 mgである．

大腸菌由来タンパク質原液 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タンパク質の溶液．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タンパク質量を求める．

－70℃で遮光して保存する．

第Ⅱa因子 ヒト血漿から精製された第Ⅱa因子を凍結乾燥したもので，白色～微黄色の粉末である．タンパク質1 mg当たり2000国際単位以上を含む．

第二ブタノール 2－ブタノール を参照．

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 $C_2H_7NO_3S$

タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム，薄層クロマトグラフィー用 $C_{26}H_{44}NNaO_6S$ 白色～微褐色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノールに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．

確認試験

（1） 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2930 cm^{-1}，1645 cm^{-1}，1556 cm^{-1}，1453 cm^{-1}，1215 cm^{-1}及び1049 cm^{-1}付近に吸収を認める．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋40 ～ ＋50°（40 mg，メタノール，20 mL，100 mm）．

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0.2 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 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ずつにつき，「ユウタン」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0.2付近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．

タクシャトリテルペン混合試液，確認試験用 薄層クロマトグラフィー用アリソールA 1 mg，アリソールB 1 mg及びアリソールBモノアセテート1 mgをメタノール5 mLに溶かす．

ダクロニウム臭化物，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2940 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，「パ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，加温して溶かし，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 $C_{33}H_{58}Br_2N_2O_3$

脱色フクシン試液 フクシン1 gを水100 mLに加え，約50℃に加温し，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．

タムスロシン塩酸塩 $C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$ [医薬品各条]

タムスロシン塩酸塩，定量用 $C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$ [医薬品各条，「タムスロシン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$) 99.0%以上を含むもの]

多硫化アンモニウム試液 $(NH_4)_2S_n$ [K 8943，硫化アンモニウム溶液(黄色)，1級]

タルク [医薬品各条]

タルチレリン水和物，定量用 $C_{17}H_{23}N_7O_5 \cdot 4H_2O$ [医薬品各条，「タルチレリン水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，タルチレリン($C_{17}H_{23}N_7O_5$) 99.0%以上を含むもの]

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 を参照．

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 を参照．

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]

炭酸カルシウム，定量用 $CaCO_3$ [医薬品各条，「沈降炭酸カルシウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，炭酸カルシウム($CaCO_3$) 99.0%以上を含むもの]

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においがある．

炭酸水素アンモニウム試液，0.1 mol/L　炭酸水素アンモニウム7.9 gを水500 mLに溶かす．5 mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH 10.3に調整し，水を加えて1000 mLとする．

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試液，10%　炭酸水素ナトリウム10 gを水に溶かし，100 mLとし，気密状態で121℃で15分間高圧蒸気滅菌するか，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．

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　を参照.

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〈*1.03*〉　0.036%以下.

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　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　を参照.

炭酸ナトリウム(標準試薬)　Na_2CO_3　JIS K 8005の容量分析用標準物質のほか，容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる．

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]

炭酸ナトリウム十水和物　$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$　[K 8624，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．

炭酸プロピレン　$C_4H_6O_3$　無色の液体である．

沸点〈*2.57*〉　240 ～ 242℃

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　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．

胆汁酸塩　生薬の微生物限度試験法〈*5.02*〉　を参照.

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]

タンパク質含量試験用アルカリ性銅試液　銅試液，タンパク質含量試験用アルカリ性　を参照.

タンパク質消化酵素試液　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).

チアプリド塩酸塩，定量用　$C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$　[医薬品各条，「チアプリド塩酸塩」]

チアミン硝化物　$C_{12}H_{17}N_5O_4S$　[医薬品各条]

チアラミド塩酸塩，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]

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　$C_{14}H_{15}N_2NaO_4S_2$　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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋265 ～ ＋290°(脱水物に換算したもの0.5 g，水，50 mL，100 mm).

水分〈*2.48*〉　10.0%以下(0.2 g，容量滴定法，直接滴定).

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，液の色が僅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℃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 $C_{14}H_{15}N_2NaO_4S_2$

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，特異なにおいがある．

水又はエタノール(99.5)に溶けやすい．融点：112 ～ 116℃.

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秒間加熱する．調製後直ちに使用する．

チオグリコール酸　メルカプト酢酸　を参照.

チオグリコール酸ナトリウム　$HSCH_2COONa$　白色の粉末で，特異なにおいがある．

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(1)〈*1.04*〉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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 $S(CH_2CH_2OH)_2$ [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 $H_2NCSNHNH_2$ 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試験を行うとき，波数 3370 cm^{-1}，3180 cm^{-1}，1648 cm^{-1}，1622 cm^{-1}，1535 cm^{-1}，1288 cm^{-1}，1167 cm^{-1}，1003 cm^{-1}及び803 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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 $C_{11}H_{18}N_2O_2S$ 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し，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する．これを風乾した後，105℃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℃

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50 mg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℃，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 $C_{11}H_{18}N_2O_2S$

チオペンタールナトリウム $C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$ [医薬品各条]

チオ硫酸ナトリウム チオ硫酸ナトリウム五水和物 を参照．

チオ硫酸ナトリウム五水和物 $Na_2S_2O_3・5H_2O$ [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 $C_{47}H_{74}O_{18}$ 白色の結晶性の粉末で，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℃(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0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．

チクロピジン塩酸塩，定量用 $C_{14}H_{14}ClNS・HCl$ [医薬品各条，「チクロピジン塩酸塩」ただし，次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品0.2 gを水／メタノール混液(1：1) 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／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)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，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，試料溶液のチクロピジン以外のピークの面積は，標準溶液のチクロピジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のチクロピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチクロピジンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：40℃付近一定温度

移動相：pH 3.5の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用メタノール(1：1)

流量：チクロピジンの保持時間が約8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チクロピジンの保持時間の約7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(1：1)を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たチクロピジンのピーク面積が，標準溶液のチクロピジンのピーク面積の14 ～ 26%になることを確認する．

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，チクロピジ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5000段以上，1.5以下である．

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，チクロピジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

チタンエロー $C_{28}H_{19}N_5Na_2O_6S_4$ 暗黄色～暗黄褐色の粉末又は塊である．

確認試験 本品を105℃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試験を行うとき，波数1603 cm^{-1}，1467 cm^{-1}，1394 cm^{-1}，1306 cm^{-1}，1040 cm^{-1}，988 cm^{-1}，820 cm^{-1}及び644 cm^{-1}付近に吸収を認める．

貯法 遮光した気密容器．

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．

チペピジンヒベンズ酸塩，定量用 $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ [医薬品各条，「チペピジンヒベンズ酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$) 99.0%以上を含むもの]

チミン，液体クロマトグラフィー用 $C_5H_6N_2O_2$ 白色の粉末である．

純度試験 本品10 mgをメタノール100 mLに溶かし，移動相を加えて250 mLとし，試料溶液とする．この液5 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．これらの液10 μLずつを正確にとり，「ジドブジン」の純度試験(3)を準用して試験を行う．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，試料溶液のチミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．ただし，面積測定範囲は溶媒のピークの後からチミンの保持時間の約10倍の範囲とする．

チモ [医薬品各条]

チモール $CH_3C_6H_3(OH)CH(CH_3)_2$ [医薬品各条]

チモール，定量用 $C_{10}H_{14}O$ [医薬品各条，「チモール」ただし，定量するとき，チモール($C_{10}H_{14}O$) 99.0%以上を含むもの]

チモール，噴霧試液用 $C_{10}H_{14}O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，芳香性のにおいがある．本品は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．

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}，1420 cm^{-1}，1290 cm^{-1}，1090 cm^{-1}及び810 cm^{-1}付近に吸収を認める．

融点〈2.60〉 49 ～ 52℃

純度試験 他のフェノール類 本品1.0 gに温湯20 mLを加えて1分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5 mLに塩化鉄(Ⅲ)六水和物27 gを水100 mLに溶かした液1滴を加えるとき，液は緑色を呈しても，青色～紫色を呈しない．

チモール・硫酸・メタノール試液，噴霧用 噴霧試液用チモール1.5 gをメタノール100 mLに溶かし，硫酸5.7 mLを加える．

チモールフタレイン $C_{28}H_{30}O_4$ [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 $C_{27}H_{30}O_5S$ [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50 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．

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 を参照．

チモールブルー・1,4－ジオキサン試液 チモールブルー50 mg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 を参照．

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 を参照．

注射用水 [医薬品各条，「注射用水」又は「注射用水(容器入り)」．なお，用いる試験の目的にかなう水であることが確認できれば，規格項目の全てに適合していることを確認する必要はない．]

抽出用ジチゾン液 ジチゾン液，抽出用 を参照．

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℃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 を参照．

L－チロシン $C_9H_{11}NO_3$ 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℃，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 $C_9H_{11}NO_3$

L－チロジン L－チロシン を参照．

ツロブテロール，定量用 $C_{12}H_{18}ClNO$ [医薬品各条，「ツロブテロール」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，ツロブテロール($C_{12}H_{18}ClNO$) 99.0%以上を含むもの]

DSS－d_6，核磁気共鳴スペクトル測定用 $C_6H_9D_6NaO_3SSi$ 国際単位系へのトレーサビリティが確保された3－(トリメチルシリル)－1－プロパンスルホン酸－d_6－ナトリウム．

DNA標準原液，インターフェロンアルファ(NAMALWA)用

ナマルバ細胞1×10^9個にプロテイナーゼK液0.1 mL及び*N*－ラウロイルサルコシンナトリウム試液20 mLを加え，50±1℃で3時間穏やかにかき混ぜて細胞を溶解した後，水飽和フェノール20 mLを加えて室温で3時間穏やかにかき混ぜる．クロロホルム／3－メチル－1－ブタノール混液(24：1) 10 mLを加えた後，遠心分離し，下層を除く．上層に水飽和フェノール20 mLを加え，室温で2時間穏やかにかき混ぜた後，遠心分離する．下層を集め，透析用緩衝液Aを外液として24時間透析した後，得られた内液1 mL中にリボヌクレアーゼAが25 μg，リボヌクレアーゼT_1が25単位になるように加え，37±1℃で3時間穏やかにかき混ぜる．この液1 mL中にラウリル硫酸ナトリウム5 mg，プロテイナーゼK 50 μgを含む液となるように，ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→10)及びプロテイナーゼK液を加え，50±1℃で2時間穏やかにかき混ぜる．等容量のTE緩衝液飽和フェノールを加え，室温で2時間穏やかにかき混ぜた後，遠心分離する．下層を除き，再び同様の操作を繰り返す．上層を集め，透析用緩衝液Bを外液として10時間透析した後，外液を透析用緩衝液Cに換えて24時間透析する．得られた内液を集め，0.1容量のpH 5.2の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液及び2.2容量のエタノール(99.5)を加え，穏やかにかき混ぜる．析出したDNAをガラス棒に巻きつけて集め，薄めたエタノール(7→10)で洗浄し，減圧で乾燥した後，残留物を4 mLのTE緩衝液に溶かし，標準DNAとする．これを二本鎖DNAの比吸光度$E_{1\,cm}^{1\%}$(260 nm)：200に従い，1 mL中にDNA 40 ngを含む液となるように水を正確に加える．

***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℃

純度試験 類縁物質 本品10 mgを生薬純度試験用ヘキサンに溶かし，正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，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 μL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4.純度試験4.3.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*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 μL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

***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℃

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℃

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℃

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．

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 を参照．

定量用アセトアルデヒド アセトアルデヒド，定量用 を参照．

定量用アセメタシン アセメタシン，定量用 を参照．

定量用アゼラスチン塩酸塩 アゼラスチン塩酸塩，定量用 を参照．

定量用アゼルニジピン アゼルニジピン，定量用 を参照．

定量用アゾセミド アゾセミド，定量用 を参照．

定量用アトラクチレノリドⅢ アトラクチレノリドⅢ，定量用 を参照．

定量用アトラクチロジン アトラクチロジン，定量用 を参照．

定量用アトラクチロジン試液 アトラクチロジン試液，定量用 を参照．

定量用アトロピン硫酸塩水和物 アトロピン硫酸塩水和物，定量用 を参照．

定量用14－アニソイルアコニン塩酸塩 14－アニソイルアコニン塩酸塩，定量用 を参照．

定量用アプリンジン塩酸塩 アプリンジン塩酸塩，定量用 を参照．

定量用アミオダロン塩酸塩 アミオダロン塩酸塩，定量用 を参照．

定量用アミグダリン アミグダリン，定量用 を参照．

定量用アミドトリゾ酸 アミドトリゾ酸，定量用 を参照．

定量用アモスラロール塩酸塩 アモスラロール塩酸塩，定量用 を参照．

定量用アラセプリル アラセプリル，定量用 を参照．

定量用アルジオキサ アルジオキサ，定量用 を参照．

定量用アルブチン アルブチン，定量用 を参照．

定量用アルミノプロフェン アルミノプロフェン，定量用 を参照．

定量用アロプリノール アロプリノール，定量用 を参照．

定量用アンピロキシカム アンピロキシカム，定量用を参照．

定量用イオタラム酸 イオタラム酸，定量用 を参照．

定量用イオパミドール イオパミドール，定量用 を参照．

定量用イソクスプリン塩酸塩 イソクスプリン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用イソニアジド イソニアジド，定量用 を参照.

定量用L−イソロイシン L−イソロイシン，定量用 を参照.

定量用一硝酸イソソルビド 一硝酸イソソルビド，定量用 を参照.

定量用イフェンプロジル酒石酸塩 イフェンプロジル酒石酸塩，定量用 を参照.

定量用イブプロフェンピコノール イブプロフェンピコノール，定量用 を参照.

定量用イミダプリル塩酸塩 イミダプリル塩酸塩，定量用 を参照.

定量用イリノテカン塩酸塩水和物 イリノテカン塩酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用イルソグラジンマレイン酸塩 イルソグラジンマレイン酸塩，定量用 を参照.

定量用イルベサルタン イルベサルタン，定量用 を参照.

定量用ウシ血清アルブミン ウシ血清アルブミン，定量用 を参照.

定量用ウベニメクス ウベニメクス，定量用 を参照.

定量用ウルソデオキシコール酸 ウルソデオキシコール酸，定量用 を参照.

定量用エカベトナトリウム水和物 エカベトナトリウム水和物，定量用 を参照.

定量用エタクリン酸 エタクリン酸，定量用 を参照.

定量用エダラボン エダラボン，定量用 を参照.

定量用エチゾラム エチゾラム，定量用 を参照.

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 を参照.

定量用エチレフリン塩酸塩 エチレフリン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用エナント酸メテノロン メテノロンエナント酸エステル，定量用 を参照.

定量用エバスチン エバスチン，定量用 を参照.

定量用エフェドリン塩酸塩 エフェドリン塩酸塩 を参照.

定量用エボジアミン エボジアミン，定量用 を参照.

定量用エメダスチンフマル酸塩 エメダスチンフマル酸塩，定量用 を参照.

定量用エメチン塩酸塩 エメチン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用エモルファゾン エモルファゾン，定量用 を参照.

定量用塩化カリウム 塩化カリウム，定量用 を参照.

定量用塩化カルシウム水和物 塩化カルシウム水和物，定量用 を参照.

定量用塩化カルシウム二水和物 塩化カルシウム水和物，定量用 を参照.

定量用塩化ナトリウム 塩化ナトリウム，定量用 を参照.

定量用塩化ベンゼトニウム ベンゼトニウム塩化物，定量用 を参照.

定量用塩酸アゼラスチン アゼラスチン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸アプリンジン アプリンジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸アミオダロン アミオダロン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸アモスラロール アモスラロール塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸イソクスプリン イソクスプリン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸イミダプリル イミダプリル塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸エチレフリン エチレフリン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸エフェドリン エフェドリン塩酸塩 を参照.

定量用塩酸オキシコドン オキシコドン塩酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用塩酸クロルプロマジン クロルプロマジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸セチリジン セチリジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸チアプリド チアプリド塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸チアラミド チアラミド塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸ドパミン ドパミン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸トリメタジジン トリメタジジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸ニカルジピン ニカルジピン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸パパベリン パパベリン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸ヒドララジン ヒドララジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸ヒドロコタルニン ヒドロコタルニン塩酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用塩酸ブホルミン ブホルミン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸プロカイン プロカイン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸プロカインアミド プロカインアミド塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸プロパフェノン プロパフェノン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸プロプラノロール プロプラノロール塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸ペチジン ペチジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸ベニジピン ベニジピン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸ベラパミル ベラパミル塩酸塩，定量用 を参照.

定量用*dl*−塩酸メチルエフェドリン *dl*−メチルエフェドリン塩酸塩 を参照.

定量用塩酸メトホルミン メトホルミン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸メピバカイン メピバカイン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用塩酸モルヒネ モルヒネ塩酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用塩酸ラベタロール ラベタロール塩酸塩，定量用 を参照.

定量用オキシコドン塩酸塩水和物 オキシコドン塩酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用オメプラゾール オメプラゾール，定量用を参照.

定量用オロパタジン塩酸塩 オロパタジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用カイニン酸 カイニン酸水和物 を参照.

定量用カイニン酸水和物 カイニン酸水和物 を参照.

定量用カドララジン カドララジン，定量用 を参照.

定量用(*E*)－カプサイシン (*E*)－カプサイシン，定量用 を参照.

定量用カルバミン酸クロルフェネシン クロルフェネシンカルバミン酸エステル，定量用 を参照.

定量用カルベジロール カルベジロール，定量用 を参照.

定量用L－カルボシステイン L－カルボシステイン，定量用 を参照.

定量用カンデサルタンシレキセチル カンデサルタンシレキセチル，定量用 を参照.

定量用キナプリル塩酸塩 キナプリル塩酸塩，定量用 を参照.

定量用[6]－ギンゲロール [6]－ギンゲロール，定量用 を参照.

定量用グアヤコール グアヤコール，定量用 を参照.

定量用クエン酸モサプリド モサプリドクエン酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用クルクミン クルクミン，定量用 を参照.

定量用クロチアゼパム クロチアゼパム，定量用 を参照.

定量用クロナゼパム クロナゼパム，定量用 を参照.

定量用クロペラスチンフェンジゾ酸塩 クロペラスチンフェンジゾ酸塩，定量用 を参照.

定量用クロミプラミン塩酸塩 クロミプラミン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用クロラゼプ酸二カリウム クロラゼプ酸二カリウム，定量用 を参照.

定量用クロルジアゼポキシド クロルジアゼポキシド，定量用 を参照.

定量用クロルフェネシンカルバミン酸エステル クロルフェネシルカルバミン酸エステル，定量用 を参照.

定量用クロルプロパミド クロルプロパミド，定量用 を参照.

定量用クロルプロマジン塩酸塩 クロルプロマジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用(*E*)－ケイ皮酸 (*E*)－ケイ皮酸，定量用 を参照.

定量用ケトコナゾール ケトコナゾール，定量用 を参照.

定量用ゲニポシド ゲニポシド，定量用 を参照.

定量用コデインリン酸塩水和物 コデインリン酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用コハク酸シベンゾリン シベンゾリンコハク酸塩，定量用 を参照.

定量用サイコサポニンa サイコサポニンa，定量用 を参照.

定量用サイコサポニンa，d混合標準試液 サイコサポニンa，d混合標準試液，定量用 を参照.

定量用サイコサポニンb_2 サイコサポニンb_2，定量用 を参照.

定量用サイコサポニンb_2標準試液 サイコサポニンb_2標準試液，定量用 を参照.

定量用サイコサポニンd サイコサポニンd，定量用 を参照.

定量用サリチル酸 サリチル酸，定量用 を参照.

定量用ザルトプロフェン ザルトプロフェン，定量用 を参照.

定量用酸素スパンガス 酸素スパンガス，定量用 を参照.

定量用酸素ゼロガス 酸素ゼロガス，定量用 を参照.

定量用酸素比較ガス 酸素比較ガス，定量用 を参照.

定量用サントニン サントニン，定量用 を参照.

定量用ジアゼパム ジアゼパム，定量用 を参照.

定量用ジクロフェナクナトリウム ジクロフェナクナトリウム，定量用 を参照.

定量用シクロホスファミド水和物 シクロホスファミド水和物，定量用 を参照.

定量用ジスチグミン臭化物 ジスチグミン臭化物，定量用 を参照.

定量用ジドロゲステロン ジドロゲステロン，定量用 を参照.

定量用シネオール シネオール，定量用 を参照.

定量用シノキサシン シノキサシン，定量用 を参照.

定量用シノブファギン シノブファギン，定量用 を参照.

定量用シノメニン シノメニン，定量用 を参照.

定量用ジヒドロコデインリン酸塩 ジヒドロコデインリン酸塩，定量用 を参照.

定量用ジフェニルスルホン ジフェニルスルホン，定量用 を参照.

定量用シベンゾリンコハク酸塩 シベンゾリンコハク酸塩，定量用 を参照.

定量用ジメンヒドリナート ジメンヒドリナート，定量用 を参照.

定量用ジモルホラミン ジモルホラミン，定量用 を参照.

定量用臭化ジスチグミン ジスチグミン臭化物，定量用 を参照.

定量用酒石酸メトプロロール メトプロロール酒石酸塩，定量用 を参照.

定量用酒石酸レバロルファン レバロルファン酒石酸塩，定量用 を参照.

定量用硝酸イソソルビド 硝酸イソソルビド，定量用 を参照.

定量用硝酸ストリキニーネ ストリキニーネ硝酸塩，定量用 を参照.

定量用硝酸ナファゾリン ナファゾリン硝酸塩，定量用 を参照.

定量用[6]－ショーガオール [6]－ショーガオール，定量用 を参照.

定量用シラザプリル シラザプリル水和物，定量用 を参照.

定量用シラザプリル水和物 シラザプリル水和物，定量用 を参照.

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 を参照.

定量用ジルチアゼム塩酸塩 ジルチアゼム塩酸塩，定量用 を参照.

定量用ストリキニーネ硝酸塩 ストリキニーネ硝酸塩，定量用 を参照.

定量用スルピリド スルピリド，定量用 を参照.

定量用スルピリン スルピリン水和物，定量用 を参照.

定量用スルピリン水和物 スルピリン水和物，定量用 を参照.

定量用セチリジン塩酸塩 セチリジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用ゾピクロン ゾピクロン，定量用 を参照.

定量用ゾルピデム酒石酸塩 ゾルピデム酒石酸塩，定量用 を参照.

定量用タムスロシン塩酸塩 タムスロシン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用タルチレリン水和物 タルチレリン水和物，定量用 を参照.

定量用炭酸カルシウム 炭酸カルシウム，定量用 を参照.

定量用チアプリド塩酸塩 チアプリド塩酸塩，定量用 を参照.

定量用チアラミド塩酸塩 チアラミド塩酸塩，定量用 を参照.

定量用チオペンタール チオペンタール，定量用 を参照.
定量用チクロピジン塩酸塩 チクロピジン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用チペピジンヒベンズ酸塩 チペピジンヒベンズ酸塩，定量用 を参照.
定量用チモール チモール，定量用 を参照.
定量用ツロブテロール ツロブテロール，定量用 を参照.
定量用テオフィリン テオフィリン，定量用 を参照.
定量用デヒドロコリダリン硝化物 デヒドロコリダリン硝化物，定量用 を参照.
定量用テモカプリル塩酸塩 テモカプリル塩酸塩，定量用 を参照.
定量用テルビナフィン塩酸塩 テルビナフィン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用テルミサルタン テルミサルタン，定量用 を参照.
定量用ドキシフルリジン ドキシフルリジン，定量用 を参照.
定量用ドパミン塩酸塩 ドパミン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用トラニラスト トラニラスト，定量用 を参照.
定量用トリエンチン塩酸塩 トリエンチン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用トリメタジジン塩酸塩 トリメタジジン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用ドロキシドパ ドロキシドパ，定量用 を参照.
定量用ナファゾリン硝酸塩 ナファゾリン硝酸塩，定量用 を参照.
定量用ナフトピジル ナフトピジル，定量用 を参照.
定量用ニカルジピン塩酸塩 ニカルジピン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用ニコモール ニコモール，定量用 を参照.
定量用ニセルゴリン ニセルゴリン，定量用 を参照.
定量用ニトレンジピン ニトレンジピン，定量用 を参照.
定量用ニフェジピン ニフェジピン，定量用 を参照.
定量用L－乳酸ナトリウム液 L－乳酸ナトリウム液，定量用 を参照.
定量用ノルトリプチリン塩酸塩 ノルトリプチリン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用パパベリン塩酸塩 パパベリン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用パラアミノサリチル酸カルシウム水和物 パラアミノサリチル酸カルシウム水和物，定量用 を参照.
定量用L－バリン L－バリン，定量用 を参照.
定量用バルバロイン バルバロイン，定量用 を参照.
定量用バルプロ酸ナトリウム バルプロ酸ナトリウム，定量用 を参照.
定量用ハロペリドール ハロペリドール，定量用 を参照.
定量用ヒアルロン酸ナトリウム ヒアルロン酸ナトリウム，定量用 を参照.
定量用ビソプロロールフマル酸塩 ビソプロロールフマル酸塩，定量用 を参照.
定量用ヒト血清アルブミン ヒト血清アルブミン，定量用 を参照.
定量用ヒドララジン塩酸塩 ヒドララジン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸 10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，定量用 を参照.
定量用ヒドロコタルニン塩酸塩水和物 ヒドロコタルニン塩酸塩水和物，定量用 を参照.
定量用ヒベンズ酸チペピジン チペピジンヒベンズ酸塩，定量用 を参照.
定量用ビリルビン ビリルビン，定量用 を参照.
定量用ピルシカイニド塩酸塩水和物 ピルシカイニド塩酸塩水和物，定量用 を参照.
定量用ヒルスチン ヒルスチン，定量用 を参照.
定量用ピロカルピン塩酸塩 ピロカルピン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用ファモチジン ファモチジン，定量用 を参照.
定量用フェニトイン フェニトイン，定量用 を参照.
定量用フェノバルビタール フェノバルビタール，定量用 を参照.
定量用フェノール フェノール，定量用 を参照.
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 を参照.
定量用フェルビナク フェルビナク，定量用 を参照.
定量用(*E*)－フェルラ酸 (*E*)－フェルラ酸，定量用 を参照.
定量用フェロジピン フェロジピン，定量用 を参照.
定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，定量用 を参照.
定量用ブシラミン ブシラミン，定量用 を参照.
定量用ブテナフィン塩酸塩 ブテナフィン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用フドステイン フドステイン，定量用 を参照.
定量用ブファリン ブファリン，定量用 を参照.
定量用ブホルミン塩酸塩 ブホルミン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用フマル酸ビソプロロール ビソプロロールフマル酸塩，定量用 を参照.
定量用プラゼパム プラゼパム，定量用 を参照.
定量用フルコナゾール フルコナゾール，定量用 を参照.
定量用フルジアゼパム フルジアゼパム，定量用 を参照.
定量用フルトプラゼパム フルトプラゼパム，定量用 を参照.
定量用フルラゼパム フルラゼパム，定量用 を参照.
定量用フレカイニド酢酸塩 フレカイニド酢酸塩，定量用 を参照.
定量用プロカイン塩酸塩 プロカイン塩酸塩，定量用 を参照.
定量用プロカインアミド塩酸塩 プロカインアミド塩酸塩，定量用 を参照.
定量用ブロチゾラム ブロチゾラム，定量用 を参照.
定量用プロパフェノン塩酸塩 プロパフェノン塩酸塩，定量用 を参照.
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 を参照.
定量用プロプラノロール塩酸塩 プロプラノロール塩酸塩，定量用 を参照.
定量用フロプロピオン フロプロピオン，定量用 を参照.
定量用ペオノール ペオノール，定量用 を参照.
定量用ベザフィブラート ベザフィブラート，定量用 を参照.
定量用ヘスペリジン ヘスペリジン，定量用 を参照.
定量用ベタヒスチンメシル酸塩 ベタヒスチンメシル酸塩，定量用 を参照.
定量用ベタミプロン ベタミプロン，定量用 を参照.

定量用ペチジン塩酸塩 ペチジン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用ベニジピン塩酸塩 ベニジピン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用ベポタスチンベシル酸塩 ベポタスチンベシル酸塩，定量用 を参照.

定量用ベラパミル塩酸塩 ベラパミル塩酸塩，定量用 を参照.

定量用ベラプロストナトリウム ベラプロストナトリウム，定量用 を参照.

定量用ペリルアルデヒド ペリルアルデヒド，定量用 を参照.

定量用ペルフェナジンマレイン酸塩 ペルフェナジンマレイン酸塩，定量用 を参照.

定量用ベンゼトニウム塩化物 ベンゼトニウム塩化物，定量用 を参照.

定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩 ベンゾイルヒパコニン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩 ベンゾイルメサコニン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用ボグリボース ボグリボース，定量用 を参照.

定量用マグノフロリンヨウ化物 マグノフロリンヨウ化物，定量用 を参照.

定量用マグノロール マグノロール，定量用 を参照.

定量用マレイン酸イルソグラジン イルソグラジンマレイン酸塩，定量用 を参照.

定量用マレイン酸ペルフェナジン ペルフェナジンマレイン酸塩，定量用 を参照.

定量用マレイン酸メチルエルゴメトリン メチルエルゴメトリンマレイン酸塩，定量用 を参照.

定量用マンギフェリン マンギフェリン，定量用 を参照.

定量用メキタジン メキタジン，定量用 を参照.

定量用メサラジン メサラジン，定量用 を参照.

定量用メシル酸ベタヒスチン ベタヒスチンメシル酸塩，定量用 を参照.

定量用*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩 *dl*－メチルエフェドリン塩酸塩 を参照.

定量用メチルエルゴメトリンマレイン酸塩 メチルエルゴメトリンマレイン酸塩，定量用 を参照.

定量用メチルドパ メチルドパ水和物，定量用 を参照.

定量用メチルドパ水和物 メチルドパ水和物，定量用 を参照.

定量用メテノロンエナント酸エステル メテノロンエナント酸エステル，定量用 を参照.

定量用メトクロプラミド メトクロプラミド，定量用 を参照.

定量用メトプロロール酒石酸塩 メトプロロール酒石酸塩，定量用 を参照.

定量用メトホルミン塩酸塩 メトホルミン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用メトロニダゾール メトロニダゾール，定量用 を参照.

定量用メピバカイン塩酸塩 メピバカイン塩酸塩，定量用 を参照.

定量用メフルシド メフルシド，定量用 を参照.

定量用*l*－メントール *l*－メントール，定量用 を参照.

定量用モサプリドクエン酸塩水和物 モサプリドクエン酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用モルヒネ塩酸塩水和物 モルヒネ塩酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用ヨウ化イソプロピル ヨウ化イソプロピル，定量用 を参照.

定量用ヨウ化カリウム ヨウ化カリウム，定量用 を参照.

定量用ヨウ化メチル ヨードメタン，定量用 を参照.

定量用ヨウ素 ヨウ素，定量用 を参照.

定量用ヨードエタン ヨードエタン，定量用 を参照.

定量用ヨードメタン ヨードメタン，定量用 を参照.

定量用ラフチジン ラフチジン，定量用 を参照.

定量用ラベタロール塩酸塩 ラベタロール塩酸塩，定量用 を参照.

定量用リシノプリル リシノプリル水和物，定量用 を参照.

定量用リシノプリル水和物 リシノプリル水和物，定量用 を参照.

定量用リスペリドン リスペリドン，定量用 を参照.

定量用リドカイン リドカイン，定量用 を参照.

定量用硫酸アトロピン アトロピン硫酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用リンコフィリン リンコフィリン，定量用 を参照.

定量用リン酸コデイン コデインリン酸塩水和物，定量用 を参照.

定量用リン酸ジヒドロコデイン ジヒドロコデインリン酸塩，定量用 を参照.

定量用レイン レイン，定量用 を参照.

定量用レジブフォゲニン レジブフォゲニン，定量用 を参照.

定量用レバミピド レバミピド，定量用 を参照.

定量用レバロルファン酒石酸塩 レバロルファン酒石酸塩，定量用 を参照.

定量用レボフロキサシン水和物 レボフロキサシン水和物，定量用 を参照.

定量用L－ロイシン L－ロイシン，定量用 を参照.

定量用ロガニン ロガニン，定量用 を参照.

定量用ロスマリン酸 ロスマリン酸，定量用 を参照.

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 を参照.

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℃

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 μLにつき，「イドクスウリジン点眼液」の純度試験の試験条件に従い，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℃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.

$$\text{デオキシウリジン}(C_9H_{12}N_2O_5)\text{の量(mg)} = \frac{A}{447} \times 5000$$

デオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用 $C_{24}H_{40}O_4$ 白色の粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)にやや

溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：約175℃(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2930 cm^{-1}，1716 cm^{-1}，1447 cm^{-1}及び1042 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品20 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．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につき，「ゴオウ」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R_f値0.5付近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．

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℃

純度試験 カフェイン，テオブロミン又はパラキサンチン 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℃，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 $C_7H_8N_4O_2$

テオフィリン，定量用 $C_7H_8N_4O_2$ [医薬品各条，「テオフィリン」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を水に溶かし，100 mLとし，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200 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，試料溶液のテオフィリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のテオフィリンのピーク面積より大きくない．

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270 nm)
カラム：内径6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μm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填する．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸(100) (1→100)／メタノール混液 (4：1)
流量：テオフィリンの保持時間が約10分になるように調整する．
面積測定範囲：テオフィリンの保持時間の約3倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に25 mLとする．この液20 μLから得たテオフィリンのピーク面積が，標準溶液のテオフィリンのピーク面積の15 ～ 25%になることを確認する．
システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，テオフィリ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3000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テオフィリンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

1－デカンスルホン酸ナトリウム $C_{10}H_{21}NaO_3S$ 白色の粉末である．

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．

乾燥減量〈2.41〉 3.0%以下(1 g，105℃，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 $C_{10}H_{21}NaO_3S$

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 を参照．

***n*－デシルトリメチルアンモニウム臭化物** $C_{13}H_{30}NBr$ 白色の粉末である．融点：約232℃(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 $C_{13}H_{30}NBr$

***n*－デシルトリメチルアンモニウム臭化物試液，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．

テストステロン $C_{19}H_{28}O_2$ 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3530 cm^{-1}，3380 cm^{-1}，1612 cm^{-1}，1233 cm^{-1}，1067 cm^{-1}及び1056 cm^{-1}付近に吸収を認める．

テストステロンプロピオン酸エステル $C_{22}H_{32}O_3$ [医薬品各条]

テセロイキン用細胞懸濁液 細胞懸濁液，テセロイキン用 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照.

テセロイキン用発色試液 発色試液，テセロイキン用 を参照.

テセロイキン用普通カンテン培地 普通カンテン培地，テセロイキン用 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

デソキシコール酸ナトリウム $C_{24}H_{39}NaO_4$ 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℃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・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.

鉄試験用アスコルビン酸 L－アスコルビン酸 を参照.

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 を参照.

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.

テトラクロロ金試液 テトラクロロ金(Ⅲ)酸試液 を参照.

テトラクロロ金(Ⅲ)酸四水和物 $HAuCl_4・4H_2O$ [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の粉末で，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 μg(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[μg(力価)]は次式により求める.

テトラサイクリン($C_{22}H_{24}N_2O_8$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：テトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

テトラサイクリン塩酸塩 $C_{22}H_{24}N_2O_8・HCl$ 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.

テトラデシルトリメチルアンモニウム臭化物 $CH_3(CH_2)_{13}N(CH_3)_3Br$ 白色の粉末である.

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0.5 gを精密に量り，水100 mLに溶かし，水／硝酸混液(2：1) 5 mL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＝33.64 mg $C_{17}H_{38}NBr$

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℃) 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 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]

テトラフェニルボロンカリウム試液 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，生じた沈殿を洗する．沈殿の1／3量をとり，水100 mLを加えて約50℃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．

テトラフェニルボロンナトリウム テトラフェニルホウ酸ナトリウム を参照．

テトラ－*n*－ブチルアンモニウム塩化物 $C_{16}H_{36}ClN$ 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＝27.79 mg $C_{16}H_{36}ClN$

テトラ－*n*－ブチルアンモニウム臭化物 $[CH_3(CH_2)_3]_4NBr$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，僅かに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉 101 ～ 105℃

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 $C_{16}H_{36}NBr$

テトラブチルアンモニウム硫酸水素塩 $C_{16}H_{37}NO_4S$ 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：ブ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 $C_{16}H_{37}NO_4S$

テトラブチルアンモニウムリン酸二水素塩 $(C_4H_9)_4NH_2PO_4$ 白色の粉末で，水にやや溶けやすい．ただし，エリブリンメシル酸塩に用いる場合は，「エリブリンメシル酸塩」の純度試験(2)のシステム適合性を準用して試験を行うとき，グラジエント部分に出現するピークの高さが，標準溶液から得られるエリブリンのピークの高さの6倍以下である．

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 mg $(C_4H_9)_4NH_2PO_4$

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 mol/L塩酸1 mL＝25.95 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 mol/L塩酸1 mL＝259.5 mg $C_{16}H_{37}NO$

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 mol/L塩酸1 mL＝259.5 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 mol/L塩酸1 mL＝25.95 mg $C_{16}H_{37}NO$

テトラ－*n*－プロピルアンモニウム臭化物 $[CH_3CH_2CH_2]_4NBr$ 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 $C_{12}H_{28}NBr$

テトラブロムフェノールフタレインエチルエステル試液　テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液　を参照．

テトラブロムフェノールフタレインエチルエステルカリウム塩　テトラブロモフェノールフタレインエチルエステルカリウムを参照．

テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液　テトラブロモ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．

テトラブロモフェノールフタレインエチルエステルカリウム　$C_{22}H_{13}Br_4KO_4$　[K 9042，特級]

テトラ－*n*－ヘプチルアンモニウム臭化物　$[CH_3(CH_2)_6]_4NBr$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，僅かに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　89～93℃

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 $C_{28}H_{60}NBr$

テトラ－*n*－ペンチルアンモニウム臭化物　$[CH_3(CH_2)_4]_4NBr$　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℃

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℃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[$(CH_3)_4NOH$]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[$(CH_3)_4NOH$]の量の±0.2%である．

不揮発性残分　0.02%以下(5 mL，105℃，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[$(CH_3)_4NOH$]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 $C_4H_{13}NO$

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)を加えて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[$(CH_3)_4NOH$：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：ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液)．

0.1 mol/L塩酸1 mL＝9.115 mg $C_4H_{13}NO$

***N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン**　$(CH_3)_2NCH_2CH_2N(CH_3)_2$　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　$(CH_3)_4Si$　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　$C_{16}H_{22}Cl_2N_2 \cdot 2H_2O$　白色～微赤白色の結晶性粉末．

デバルダ合金　[K 8653，窒素分析用]

デヒドロコリダリン硝化物，定量用　$C_{22}H_{24}N_2O_7$　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，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．融点：約240℃(分解)．

吸光度〈2.24〉　$E_{1\,cm}^{1\%}$(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

(1)　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／酢酸アンモニウム溶液(3→10)／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．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム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)　類縁物質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，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」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

面積測定範囲：硝酸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」の定量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，標準溶液5 μLから得たデヒドロコリダリンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

デヒドロコリダリン硝化物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{22}H_{24}N_2O_7$　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，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．融点：約240℃(分解).

純度試験　類縁物質　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を用いて調製した薄層板にスポットし，速やかにメタノール／酢酸アンモニウム溶液(3→10)／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，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，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．

***N*-デメチルエリスロマイシン**　$C_{36}H_{65}NO_{13}$　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**　$C_{40}H_{74}N_2O_{15}$　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．

デメトキシクルクミン　$C_{20}H_{18}O_5$　黄色～橙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)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：166 ～ 170℃.

確認試験　本品のメタノール溶液(1→400000)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416 ～ 420 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質

（1）　本品4 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20 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を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール混液(19：1)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，試料溶液から得たR_f値0.3付近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．

（2）　本品1.0 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20 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，試料溶液のデメトキシクルクミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデメトキシクルクミ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「ウコン」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：可視吸光光度計(測定波長：422 nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメトキシクルクミンの保持時間の約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「ウコン」の定量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10 μLから得たデメトキシクルクミンのピーク面積が，標準溶液のデメトキシクルクミンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

テモカプリル塩酸塩，定量用　$C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl　[医薬品各条，「テモカプリル塩酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl：513.07) 99.5%以上を含むもの]

テルビナフィン塩酸塩，定量用　$C_{21}H_{25}N$・HCl　[医薬品各条，「テルビナフィン塩酸塩」]

テルフェニル　$C_{18}H_{14}$　白色の結晶性の粉末である．

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．

融点〈2.60〉　208 ～ 213℃

***p*-テルフェニル**　テルフェニル　を参照.

デルマタン硫酸エステル　ブタ皮又はブタ小腸をアルカリ抽出後，プロテアーゼ消化し，アルコール分画法により精製したムコ多糖．セルロースアセテート膜電気泳動を行い，トルイジンブルーO溶液(1→200)に浸して染色するとき，単一バンドである．

膜電気泳動条件

セルロースアセテート膜：幅6 cm×長さ10 cm

移動相：酢酸カルシウム一水和物52.85 gを水に溶かし，1000 mLとする．

泳動時間：3時間(1.0 mA/cm)

テルミサルタン，定量用　$C_{33}H_{30}N_4O_2$　[医薬品各条，「テルミサルタン」]

テレビン油　[医薬品各条]

テレフタル酸　$C_6H_4(COOH)_2$　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 $C_8H_6O_4$

テレフタル酸ジエチル　$C_6H_4(COOC_2H_5)_2$　白色～帯微褐白色

の結晶又は塊である．

融点〈*2.60*〉 44 ～ 46℃

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．

$$含量(\%)=\frac{テレフタル酸ジエチルのピーク面積}{それぞれの成分のピーク面積の総和}\times 100$$

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填する．

カラム温度：200℃付近の一定温度

キャリヤーガス及び流量：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分に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，でんぷん，特級]

デンプン，溶性 [K 8659，でんぷん(溶性)，1級]

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．

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．

でんぷ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，でんぷん消化力試験用 を参照．

でんぷん消化力試験用フェーリング試液 フェーリング試液，でんぷん消化力試験用 を参照．

銅 Cu [K 8660，特級]

銅(標準試薬) Cu JIS K 8005の容量分析用標準物質のほか，容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる．

銅試液，タンパク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．

銅試液，アルカリ性 無水炭酸ナトリウム2 gを希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(2)，アルカリ性 無水炭酸ナトリウム20 gを希水酸化ナトリウム試液に溶かして1000 mLとし，A液とする．硫酸銅(Ⅱ)五水和物0.5 gを酒石酸ナトリウムカリウム四水和物溶液(1→100)に溶かして100 mLとし，B液とする．A液50 mLにB液1 mLを加える．用時製する．

銅溶液，アルカリ性 銅試液，タンパク質含量試験用アルカリ性 を参照．

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差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．さらに約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：調製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：調製した液中の銅(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)

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　を参照．

トウヒ　[医薬品各条]

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．灰橙黄色，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]

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]

ドキセピン塩酸塩　$C_{19}H_{21}NO \cdot HCl$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：185 ～ 191℃．

ドキソルビシン塩酸塩　$C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$　[医薬品各条]

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℃

トコフェロール　$C_{29}H_{50}O_2$　[医薬品各条]

トコフェロールコハク酸エステル　$C_{33}H_{54}O_5$　トコフェロールコハク酸エステルカルシウム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℃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，僅かに黄色を帯びた固体となる．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(286 nm)：38.0 ～ 42.0 (10 mg，クロロホルム，100 mL)．

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム　$C_{66}H_{106}CaO_{10}$　[医薬品各条]

トコフェロール酢酸エステル　$C_{31}H_{52}O_3$　[医薬品各条]

ドセタキセル水和物　[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℃で測定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，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*〉の硫黄の定量操作法により試験を行う．

0.005 mol/L過塩素酸バリウム液1 mL
＝1.742 mg $C_{18}H_{29}SO_3Na$

ドパミン塩酸塩，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]

トラガント末　[医薬品各条]

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．

トラニラスト，定量用　$C_{18}H_{17}NO_5$　[医薬品各条，「トラニラスト」ただし，乾燥したものを定量するとき，トラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$) 99.5%以上を含むもの]

トリア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　を参照．

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^{25}_4：0.722 ～ 0.730

沸点〈*2.57*〉　89 ～ 90℃

トリエチルアミン，エポエチンベータ用　$(C_2H_5)_3N$　無色澄明の液である．

比重〈*2.56*〉　d^{20}_4：0.724 ～ 0.730

水分〈*2.48*〉　0.2%以下．

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 3.2に調整する．

1%トリエチルアミン・リン酸緩衝液，pH 3.0　トリエチルアミン10 gを水950 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 3.0に調整した後，正確に1000 mLとする．

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)を加えてpH 5.0に調整した後，水を加えて1000 mLとする．

トリエンチン塩酸塩，定量用　$C_6H_{18}N_4 \cdot 2HCl$　[医薬品各条，「トリエンチン塩酸塩」又は「トリエンチン塩酸塩」を次の精製法により精製したもの．ただし，換算した乾燥物に対し，トリエンチン塩酸塩($C_6H_{18}N_4 \cdot 2HCl$) 98.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

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5 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50 mLとする．この液3 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3 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2枚の薄層板にスポットする．1枚の薄層板は2－プロパノール／アンモニア水(28)混液(3：2)を展開溶媒として約6 cm展開した後，薄

層板を風乾する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧し，130℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点付近の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．残りの薄層板はアンモニア水(28)／ジエチルエーテル／アセトニトリル／エタノール(99.5)混液(10：4：3：3)を展開溶媒として同様に試験するとき，試料溶液から得た原点付近のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

精製法　「トリエンチン塩酸塩」に水を加えて加温しながら溶かし，エタノール(99.5)を加えて再結晶する．又は「トリエンチン塩酸塩」に水を加えて加温しながら溶かし，活性炭を加えて冷暗所に一夜放置し，ろ過する．ろ液にエタノール(99.5)を加えて冷暗所に放置し，再結晶する．結晶をエタノール臭がなくなるまで40℃で減圧(0.67 kPa以下)乾燥する．

トリクロル酢酸　トリクロロ酢酸　を参照．

トリクロロエチレン　C_2HCl_3　[K 8666，特級]

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・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 μL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_3F　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℃

トリシン　$C_6H_{13}NO_5$　白色の結晶性の粉末．融点：182 ～ 184℃(分解)．

トリス塩緩衝液，0.02 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2.4 g及び塩化ナトリウム29.2 gを水に溶かし，塩酸を加えてpH 7.5に調整した後，水を加えて1000 mLとする．

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℃で90分間，高圧蒸気滅菌する．

トリス緩衝液，0.02 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2.4 gを水800 mLに溶かし，1 mol/L塩酸試液を加えてpH 7.4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 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 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 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 7.3　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を水に溶かし，塩酸又は6 mol/L塩酸試液を加えてpH 7.3に調整した後，水を加えて200 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 8.0に調整し，水を加えて200 mLとする．

トリス緩衝液，0.2 mol/L，pH 8.1　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を水に溶かし，1000 mLとした液に塩酸を加えてpH 8.1に調整する．

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 6.8に調整した後，水を加えて100 mLとし，必要ならばろ過する．

トリス緩衝液，0.5 mol/L，pH 8.1　2−アミノ−2−ヒドロキシメチル−1,3−プロパンジオール12.1 gを水100 mLに溶かし，1 mol/L塩酸試液を加えてpH 8.1に調整した後，水を加えて200 mLとする．

トリス緩衝液，1 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12.11 gを水90 mLに溶かし，塩酸を加えてpH 7.5に調整した後，水を加えて100 mLとする．

トリス緩衝液，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121 gを水800 mLに溶かし，塩酸を加えてpH 8.0に調整した後，水を加えて1000 mLとし，高圧蒸気滅菌する．

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 8.8に調整した後，水を加えて100 mLとし，必要ならばろ過する．

トリス緩衝液，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30.3 g及びラウリル硫酸ナトリウム2.0 gを水800 mLに溶かし，5 mol/L塩酸試液を加えてpH 6.8に調整し，水を加えて1000 mLとする

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 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 8.3　2−アミノ−2−ヒドロキシメチル−1,3−プロパンジオール3.03 g，ラウリル硫酸ナトリウム1.0 g及びグリシン14.4 gを水900 mLに溶かし，5 mol/L塩酸試液を加えてpH 8.3に調整し，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 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22.7 g及びラウリル硫酸ナトリウム1.5 gを水140 mLに溶かし，5 mol/L塩酸試液を加えてpH 8.8に調整し，水を加えて200 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．

トリス緩衝液・塩化ナトリウム試液，0.01 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1.2 g，塩化ナトリウム29.2 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 7.4に調整した後，水を加えて1000 mLとする．

トリス・塩化カルシウム緩衝液，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6.1 g及び塩化カルシウム二水和物15 mgを水800 mLに溶かし，希塩酸を加えてpH 6.5に調整し，水を加えて1000 mLとする．

トリス・塩化ナトリウム緩衝液，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2.42 g及び塩化ナトリウム1.64 gを水900 mLに溶かし，希塩酸を加えてpH 8.0に調整し，水を加えて1000 mLとする．

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・グリシン緩衝液，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1.22 g，グリシン0.76 g，塩化ナトリウム8.8 g及びポリソルベート80 0.1 gを水800 mLに溶かし，1 mol/L塩酸試液を加えてpH 6.8に調整し，水を加えて1000 mLとする．

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・酢酸緩衝液，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1.2 gを水800 mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH 8.0に調整し，水を加えて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　を参照．

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 $HOC_6H_2(NO_2)_3$

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，必要ならばろ過する．

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－トリニトロベンゼンスルホン酸　2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸二水和物　を参照．

2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸二水和物　$C_6H_2(NO_2)_3SO_3H \cdot 2H_2O$　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 $C_6H_2(NO_2)_3SO_3H$

2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム二水和物　$C_6H_2N_3NaO_9S \cdot 2H_2O$　白色～微黄色の結晶又は粉末である．

トリフェニルアンチモン　$Sb(C_6H_5)_3$　白色～微黄褐色の結晶又は結晶性の粉末若しくは塊である．

含量　95.0%以上．　**定量法**　本品約0.3 gを精密に量り，エタノール(95) 100 mLに溶かし，炭酸水素ナトリウム1 gを加え，0.05 mol/Lヨウ素液で滴定する．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝17.65 mg $Sb(C_6H_5)_3$

トリフェニルクロルメタン　トリフェニルクロロメタン　を参照．

トリフェニルクロロメタン　$(C_6H_5)_3CCl$　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℃

2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム塩酸塩　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム　を参照．

2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム塩酸塩試液　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液　を参照．

トリフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{19}H_{15}OH$　白色の粉末である．

純度試験　本品0.1 gをメタノール100 mLに溶かした液につき，「ジドブジン」の純度試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.73の主スポット以外のスポットを認めない．

トリフェニルメタン $C_{19}H_{16}$ 白色～微黄色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 93 ～ 95℃

トリプシン ウシ膵臓又はブタ膵臓より製し，次の試験に適合するもの又は生化学用に製造したもの．白色～淡黄色の結晶又は粉末である．

乾燥減量 5.0%以下(60℃，減圧，4時間)．

含量 本品1 mgは220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，1 mL中に約3000トリプシン単位を含む液となるように0.001 mol/L塩酸試液に溶かす．この液の適量をとり，1 mL中約40トリプシン単位を含む液となるように0.001 mol/L塩酸試液を加え，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液を加えてpH 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85.7 mg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℃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℃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当たりのトリプシン単位を求める．ただし，1トリプシン単位とは1分間当たり0.003の吸光度変化を生じる酵素量である．

本品1 mg中のトリプシン単位＝A／0.003 × 1／M

M: 試料溶液0.2 mL中の本品のmg数

貯法 冷所に保存する．

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10 mg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℃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，エポエチンアルファ液体クロマトグラフィー用 ウシすい臓由来．25℃，pH 8.2において1分間に1 μmolの*p*－トルエンスルホニル－L－アルギニンメチルエステルを加水分解するのに要する酵素量を1単位とするとき，本品1 mgは180単位以上を含む．

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を細胞毒性試験用リン酸塩緩衝液に溶かして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．

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，エポエチンアルファ用 エポエチンアルファ液体クロマトグラフィー用トリプシン0.5 mgを水2.5 mLに溶かす．

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．

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℃，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．

L－トリプトファン $C_{11}H_{12}N_2O_2$ [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．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.535

沸点〈2.57〉 72 ～ 73℃

トリフルオロ酢酸，エポエチンベータ用 CF_3COOH 無色澄明の液である．

純度試験 本品の50 vol%溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長270 nmで0.10以下，280 nmで0.02以下及び300 ～ 400 nmで0.01以下である．

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．

トリフルオロメタンスルホン酸アンモニウム 白色の結晶又は結晶性粉末である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のATR法により測定するとき，波数3190cm^{-1}，3090 cm^{-1}，1227 cm^{-1}，1164 cm^{-1}及び1032 cm^{-1}付近に吸収を認める．

トリメタジジン塩酸塩，定量用 $C_{14}H_{22}N_2O_3$・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($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl) 99.0%以上を含むもの]

トリメチルシリルイミダゾール $C_6H_{12}N_2Si$ 無色～微黄色の

澄明な液である．

屈折率 〈2.45〉 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 $(CH_3)_3SiCH_2CH_2CH_2SO_3Na$ 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 $(CH_3)_3SiCD_2CD_2COONa$ 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 を参照．

トルイジンブルーO $C_{15}H_{16}ClN_3S$ 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** $C_8H_8O_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点 〈2.60〉 102 ～ 105℃

含量 98.0%以上．

トルエン $C_6H_5CH_3$ [K 8680，特級]

***o*－トルエンスルホンアミド** $C_7H_9NO_2S$ 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℃

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(5)の条件に従い，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 $C_7H_9NO_2S$

***p*－トルエンスルホンアミド** $CH_3C_6H_4SO_2NH_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約137℃．

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，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／メタノール／シクロヘキサン／薄めたアンモニア水(28) (10→11)混液(200：100：60：23)を展開溶媒として約12 cm展開した後，薄層板を風乾する．これを110℃で10分間加熱し，直ちに塩素に2分間さらした後，薄層板の原線より下の部分にヨウ化カリウムデンプン試液1滴を滴加したとき極めて薄い青色を呈するまで冷風を当てる．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，R_f値約0.6の主スポット以外のスポットを認めない．

トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 $C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$ [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参照．

***p*－トルエンスルホン酸一水和物** $CH_3C_6H_4SO_3H \cdot H_2O$ [K 8681，特級]

トルブタミド $C_{12}H_{18}N_2O_3S$ [医薬品各条]

L－トレオニン $C_4H_9NO_3$ [医薬品各条]

ドロキシドパ，定量用 $C_9H_{11}NO_5$ [医薬品各条，「ドロキシドパ」ただし，乾燥したものを定量するとき，ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$) 99.5%以上を含むもの]

トロンビン [医薬品各条]

ナイルブルー $C_{20}H_{20}ClN_3O$ 青緑色の粉末である．

ナトリウム Na [K 8687，特級]

ナトリウム，金属 ナトリウム を参照．

ナトリウムペンタシアノアンミンフェロエート ペンタシアノアンミン鉄(II)酸ナトリウム*n*水和物 を参照．

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ [K 8905，特級]

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・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．

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸セリウム(Ⅳ)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・硫酸セリウム(Ⅳ)試液 を参照．

ナファゾリン塩酸塩 $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$ [医薬品各条]

ナファゾリン硝酸塩 $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$ [医薬品各条]

ナファゾリン硝酸塩，定量用 $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$ [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($C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$) 99.0%以上を含むもの]

ナフタレン $C_{10}H_8$ 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℃

1,3－ナフタレンジオール $C_{10}H_8O_2$ 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℃．

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 2－ナフタレンスルホン酸一水和物 を参照．

2－ナフタレンスルホン酸一水和物 $C_{10}H_8O_3S \cdot H_2O$ 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：ブ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 $C_{10}H_8O_3S$

2－ナフタレンスルホン酸ナトリウム　$C_{10}H_7NaO_3S$　微褐色の結晶又は粉末である．

含量　98.0%以上．

1－ナフチルアミン　$C_{10}H_7NH_2$　[K 8692，特級]　遮光して保存する．

α－ナフチルアミン　1－ナフチルアミン　を参照．

***N*－1－ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩**　$C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \cdot 2HCl$　[K 8197，特級]

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．

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　を参照．

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　を参照．

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]

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　$C_{10}H_5NaO_5S$　黄色～橙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℃)．

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．

ナフトピジル，定量用　$C_{24}H_{28}N_2O_3$　[医薬品各条，「ナフトピジル」ただし，乾燥したものを定量するとき，ナフトピジル($C_{24}H_{28}N_2O_3$) 99.5%以上を含むもの]

1－ナフトール　$C_{10}H_7OH$　[K 8698，特級]　遮光して保存する．

2－ナフトール　$C_{10}H_7OH$　[K 8699，特級]　遮光して保存する．

α－ナフトール　1－ナフトール　を参照．

β－ナフトール　2－ナフトール　を参照．

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－ナフトール試液　1－ナフトール試液　を参照．

β－ナフトール試液　2－ナフトール試液　を参照．

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．

***p*－ナフトールベンゼイン**　$C_{27}H_{18}O_2$　[K 8693，特級]

α－ナフトールベンゼイン　*p*－ナフトールベンゼイン　を参照．

***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．

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　を参照．

ナフトレゾルシン・リン酸試液　1,3－ジヒドロキシナフタレン0.2 gをエタノール(99.5)に溶かし，100 mLとする．この液にリン酸10 mLを混和する．

ナマルバ細胞　バーキットリンパ腫の患者から取り出されたBリンパ芽球由来のヒト株化細胞である．

ナリジクス酸　$C_{12}H_{12}N_2O_3$　[医薬品各条]

ナリンギン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{27}H_{32}O_{14}$　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℃(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 μL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0.4付近の主スポット以外にスポットを認めない．

ナルトグラスチム試験用ウシ血清アルブミン試液　ウシ血清アルブミン試液，ナルトグラスチム試験用　を参照．

ナルトグラスチム試験用継代培地　継代培地，ナルトグラスチム試験用　を参照．

ナルトグラスチム試験用洗浄液　洗浄液，ナルトグラスチム試験用　を参照．

ナルトグラスチム試験用ブロッキング試液　ブロッキング試液，ナルトグラスチム試験用　を参照．

ナルトグラスチム試験用分子量マーカー　分子量マーカー，ナルトグラスチム試験用　を参照．

ナルトグラスチム試験用力価測定培地　力価測定培地，ナルトグラスチム試験用　を参照．

ナルトグラスチム試料用還元緩衝液　還元緩衝液，ナルトグラスチム試料用　を参照．

ナルトグラスチム試料用緩衝液　緩衝液，ナルトグラスチム試料用　を参照．

ナルトグラスチム用ポリアクリルアミドゲル　ポリアクリルアミドゲル，ナルトグラスチム用　を参照．

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．

ニカルジピン塩酸塩，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($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl) 99.0%以上を含むもの]

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，肉様のにおいがある．

肉製ペプトン ペプトン，肉製 を参照．

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) $K_2Cr_2O_7$ JIS K 8005の容量分析用標準物質のほか，容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる．

ニクロム酸カリウム試液 二クロム酸カリウム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 二クロム酸カリウム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^+ただし，次の試験に適合するもの．]

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試液 β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド(β－NAD) 40 mgを水10 mLに溶かす．用時製する．

β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド還元型(β－NADH) $C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$・Na_2 白色～淡黄白色の粉末である．

吸光度比 本品のpH 7.4のリン酸塩緩衝液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉で試験を行う．波長260 nm及び340 nmの吸光度を測定し，波長340 nmの吸光度(A_{340})に対する波長260 nmの吸光度(A_{260})の比A_{260}／A_{340}を求めるとき2.2 ～ 2.4である．

水分〈2.48〉 8.0%以下 (0.3 g，容量滴定法，直接滴定)．

β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド還元型試液 β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド還元型(β－NADH) 0.4 mgをpH 8.0の0.6 mol/L 2,2′,2″－ニトリロトリエタノール塩酸塩緩衝液1 mLに溶かす．用時製する．

ニコチン酸 $C_6H_5NO_2$ 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2440 cm^{-1}，1707 cm^{-1}，1418 cm^{-1}，811 cm^{-1}，747 cm^{-1}及び641 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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 *N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン二酢酸塩 を参照．

二酸化硫黄 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．

二酸化イオウ 二酸化硫黄 を参照．

二酸化セレン SeO_2 白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→100) 10 mLに塩化スズ(Ⅱ)試液2 mLを加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

(2) 本品の水溶液(1→100) 10 mLに薄めた塩酸(2→3) 1 mLを加え，これにヨウ化カリウム試液1 mLを加えるとき，褐色を呈する．

含量 97.0%以上． **定量法** 本品約0.6 gを精密に量り，水に溶かし，正確に200 mLとする．この液20 mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水80 mL，ヨウ化カリウム3 g及び薄めた塩酸(2→3) 5 mLを加えて5分間暗所に放置後，0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液)．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液1 mL＝2.774 mg SeO_2

二酸化炭素 CO_2 [医薬品各条]

二酸化チタン 酸化チタン(Ⅳ) を参照．

二酸化チタン試液 酸化チタン(Ⅳ)試液 を参照．

二酸化鉛 酸化鉛(Ⅳ) を参照．

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．

二次抗体試液 エポエチンアルファ用ブロッキング試液1.5 mLとアジ化ナトリウム・リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液13.5 mLを混和し，ビオチン化ウマ抗マウスIgG抗体1滴を加える．

二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH測定用 $KH_3(C_2O_4)_2$・$2H_2O$ [K 8474，二しゅう酸三水素カリウム二水和物，pH標準液用]

ニセルゴリン，定量用 $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$ [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($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$) 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℃で2時間減圧乾燥する．

ニトリロ三酢酸 $C_6H_9NO_6$ 白色の結晶性の粉末である．融点：約240℃(分解)．

確認試験 本品を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1718 cm^{-1}，1243 cm^{-1}，1205 cm^{-1}，968 cm^{-1}，903 cm^{-1}，746 cm^{-1}及び484 cm^{-1}付近に吸収を認める．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間).
含量　97.0%以上.　**定量法**　本品約0.2 gを精密に量り，水50 mLに加熱して溶かし，冷後，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＝9.557 mg $C_6H_9NO_6$

2,2′,2″－ニトリロトリエタノール　$(CH_2CH_2OH)_3N$　[K 8663，特級]

2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液，pH 7.8　2,2′,2″－ニトリロトリエタノール149.2 gを水約4500 mLに溶かし，薄めた6 mol/L塩酸試液(2→3)を加えてpH 7.8に調整した後，水を加えて5000 mLとする．

2,2′,2″－ニトリロトリエタノール塩酸塩　$(CH_2CH_2OH)_3N$・HCl　本品は白色の結晶又は粉末である．
純度試験　溶状　本品1 gを水に溶かし，20 mLとした液は澄明である．
含量　98%以上.　**定量法**　本品0.3 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，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＝18.57 mg $(CH_2CH_2OH)_3N$・HCl

2,2′,2″－ニトリロトリエタノール塩酸塩緩衝液，0.6 mol/L，pH 8.0　2,2′,2″－ニトリロトリエタノール塩酸塩5.57 gを水40 mLに溶かし，5 mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH 8.0に調整した後，水を加えて50 mLとする．

ニトレンジピン，定量用　$C_{18}H_{20}N_2O_6$　[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($C_{18}H_{20}N_2O_6$) 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．]

3－ニトロアニリン　$C_6H_6N_2O_2$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．
融点〈2.60〉　112 ～ 116℃

4－ニトロアニリン　$C_6H_4NO_2NH_2$　黄色～帯黄赤色の結晶又は結晶性の粉末である．
融点〈2.60〉　147 ～ 150℃
貯法　遮光した気密容器.

***p*－ニトロアニリン**　4－ニトロアニリン　を参照.

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　を参照.

ニトロエタン　$C_2H_5NO_2$
密度〈2.56〉　1.048 ～ 1.053 g/cm^3 (20℃)
水分〈2.48〉　本品1 g中，水分は1 mg以下である．

4－ニトロ塩化ベンジル　$O_2NC_6H_4CH_2Cl$　薄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℃
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℃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($C_7H_6ClNO_2$)の量(mg)
＝塩化銀(AgCl)の量(mg) × 1.1972

***p*－ニトロ塩化ベンジル**　4－ニトロ塩化ベンジル　を参照.

4－ニトロ塩化ベンゾイル　$O_2NC_6H_4COCl$　淡黄色の結晶である．
融点〈2.60〉　70 ～ 74℃
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℃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($C_7H_4ClNO_3$)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　を参照.

1－ニトロソ－2－ナフトール　$C_{10}H_7NO_2$　黄褐色～赤褐色の結晶性の粉末である．
融点〈2.60〉　106 ～ 110℃
貯法　遮光した気密容器.

α－ニトロソ－β－ナフトール　1－ニトロソ－2－ナフトール　を参照.

1－ニトロソ－2－ナフトール試液　1－ニトロソ－2－ナフトール60 mgを酢酸(100) 80 mLに溶かし，水を加えて100 mLとする．

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　を参照.

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　$C_{10}H_5NNa_2O_8S_2$　黄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試験を行うとき，波数3400 cm^{-1}，1639 cm^{-1}，1451 cm^{-1}，1270 cm^{-1}，1231 cm^{-1}，1173 cm^{-1}，1049 cm^{-1}，848 cm^{-1}及び662 cm^{-1}付近に吸収を認める．
貯法　遮光した気密容器.

2－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド　$C_{12}H_{15}NO_8$　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℃
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℃，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　を参照．

2－ニトロフェノール　$C_6H_5NO_3$　黄色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　44.5 ～ 49.0℃

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℃

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]

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　を参照．

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　を参照．

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℃

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℃

***o*－ニトロベンズアルデヒド**　2－ニトロベンズアルデヒド　を参照．

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，氷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，氷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　を参照．

***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　を参照．

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℃(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　を参照．

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　を参照．

ニフェジピン　$C_{17}H_{18}N_2O_6$　[医薬品各条]

ニフェジピン，定量用　$C_{17}H_{18}N_2O_6$　[医薬品各条，「ニフェジピン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$) 99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品25 mgを移動相25 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 mLとする．この液2 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，試料溶液のニフェジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニフェジピンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm 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填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めた 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液(1→5)混液(11：9)にリン酸を加えて pH 6.1 に調整する．

流量：ニフェジピンの保持時間が約 6 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ニフェジピンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 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 から得たニフェジピンのピーク面積が，標準溶液のニフェジピンのピーク面積の 18 ～ 32%になることを確認する．

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，ニフェジピ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 4000 段以上，1.2 以下である．

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，ニフェジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

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．

L－乳酸ナトリウム液，定量用　$C_3H_5NaO_3$　[医薬品各条，「L－乳酸ナトリウム液」]

乳製カゼイン　カゼイン，乳製　を参照．

乳糖　乳糖一水和物　を参照．

乳糖一水和物　$C_{12}H_{22}O_{11}\cdot H_2O$　[医薬品各条，「乳糖水和物」]

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，ペニシリウム由来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．

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，ブ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℃で15 ～ 30分間，1日1回，3日間，間けつ滅菌するか，又は121℃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．

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　$C_{15}H_{17}N_4Cl$　僅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．

ニュートラルレッド・ウシ血清加イーグル最小必須培地　*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含み，炭酸水素ナトリウムを含まないウシ血清加イーグル最小必須培地にニュートラルレッド溶液(1→100)を加え，水酸化ナトリウム試液を加えてpH 6.7 ～ 6.8に調整する．

尿素　H_2NCONH_2　[K 8731，特級]

尿素・EDTA試液　尿素48.0 g及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物0.2 gをpH 8.1の0.5 mol/Lトリス緩衝液に溶かし，100 mLとする．

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]

ニワトコレクチン　日本ニワトコ又は西洋ニワトコに由来するレクチンで末端にα2,6結合したシアル酸を持つ糖鎖を特異的に認識する．

ニワトコレクチン試液　ビオチン標識ニワトコレクチンを濃度が10 μg/mLとなるようにpH 7.4の0.01 mol/Lトリス緩衝液・塩化ナトリウム試液で薄める．用時製する．

ニワトリ赤血球浮遊液，0.5 vol%　健康なニワトリから採血した血液を遠心分離して上澄液を除き，残留物に0.01 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて45 mLとし，懸濁した後に遠心分離する．上澄液を除き，同様の操作を3回繰り返す．残留物の中間層5 mLを量り，0.01 mol/Lリン酸塩緩衝液40 mLを加えて懸濁し，遠心分離する．上澄液を除き，残留物の中間層3 mLを量り，0.01 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLを加えて懸濁し，遠心分離する．上澄液を除き，残留物の中間層2 mLを量り，0.01 mol/Lリン酸塩緩衝液18 mLを加えて懸濁する．この液10 mLを量り，0.01 mol/Lリン酸塩緩衝液190 mLを加えて懸濁する．

ニンヒドリン　$C_9H_6O_4$　[K 8870，特級]

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．

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　を参照．

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10 mgを水に溶かし，50 mLとする．用時製する．

ニンヒドリン・エタノール試液，噴霧用　ニンヒドリン1 gをエタノール(95) 50 mLに溶かす．

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　を参照．

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・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．

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・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．

ネオカルチノスタチン　$C_{511}H_{768}N_{132}O_{179}S_4$　本品は白色～微黄白色の粉末である．

確認試験　本品の水溶液(1→3000)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270 ～ 275 nmに吸収の極大を示し，波長288 ～ 292 nm及び330 ～ 360 nmに吸収の肩を示す．

純度試験　本品10 mgを移動相に溶かし，50 mLとし，試料溶液とする．試料溶液0.25 mL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，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ネオカルチノスタチンの量を求めるとき，90.0%以上である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：プレカラムとして内径7.5 mm，長さ75 mmのステンレス管に10 μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充填する．また，分離用カラムとして内径7.5 mm，長さ60 cmのステンレス管に10 μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充填し，連結する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.78 g及び無水リン酸水素二ナトリウム5.52 gを水に溶かし，1000 mLとする．

流量：ネオカルチノスタチンの保持時間が約21分になるように調整する．

面積測定範囲：ネオカルチノスタチンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液0.25 mLにつき，上記の条件で操作するとき，ネオカルチノスタ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2000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：試料溶液0.25 mLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ネオカルチノスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　10.0%以下(10 mg，電量滴定法)．

ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物　ネオカルチノスタチンとスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルが2：3の割合でアミド結合したもの．平均分子量約28400．本品は微黄色の粉末である．

確認試験　本品4 mgをとり，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，10 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長266 ～ 270 nmに吸収の極大を示し，波長257 ～ 262 nm，286 ～ 291 nm及び318 ～ 348 nmに吸収の肩を示す．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(268 nm)：13.0 ～ 17.5 (脱水物に換算したもの4 mg，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液，10 mL)．

純度試験

(i)　試液

溶液A　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール36.6 gを1 mol/L塩酸試液48 mL，*N*,*N*,*N*′,*N*′－テトラメチルエチレンジアミン0.23 mL及び水に溶かし，100 mLとする．

溶液B　アクリルアミド33.3 g及び*N*,*N*′－メチレンビスアクリルアミド0.89 gを水に溶かし，100 mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液C　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール5.98 gを1 mol/L塩酸試液48 mL，*N*,*N*,*N*′,*N*′－テトラメチルエチレンジアミン0.46 mL及び水に溶かし，100 mLとする．

溶液D　アクリルアミド10.0 g及び*N*,*N*′－メチレンビスアクリルアミド2.5 gを水に溶かし，100 mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液E　リボフラビン4 mgを水に溶かし，100 mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液F　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール3.0 g及びグリシン14.4 gを水に溶かし，500 mLとする．

試料用緩衝液　溶液C 50 mLに水20 mL及びグリセリン溶液(3→5) 10 mLを加える．

(ii)　ゲル

分離ゲル　溶液A 2.5 mLと溶液B 7.5 mLを混合する．この混合液及び用時調製したペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液(7→5000) 10 mLを減圧で脱気した後，混合する．この液を内径5 mm，長さ10 cmのガラス管に下端から7 cmまで流し込み，その上に水を静かに重層し，60分間静置してゲル化させる．ゲル化終了後，重層した水を除く．

濃縮ゲル　溶液C 1 mL，溶液D 2 mL，溶液E 1 mL及び水4 mLを混合した濃縮ゲル溶液を分離ゲルの上に0.2 mL流し込み，その上に水を静かに重層し，蛍光灯下で60分間静置してゲル化させる．ゲル化終了後，重層した水を除く．

(iii)　試料溶液　本品3.0 mgを，試料用緩衝液に溶かし，10 mLとする．

(iv)　操作法　ゲルを電気泳動装置に取り付ける．上部電極槽(陰極)に溶液F 200 mL及びブロモフェノールブルー溶液(1→100000) 2 mLの混合液を加え，下部電極槽(陽極)に溶液F 300 mLを加える．試料溶液100 μLを正確に量り，ゲルの上部に静かに重層した後，室温で泳動する．ブロモフェノールブルーの帯が濃縮ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり2 mAの電流を通じ，分離ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり4 mAの電流を通じる．ブロモフェノールブルーの帯が分離ゲル上端から5 cmに達したとき，泳動を終了させる．

(v)　染色及び脱色　クーマシーブリリアントブルーG－250 0.1 gをトリクロロ酢酸溶液(1→2) 100 mLに溶かし，用時，この液1容量と水2容量を混合した液に15時間浸して染色した後，酢酸(100)溶液(7→100)約20 mLに浸し，脱色する．この液をゲルの背景が無色になるまで繰り返し交換する．

(vi)　測定　デンシトメーターを用いて波長600 nmにおける吸光度よりネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物のピーク面積A_T及びそれ以外のピークの合計面積Aを測定し，次式によりネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の量を求めるとき，90.0%以上である．

ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の量(%)

$$= A_T / (A_T + A) \times 100$$

水分〈*2.48*〉　12.0%以下(10 mg，電量滴定法)．

濃クロモトロープ酸試液　クロモトロープ酸試液，濃　を参照．

濃クロモトロプ酸試液　クロモトロープ酸試液，濃　を参照．

濃厚乳糖ブイヨン，2倍　乳糖ブイヨン，2倍濃厚　を参照．

濃厚乳糖ブイヨン，3倍　乳糖ブイヨン，3倍濃厚　を参照．

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　を参照．

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*′,*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　を参照．

ノダケニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{20}H_{24}O_9$　白色の粉末である．水又はメタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．融点：約220℃(分解)．

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333 ～ 337 nmに吸収の極大を示す．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋50 ～ ＋68° (5 mg，メタノール，10 mL，100 mm)．

純度試験　類縁物質　本品1 mgをメタノール3 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5 μLにつき，「ゼンコ」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0.3付近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．

1－ノナンスルホン酸ナトリウム　$CH_3(CH_2)_8SO_3Na$　白色の結晶性の粉末で，水に溶けやすい．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1 g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　30 ～ 32%(0.5 g)．

ノニル酸バニリルアミド　$C_{17}H_{27}NO_3$　白色の結晶性の粉末で，僅かに特異なにおいがある．

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 μLずつを正確にとり，「トウガラシ」の定量法を準用し，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リ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リ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．

ノルトリプチリン塩酸塩　$C_{19}H_{21}N \cdot HCl$　[医薬品各条]

ノルトリプチリン塩酸塩，定量用　$C_{19}H_{21}N \cdot HCl$　[医薬品各条，「ノルトリプチリン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ノルトリプチリン塩酸塩($C_{19}H_{21}N \cdot HCl$) 99.0%以上を含むもの]

L－ノルロイシン　$C_6H_{13}NO_2$　白色の結晶又は粉末で，水に溶ける．

バイカリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{18}O_{11}$　淡黄色の結晶又は粉末である．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．

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}，1662 cm^{-1}，1492 cm^{-1}，1068 cm^{-1}及び685 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品1 mgをとり，メタノール1 mLを正確に加えて溶かした液10 μL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0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．

バイカリン－水和物，薄層クロマトグラフィー用　バイカリン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

バイカレイン，分離確認用　$C_{15}H_{10}O_5$　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．

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213 ～ 217 nm，273 ～ 277 nm及び321 ～ 325 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50 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液のバイカレイ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．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「柴胡桂枝湯エキス」の定量法(4) i)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：バイカレインの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，バイカレイ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5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：試料溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バイカレインのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

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参照．

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てpH 7.1 ～ 7.2に調整した後，ろ過滅菌する．この液に，56℃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クテオシド　ベルバスコシド，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用アサリニン　アサリニン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用アトロピン硫酸塩水和物　アトロピン硫酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用アマチャジヒドロイソクマリン　アマチャジヒドロイソクマリン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用アラントイン　アラントイン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用アリソールA　アリソールA，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用アレコリン臭化水素酸塩　アレコリン臭化水素酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用(*E*)－イソフェルラ酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液　(*E*)－イソフェルラ酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用イソプロメタジン塩酸塩　イソプロ

メタジン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ウンベリフェロン　ウンベリフェロン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム　スキサメトニウム塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用塩化ベルベリン　ベルベリン塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン　イソプロメタジン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン　ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用オイゲノール　オイゲノール，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用果糖　果糖，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用カプサイシン　(*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用(*E*)－カプサイシン　(*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ギンセノシドRb$_1$　ギンセノシド Rb$_1$，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ギンセノシドRg$_1$　ギンセノシド Rg$_1$，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用グリココール酸ナトリウム　グリココール酸ナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用4′－*O*－グルコシル－5－*O*－メチルビサミノール　4′－*O*－グルコシル－5－*O*－メチルビサミノール，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム水和物　グルコン酸カルシウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用クロロゲン酸　(*E*)－クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用(*E*)－クロロゲン酸　(*E*)－クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ゴシツ　ゴシツ，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用コプチシン塩化物　コプチシン塩化物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンb$_2$　サイコサポニン b$_2$，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用サルササポゲニン　サルササポゲニン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用シノメニン　シノメニン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩　ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン　1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩　1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用シャゼンシ　シャゼンシ，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸アレコリン　アレコリン臭化水素酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸スコポラミン　スコポラミン臭化水素酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム　ダクロニウム臭化物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用シンナムアルデヒド　(*E*)－シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用(*E*)－シンナムアルデヒド　(*E*)－シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用スキサメトニウム塩化物水和物　スキサメトニウム塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用スコポラミン臭化水素酸塩水和物　スコポラミン臭化水素酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用スコポレチン　スコポレチン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用スタキオース　スタキオース，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用セサミン　セサミン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム　タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ダクロニウム臭化物　ダクロニウム臭化物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用デオキシコール酸　デオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用デヒドロコリダリン硝化物　デヒドロコリダリン硝化物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用トリフェニルメタノール　トリフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ノダケニン　ノダケニン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用バイカリン　バイカリン一水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用バイカリン一水和物　バイカリン一水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ヒオデオキシコール酸　ヒオデオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸　10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　(*E*)－イソフェルラ酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ヒペロシド　ヒペロシド，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ヒルスチン　ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用プエラリン　プエラリン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用フェルラ酸シクロアルテニル　フェルラ酸シクロアルテニル，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ブタ胆汁末　ブタ胆汁末，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用(±)－プラエルプトリンA　(±)－プラエルプトリンA，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用プラチコジンD　プラチコジンD，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用フルオロキノロン酸　フルオロキノロン酸，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ペリルアルデヒド　ペリルアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ベルバスコシド　ベルバスコシド，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ベルベリン塩化物水和物　ベルベリン塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ベンゾイルメサコニン塩酸塩　ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用マグノロール　マグノロール，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用マンニノトリオース　マンニノトリオース，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ミリスチシン　ミリスチシン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド　(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用(*Z*)－リグスチリド試液　(*Z*)－リグスチリド試液，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用リモニン　リモニン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用硫酸アトロピン　アトロピン硫酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用リンコフィリン　リンコフィリン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ルチン　ルチン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム水和物　レボチロキシンナトリウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

薄層クロマトグラフィー用ロスマリン酸　ロスマリン酸，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

白糖　$C_{12}H_{22}O_{11}$　[医薬品各条，「精製白糖」]

バクモンドウ　[医薬品各条]

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．

バソプレシン　$C_{46}H_{65}N_{15}O_{12}S_2$　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，チロシンは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　を参照．

発煙硫酸　硫酸，発煙　を参照．

ハッカ　[医薬品各条]

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−L−イソロイシル−L−グルタミル−グリシル−L−アルギニル−*p*−ニトロアニリド・塩酸塩と*N*−ベンゾイル−L−イソロイシル−γ−メトキシグルタミル−グリシル−L−アルギニル−*p*−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℃，18時間)．

含量　表示量の95 ～ 105%．

パテントブルー　$C_{27}H_{31}N_2NaO_6S_2$　赤紫褐色～暗赤褐色の結晶性粉末～粉末，又は塊である．

確認試験

(1)　本品5 mgにエタノール(99.5) 20 mLを加えるとき，濃青色を呈する．

(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1580 cm^{-1}，1420 cm^{-1}，1340 cm^{-1}，1180 cm^{-1}，1150 cm^{-1}，1070 cm^{-1}，1030 cm^{-1}，910 cm^{-1}，790 cm^{-1}，700 cm^{-1}及び620 cm^{-1}付近に吸収を認める．

ハートインフュージョンカンテン培地　生化学用に製造したもの．

バナジン酸アンモニウム　バナジン(V)酸アンモニウム　を参照．

バナジン(V)酸アンモニウム　NH_4VO_3　[K 8747，特級]

バニリン　$C_6H_3CHO(OCH_3)(OH)$　白色～淡黄色の結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　80.5 ～ 83.5℃

貯法　遮光した気密容器．

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・硫酸試液　硫酸75 mLを氷冷したエタノール(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．

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・エタノール試液，噴霧用　バニリン3 gをエタノール(99.5) 30 mLに溶かし，希硫酸100 mLを加える．

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．

パパベリン塩酸塩　$C_{20}H_{21}NO_4$・HCl　[医薬品各条]

パパベリン塩酸塩，定量用　$C_{20}H_{21}NO_4$・HCl　[医薬品各条，「パパベリン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，パパベリン塩酸塩($C_{20}H_{21}NO_4$・HCl) 99.0%以上を含むもの]

バメタン硫酸塩　$(C_{12}H_{19}NO_2)_2$・H_2SO_4　[医薬品各条]

パラアミノサリチル酸カルシウム水和物，定量用　$C_7H_5CaNO_3$・$3\frac{1}{2}H_2O$　[医薬品各条，「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，パラアミノサリチル酸カルシウム($C_7H_5CaNO_3$) 99.0%以上を含むもの]

パラオキシ安息香酸　$C_7H_6O_3$　白色の結晶である．

融点〈2.60〉　212 ～ 216℃

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 $C_7H_6O_3$

パラオキシ安息香酸イソアミル　$C_{12}H_{16}O_3$　白色の結晶性の粉末で，僅かに特異なにおいがある．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℃

パラオキシ安息香酸イソブチル　$C_{11}H_{14}O_3$　無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．エタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　74 ～ 78℃

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約1 gを精密に量り，1 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え，約70℃で1時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 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う．

1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝194.2 mg $C_{11}H_{14}O_3$

パラオキシ安息香酸イソプロピル　$C_{10}H_{12}O_3$　無色の微細な結晶又は白色の結晶性の粉末である．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*〉　84 ～ 86℃

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約1 gを精密に量り，1 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え，約70℃で1時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 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う．

1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝180.2 mg $C_{10}H_{12}O_3$

パラオキシ安息香酸エチル　$HOC_6H_4COOC_2H_5$　[医薬品各条]

パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル　$C_{15}H_{22}O_3$　微黄色澄明の粘稠な液体である．本品はエタノール(99.5)と混和する．本品は水にほとんど溶けない．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約1 gを精密に量り，1 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え，約70℃で1時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 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う．

1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝250.3 mg $C_{15}H_{22}O_3$

パラオキシ安息香酸ブチル　$HOC_6H_4COOCH_2CH_2CH_2CH_3$　[医薬品各条]

パラオキシ安息香酸ブチル，分離確認用　$C_{11}H_{14}O_3$　無色の結晶又は白色の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(95)又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：68 ～ 71℃．

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い，本品のスペクトルと「パラオキシ安息香酸ブチル」の参照スペクトル又はパラオキシ安息香酸ブチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品50 mgをメタノール2.5 mLに溶かした後，移動相を加えて50 mLとする．この液10 mLを量り，移動相を加えて100 mLとし，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，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分析法により測定するとき，試料溶液のパラオキシ安息香酸ブチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のパラオキシ安息香酸ブチ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「パラオキシ安息香酸ブチル」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：パラオキシ安息香酸ブチルの保持時間の約1.5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10 μLから得たパラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積が，標準溶液のパラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチ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2500段以上，2.0以下である．

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，パラオキシ安息香酸ブチルのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

パラオキシ安息香酸プロピル　$HOC_6H_4COOCH_2CH_2CH_3$　[医薬品各条]

パラオキシ安息香酸プロピル，分離確認用　$C_{10}H_{12}O_3$　無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．メタノール，エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．融点：96 ～ 99℃．

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い，本品のスペクトルと「パラオキシ安息香酸プロピル」の参照スペクトル又はパラオキシ安息香酸プロピル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品50 mgをメタノール2.5 mLに溶かした後，移動相を加えて50 mLとする．この液10 mLを量り，移動相を加えて100 mLとし，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，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分析法により測定するとき，試料溶液のパラオキシ安息香酸プロピル以外のピークの合計面積は，標準溶液のパラオキシ安息香酸プロピ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「パラ

オキシ安息香酸プロピル」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：パラオキシ安息香酸プロピルの保持時間の約2.5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10 μLから得たパラオキシ安息香酸プロピルのピーク面積が，標準溶液のパラオキシ安息香酸プロピルのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピ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2500段以上，2.0以下である．

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，パラオキシ安息香酸プロピルのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

パラオキシ安息香酸ヘキシル $C_{13}H_{18}O_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点 〈2.60〉 49 ～ 53℃

含量 98.0%以上． **定量法** 本品約0.3 gを精密に量り，薄めた*N,N*－ジメチルホルムアミド(4→5) 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＝22.23 mg $C_{13}H_{18}O_3$

パラオキシ安息香酸ヘプチル $C_{14}H_{20}O_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点 〈2.60〉 45 ～ 50℃

含量 98.0%以上． **定量法** 本品約3.5 gを精密に量り，薄めた*N,N*－ジメチルホルムアミド(4→5) 50 mLに溶かし，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．

1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝236.3 mg $C_{14}H_{20}O_3$

パラオキシ安息香酸ベンジル $C_{14}H_{12}O_3$ 白色の微細な結晶又は結晶性の粉末である．本品はエタノール(95)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点 〈2.60〉 109 ～ 112℃

強熱残分 〈2.44〉 0.1%以下．

含量 99.0%以上． **定量法** 本品約1 gを精密に量り，1 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え，約70℃で1時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 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う．

1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝228.2 mg $C_{14}H_{12}O_3$

パラオキシ安息香酸メチル $HOC_6H_4COOCH_3$ [医薬各条]

パラオキシ安息香酸メチル，分離確認用 $C_8H_8O_3$ 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．メタノール，エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．融点：125 ～ 128℃．

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い，本品のスペクトルと「パラオキシ安息香酸メチル」の参照スペクトル又はパラオキシ安息香酸メチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品50 mgをメタノール2.5 mLに溶かした後，移動相を加えて50 mLとする．この液10 mLを量り，移動相を加えて100 mLとし，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，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分析法により測定するとき，試料溶液のパラオキシ安息香酸メチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のパラオキシ安息香酸メチ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「パラオキシ安息香酸メチル」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：パラオキシ安息香酸メチルの保持時間の約5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10 μLから得たパラオキシ安息香酸メチルのピーク面積が，標準溶液のパラオキシ安息香酸メチルのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチ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2500段以上，2.0以下である．

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，パラオキシ安息香酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

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－L－ロイシル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド二塩酸塩** $C_{23}H_{38}N_8O_5 \cdot 2HCl$ 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〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(316 nm)：214 ～ 236 (10 mg，水，500 mL)．

L－バリン $C_5H_{11}NO_2$ [医薬品各条]

L－バリン，定量用 $C_5H_{11}NO_2$ [医薬品各条，「L－バリン」ただし，乾燥したものを定量するとき，L－バリン($C_5H_{11}NO_2$) 99.0%以上を含むもの]

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．

バルサルタン $C_{24}H_{29}N_5O_3$ [医薬品各条]

バルバロイン，成分含量測定用 バルバロイン，定量用 を参照．

バルバロイン，定量用 $C_{21}H_{22}O_9$ バルバロイン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度 〈2.24〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(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の合計面積は，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

検出器及び面積測定範囲以外の試験条件は「アロエ」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300 nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバルバロインの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液(1) 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 μLから得たバルバ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 μLから得たバルバ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．

バルバロイン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{22}O_9$　淡黄色の結晶性の粉末で，メタノールに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　148℃

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，「アロエ」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値0.3付近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℃，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．さらにクロロホルム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 $C_8H_{11}N_2NaO_3$

バルプロ酸ナトリウム，定量用　$C_8H_{15}NaO_2$　[医薬品各条，「バルプロ酸ナトリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，バルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$) 99.0%以上を含むもの]

パルマチン塩化物　$C_{21}H_{22}ClNO_4$　黄褐色の結晶性の粉末である．

純度試験　類縁物質　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．試料溶液のパ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．

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]

パルミチン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用　$C_{17}H_{34}O_2$　白色の結晶又はロウ状の塊である．

凝固点〈*2.42*〉　25 ～ 31℃

パルミトレイン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用　$C_{17}H_{32}O_2$

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.876 ～ 0.881

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，でんぷん消化力試験用　あらかじめ，バレイショデンプン約1 gを精密に量り，105℃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　を参照．

パントテン酸カルシウム　$C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$　[医薬品各条]

ヒアルロニダーゼ　*Streptomyces albogriseolus*から得たもので，凍結乾燥した白色の粉末である．

含量　本品1アンプルはヒアルロニダーゼ100単位以上を含む．

定量法

(ⅰ)　試料溶液　本品1アンプルに冷水2 mLを正確に加えて溶かし，その1 mL中にヒアルロニダーゼ1.3 ～ 3.8単位を含む液となるように希釈する．用時製し，冷所に保存する．

(ⅱ)　基質溶液　ヒアルロン酸50 mgを正確に量り，pH 6.0の0.02 mol/L酢酸塩緩衝液40 mLを加えて，5時間かき混ぜて溶かす．この液にpH 6.0の0.02 mol/L酢酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとする．

(ⅲ)　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド溶液　水0.6 mL

及び塩酸11.9 mLに酢酸を加えて正確に100 mLとし，4－ジメチルアミノベンズアルデヒド10.0 gを加えて溶かす．この液1 mLを正確に量り，酢酸9 mLを正確に加える．用時製する．

(iv)　ホウ酸塩溶液　ホウ酸4.95 gを水40 mLに溶かし，水酸化カリウム試液を加えてpH 9.1に調整し，水を加えて100 mLとする．

(v)　操作法　基質溶液0.5 mLを正確に量り，60±0.5℃で10分間加温した後，試料溶液0.5 mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を60±0.5℃で正確に30分間放置した後，ホウ酸塩溶液0.2 mLを正確に加えて振り混ぜ，ビー玉で蓋をして水浴中で正確に3分間加熱した後，流水中で冷却する．この液に4－ジメチルアミノベンズアルデヒド溶液3 mLを正確に加えて振り混ぜた後，37±0.5℃で正確に20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585 nmにおける吸光度A_1を測定する．別に基質溶液0.5 mLを正確に量り，60±0.5℃で40分間放置した後，ホウ酸塩溶液0.2 mLを正確に加えて振り混ぜ，試料溶液0.5 mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．ビー玉で蓋をして水浴中で正確に3分間加熱した後，流水中で冷却する．以下同様に操作し，吸光度A_0を測定する．

(vi)　計算法　次式により本品の1アンプル当たりの酵素活性を求める．ただし，1単位とは，ヒアルロン酸を基質にして，60℃，pH 6.0において30分間に波長660 nmにおける吸光度を50%減少させる酵素量である．

本品1アンプル中のヒアルロニダーゼ単位
$= (A_1 - A_0) \times D_m \times 3.2 \times 4$

D_m：試料溶液の希釈倍数
3.2：濁度減少単位に変換するための係数

ヒアルロン酸　$(C_{14}H_{21}NO_{11})_n$　白色の粉末である．

ヒアルロン酸ナトリウム，精製　精製ヒアルロン酸ナトリウムを参照．

ヒアルロン酸ナトリウム，定量用　$(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n$　[医薬品各条，「精製ヒアルロン酸ナトリウム」ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒアルロン酸ナトリウム$(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n$ 99.0%以上を含むもの]

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℃

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 μL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4.純度試験4.3.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）　$C_6H_6Cl_6$

融点〈*2.60*〉　308 ～ 310℃

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）　$C_6H_6Cl_6$

融点〈*2.60*〉　112 ～ 114℃

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）　$C_6H_6Cl_6$

融点〈*2.60*〉　137 ～ 140℃

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．

pH測定用水酸化カルシウム　水酸化カルシウム，pH測定用を参照．

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　を参照．

pH測定用炭酸ナトリウム　炭酸ナトリウム，pH測定用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

ビオチン標識ニワトコレクチン　ビオチンを結合したニワトコレクチンを適当な緩衝液で溶かしたもの．

ヒオデオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{40}O_4$　白色～微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2940 cm^{-1}，

2840 cm^{-1}，1740 cm^{-1}，1460 cm^{-1}，1340 cm^{-1}，1200 cm^{-1}，1160 cm^{-1}，1040 cm^{-1}及び600 cm^{-1}付近に吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋7 ～ ＋10°(0.4 g，エタノール(99.5)，20 mL，100 mm).

融点〈2.60〉　198 ～ 205℃

純度試験　類縁物質　本品20 mgをメタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.2 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 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／アセトン／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，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．

比較乳濁液Ⅰ　ホルマジン標準乳濁液5.0 mLをとり，水95.0 mLを加える．かき混ぜ，使用前に振り混ぜる．

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．

ピクリン酸　2,4,6－トリニトロフェノール　を参照．

ピクリン酸試液　2,4,6－トリニトロフェノール試液　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

PCR 2倍反応液，SYBR Green含有　SYBR Greenを含有するリアルタイムPCR用の2倍濃縮反応液を使用する．

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℃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℃で30分間，1日1回，3日間，間けつ滅菌する．

非水滴定用アセトン　アセトン，非水滴定用　を参照．

非水滴定用酢酸　酢酸，非水滴定用　を参照．

非水滴定用酢酸水銀(Ⅱ)試液　酢酸水銀(Ⅱ)試液，非水滴定用を参照．

非水滴定用酢酸第二水銀試液　酢酸水銀(Ⅱ)試液，非水滴定用を参照．

非水滴定用氷酢酸　酢酸，非水滴定用　を参照．

4,4′－ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン　$[(C_2H_5)_2NC_6H_4]_2CO$　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 $C_{21}H_{28}N_2O$

L－ヒスチジン　$C_6H_9N_3O_2$　[医薬品各条]

L－ヒスチジン塩酸塩一水和物　$C_6H_9N_3O_2$・HCl・H_2O　[K 9050，特級]

ビスデメトキシクルクミン　$C_{19}H_{16}O_4$　黄色～橙色の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：213 ～ 217℃.

確認試験　本品のメタノール溶液(1→400000)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413 ～ 417 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質

(1)　本品4 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20 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を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール混液(19：1)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，試料溶液から得たR_f値0.3付近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．

(2)　本品1.0 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20 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，試料溶液のビスデメトキシクルクミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のビスデメトキシクルクミ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「ウコン」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：可視吸光光度計(測定波長：422 nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からビスデメトキシクルクミンの保持時間の約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「ウコン」の定量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10 μLから得たビスデメトキシクルクミンのピーク面積が，標準溶液のビスデメトキシクルクミンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

ビス(1,1－トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼン　$C_{10}H_5F_6IO_4$　生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

ビストリメチルシリルアセトアミド　$CH_3CON[Si(CH_3)_3]_2$　無色の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.414 ～ 1.418

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.825 ～ 0.835

沸点〈2.57〉　71 ～ 73℃

1,4－ビス(トリメチルシリル)ベンゼン－d_4，核磁気共鳴スペクトル測定用　1,4－BTMSB－d_4，核磁気共鳴スペクトル測定用　を参照．

***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**　$C_{16}H_{20}I_3N_3O_8$　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}，3230 cm^{-1}，2880 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

「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

「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)　$C_{20}H_{18}N_4O_2$　白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，鉱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℃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　を参照．

ビソプロロールフマル酸塩，定量用　$(C_{18}H_{31}NO_4)_2・C_4H_4O_4$　[医薬品各条，「ビソプロロールフマル酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2・C_4H_4O_4$] 99.0%以上を含み，「ビソプロロールフマル酸塩」の純度試験(2)を行うとき，試料溶液のビソプロロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のビソプロロールのピーク面積の1／5より大きくないもの]

必要な場合には，次の精製法により精製する．

精製法　「ビソプロロールフマル酸塩」2 gを酢酸エチル200 mLに加温して溶かし，活性炭0.5 gを加えてよく振り混ぜた後，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過する．ろ液を氷水中で時々振り混ぜながら2時間放置する．析出した結晶をガラスろ過器(G3)を用いてろ取する．得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で5時間減圧乾燥する．

ヒ素分析用亜鉛　亜鉛，ヒ素分析用　を参照．

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　を参照．

1,4－BTMSB－*d*$_4$，核磁気共鳴スペクトル測定用　$C_{12}H_{18}D_4Si_2$　国際単位系へのトレーサビリティが確保された1,4－ビス(トリメチルシリル)ベンゼン－d_4.

ヒトインスリン　[医薬品各条，インスリンヒト(遺伝子組換え)]

ヒトインスリンデスアミド体含有試液　ヒトインスリン1.5 mgを0.01 mol/L塩酸試液1 mLに溶かし，25℃で3日間以上放置し，「インスリンヒト(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〉：(0.2 g，容量滴定法，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．

ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液　性腺刺激ホルモン試液，ヒト絨毛性　を参照．

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　健康なヒトの血漿から得たセリンプロテアーゼ阻害因子で，活性化血液凝固第Ⅱ因子(トロンビン)及び活性化血液凝固第X因子の活性を阻害するタンパク質である．タンパク質1 mg当たり6国際単位以上を含む．

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タンパク質である．タンパク質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．

ヒドラジン一水和物　$H_2NNH_2・H_2O$　無色の液体で，特異なにおいがある．

ヒドララジン塩酸塩　$C_8H_8N_4・HCl$　[医薬品各条]

ヒドララジン塩酸塩，定量用　$C_8H_8N_4・HCl$　[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($C_8H_8N_4・HCl$) 99.0%以上を含むもの]

***m*－ヒドロキシアセトフェノン**　$C_8H_8O_2$　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，「セファレキシン」の定量法を準用し，試験を行うとき，セファレキシン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**　$C_8H_8O_2$　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，溶媒ピークの面積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　HOC_6H_4COOH　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℃

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．

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橙赤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水酸化ナトリウム液1 mL＝13.81 mg $C_7H_6O_3$

4－ヒドロキシイソフタル酸　$HOC_6H_3(COOH)_2$　白色の結晶又は粉末である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.14 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(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＝9.107 mg $C_8H_6O_5$

***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**　$C_8H_9N_3O_4$　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)－1*H*－テトラゾール－5－チオール　$C_3H_6N_4OS$　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**　$C_8H_{18}N_2O_4S$　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 $C_8H_{18}N_2O_4S$

***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(5*H*)－オン塩酸塩**　$C_{20}H_{24}N_2O_3S \cdot HCl$　ジルチアゼム塩酸塩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．氷冷後，ろ過し，ろ液を蒸発乾固する．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．さらにエタノール(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，僅かに特異なにおいがある．

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 $C_{20}H_{24}N_2O_3S \cdot HCl$

***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(5*H*)－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(5*H*)－オン塩酸塩　を参照．

10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，成分含量測定用　10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，定量用　を参照．

10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，定量用　$C_{10}H_{18}O_3$　10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の定量用1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの．なお，定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる．

1)　**定量用1**

純度試験　類縁物質　本品10 mgをメタノール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10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸以外のピークの合計面積は，標準溶液の10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン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「ローヤルゼリー」の定量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10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸の保持時間の約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10 μLから得た10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸のピーク面積が，標準溶液の10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸のピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：分離確認用パラオキシ安息香酸プロピル1 mgを試料溶液10 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，10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，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，10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

2)　**定量用2 (qNMR純度規定)**

ピークの単一性　本品1 mgをメタノール50 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸のピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ローヤルゼリー」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：215 nm，スペクトル測定範囲：200 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能：本品及び分離確認用パラオキシ安息香酸プロピル1 mgずつをメタノールに溶かし50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

定量法　ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈*2.21*〉及び〈*5.01*〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 5.54 ppm及びδ 6.70 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A_1 (水素数1に相当)及びA_2 (水素数1に相当)を算出する．

10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸($C_{10}H_{18}O_3$)の量(%)
$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 0.8223$

M: 本品の秤取量(mg)

M_S: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)

I: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの各シグナルの面積強度A_1及びA_2の和

N: A_1及びA_2に由来する各シグナルの水素数の和

P: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.54 ppm及びδ 6.70 ppm付近の各シグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.54 ppm及びδ 6.70 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度比A_1／A_2は，0.99 ～ 1.01である．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度A_1又はA_2のqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{10}H_{18}O_3$　白色の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，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験　本品のエタノール(99.5)溶液(1→125000)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206 ～ 210 nmに吸収の極大を示す．

融点〈*2.60*〉　63 ～ 66℃

純度試験　類縁物質　本品5.0 mgにジエチルエーテル1 mLを正確に加えて溶かした液20 μLにつき，「ローヤルゼリー」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない．

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　$C_{21}H_{14}N_2O_7S$　[K 8776，特級]

***N*－(3－ヒドロキシフェニル)アセトアミド**　$C_8H_9NO_2$　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℃

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　$C_9H_{10}O_3$

性状　本品は白色～淡黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で，僅かに特異なにおいがある．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し(減圧，60℃，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：ブ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 $C_9H_{10}O_3$

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　$C_8H_{18}N_2O_4S$　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　(*E*)－イソフェルラ酸　を参照．

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　(*E*)－イソフェルラ酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

ヒドロキシルアミン試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム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　塩化ヒドロキシルアン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．

ヒドロキシルアミン過塩素酸塩　$NH_2OH \cdot HClO_4$　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℃

ヒドロキシルアミン過塩素酸塩試液　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩を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．

ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・エタノール試液　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩試液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．

ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・無水エタノール試液　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・エタノール試液　を参照．

ヒドロキソコバラミン酢酸塩　$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$　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℃，6時間)．

含量　98.0%以上．　**定量法**　「ヒドロキソコバラミン酢酸塩」の定量法を準用する．

ヒドロキノン　$C_6H_4(OH)_2$　[K 8738，特級]

ヒドロクロロチアジド　$C_7H_8ClN_3O_4S_2$　[医薬品各条]

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物，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]

ヒドロコルチゾン　$C_{21}H_{30}O_5$　[医薬品各条]

ヒドロコルチゾン酢酸エステル　$C_{23}H_{32}O_6$　[医薬品各条]

2－ビニルピリジン　C_7H_7N　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_{20}^{20}：0.975 ～ 0.982

4－ビニルピリジン　C_7H_7N　薄い黄色～黒褐色の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.5500 ～ 1.5530

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.9850 ～ 0.9880

1－ビニル－2－ピロリドン　C_6H_9NO　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℃に1分間維持し，次いで毎分10℃の割合で温度を上昇させ，190℃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℃付近の一定温度．

キャリヤーガス：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〈2.48〉　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　$C_{33}H_{45}NO_{10}$　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℃(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〉　$E_{1cm}^{1\%}$(230 nm)：217 ～ 252 (5 mg，エタノール(99.5)，200 mL)．

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，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(3)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：溶媒のピークの後から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：本品，純度試験用ア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)．

非必須アミノ酸試液　L－アラニン89 mg，L－アスパラギン一水和物150 mg，L－アスパラギン酸133 mg，L－グルタミン酸147 mg，グリシン75 mg，L－プロリン115 mg，L－セリン105 mgを水100 mLに溶かし，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．

2,2′－ビピリジル　$C_{10}H_8N_2$　[K 8486，特級]

2－(4－ビフェニリル)プロピオン酸　$C_{15}H_{14}O_2$　淡黄白色の粉末である．

融点〈2.60〉　145 ～ 148℃

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，「フルルビプロフェン」の純度試験(3)類縁物質の条件に従い，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－ビフェニリル)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 $C_{15}H_{14}O_2$

ピペラシリン水和物　$C_{23}H_{27}N_5O_7S \cdot H_2O$　[医薬品各条]

ピペリジン塩酸塩　$C_5H_{11}N \cdot HCl$　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℃

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．

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 $C_5H_{11}N \cdot HCl$

ヒペロシド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{20}O_{12}$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに溶けにくく，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．融点：約220℃(分解)．

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255 ～ 259 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20 mLに溶かした液10 μLにつき，「サンザシ」の確認試験2)を準用し，試験を行うとき，R_f値0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない．

ヒベンズ酸チペピジン，定量用　チペピジンヒベンズ酸塩，定量用　を参照．

ヒポキサンチン　$C_5H_4N_4O$　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℃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．

ヒポキサンチン($C_5H_4N_4O$)の量(mg)$=\frac{A}{779}\times 250000$

ビホナゾール　$C_{22}H_{18}N_2$　[医薬品各条]

ヒマシ油　[医薬品各条]

氷酢酸　酢酸(100)　を参照．

氷酢酸，非水滴定用　酢酸，非水滴定用　を参照．

氷酢酸・硫酸試液　酢酸・硫酸試液　を参照．

ピラゾール　$C_3H_4N_2$　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℃

1－(2－ピリジルアゾ)－2－ナフトール　$C_{15}H_{11}N_3O$　橙黄色又は橙赤色の粉末である．

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℃

純度試験　溶状　本品25 mgをメタノール100 mLに溶かすとき，液は橙黄色澄明である．

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．

1－(4－ピリジル)ピリジニウム塩化物塩酸塩　$C_{10}H_9ClN_2$・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℃

ピリジン　C_5H_5N　[K 8777，特級]

ピリジン，水分測定用　ピリジンに水酸化カリウム又は酸化バリウムを加えて密栓し，数日間放置した後，そのまま湿気を遮って蒸留し，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．

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・ギ酸緩衝液，0.2 mol/L，pH 3.0　ピリジン15.82 gに水900 mLを加えてよくかき混ぜ，薄めたギ酸(1→2)を加えてpH 3.0に調整した後，水を加えて1000 mLとする．

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℃に加温し，よく振り混ぜて溶かした後，30℃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) 20 mg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．

ピリドキシン塩酸塩　$C_8H_{11}NO_3$・HCl　[医薬品各条]

ビリルビン，定量用　$C_{33}H_{36}N_4O_6$　赤橙色の粉末で，ジメチルスルホキシドに極めて溶けにくく，水又はエタノール(99.5)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ATR法により測定するとき，波数3400 cm^{-1}，2910 cm^{-1}，1686 cm^{-1}及び1643 cm^{-1}付近に吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(453 nm)：970 ～ 1134 (1 mg，ジメチルスルホキシド，200 mL)．ただし，本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．

純度試験　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行い，試料溶液及び標準溶液は用時調製する．本品5 mgを加温したジメチルスルホキシド／酢酸(100)混液(9：1) 50 mLに溶かし，冷後，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，ジメチルスルホキシド／酢酸(100)混液(9：1)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，試料溶液のビリルビン以外のピークの合計面積は，標準溶液のビリルビ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「ゴオウ」の定量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ビリルビンの保持時間の約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「ゴオウ」の定量法のシステム適合性を準用する．

ピルシカイニド塩酸塩水和物，定量用　$C_{17}H_{24}N_2O$・HCl・½H_2O　[医薬品各条，「ピルシカイニド塩酸塩水和物」ただし，定量するとき，ピルシカイニド塩酸塩水和物($C_{17}H_{24}N_2O$・HCl・½H_2O) 99.3%以上を含むもの]

ヒルスチン　ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

ヒルスチン，定量用　$C_{22}H_{28}N_2O_3$　ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(245 nm)：354 ～ 389 [脱水物に換算したもの5 mg，メタノール／希酢酸混液(7：3)，500 mL]．

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．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50 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，試料溶液のヒルスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のヒルス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，カラム温度，移動相及び流量は「チョウトウコウ」の定量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ヒルスチンの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「チョウトウコウ」の定量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から得たヒルスチンのピーク面積が，標準溶液のヒルスチンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で6回繰り返すとき，ヒルスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{22}H_{28}N_2O_3$　白色～淡橙色の結晶又は粉末である．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：約105℃．

確認試験　本品のメタノール／希酢酸混液(7：3)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287 ～ 291 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，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(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0.55付近の主スポット以外のスポットを認めない．

ピルビン酸ナトリウム　$CH_3COCOONa$　本品は，白色～微黄色の結晶性の粉末である．水に溶けやすく，エタノール(99.5)又はアセトンに溶けにくい．

確認試験

（1）　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1710 cm^{-1}，1630 cm^{-1}，1410 cm^{-1}，1360 cm^{-1}，1190 cm^{-1}，1020 cm^{-1}，980 cm^{-1}，830 cm^{-1}，750 cm^{-1}，630 cm^{-1}及び430 cm^{-1}付近に吸収を認める．

（2）　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

含量　97.0%以上．　**定量法**　本品0.4 gを精密に量り，水に溶かし，正確に200 mLとする．この液20 mLをヨウ素瓶中に正確に量り，10℃以下に冷却する．冷後，0.05 mol/Lヨウ素液40 mLを正確に加えた後，水酸化ナトリウム溶液(17→100) 20 mLを加え，2時間暗所に放置する．これに，薄めた硫酸(1→6) 15 mLを加えた後，0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝1.834 mg $C_3H_3NaO_3$

ピルビン酸ナトリウム試液，100 mmol/L　ピルビン酸ナトリウム1.1 gを水に溶かし，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．

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　を参照．

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　を参照．

ピロカルピン塩酸塩，定量用　$C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl　[医薬品各条，「ピロカルピン塩酸塩」ただし，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品40 mgをpH 4.0のリン酸塩緩衝液100 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，pH 4.0のリン酸塩緩衝液を加えて正確に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，試料溶液のピロカルピンに対する相対保持時間約0.78及び約0.92のピーク面積は，標準溶液のピロカルピンのピーク面積の1／2より大きくなく，試料溶液のピロカルピン及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のピロカルピンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のピロカルピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピロカルピ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「ピロカルピン塩酸塩錠」の定量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ピロカルピンの保持時間の約 1.3 倍の範囲

システム適合性

「ピロカルピン塩酸塩錠」の純度試験のシステム適合性を準用する．

ピロガロール　$C_6H_3(OH)_3$　[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　$C_{19}H_{26}N_8O_6$・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〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(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50 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．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(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40 mg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．

ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム　$C_5H_{12}N_2S_2$　白色又は淡黄色の結晶性の粉末である．水にやや溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

貯法　遮光したガラス容器に入れ，2 ～ 10℃で保存する．

2－ピロリドン　C_4H_7NO　無色～微黄色の澄明な液又は白色～微黄色の塊又は粉末である．においはない．

凝固点〈2.42〉　22 ～ 26℃

純度試験　本品約1 gをメタノール10 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2－ピロリドンの量を求めるとき，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0.53 mm，長さ30 mのガラス製の中空毛管カラム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1.0 μmで被覆する．

カラム温度：80℃で1分間保持し，その後毎分10℃で190℃になるまで昇温し，190℃を20分間保持する．

試料気化室温度：200℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：2－ピロリドンの保持時間が約10分になるように調整する．

スプリット比：1：20

面積測定範囲：2－ピロリドンの保持時間の約2倍の範囲

水分〈2.48〉　0.2%以下．(5 g，容量滴定法，直接滴定)

ピロ硫酸カリウム　二硫酸カリウム　を参照．

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塩酸試液を加えて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℃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40 mgを水70 mLに溶かし，クエン酸一水和物溶液(21→100)を加えて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　$K_4O_7P_2$　白色の結晶性粉末で，水に極めて溶けやすい．融点：1109℃．

ピロール　C_4H_5N　無色透明の液体で，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に溶け，水にほとんど溶けない．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.965 ～ 0.975

ビンクリスチン硫酸塩　$C_{46}H_{56}N_4O_{10}・H_2SO_4$　[医薬品各条]

ビンブラスチン硫酸塩　$C_{46}H_{58}N_4O_9・H_2SO_4$　[医薬品各条]

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10 mgに生理食塩液1 mLを加え37℃に加温するとき，僅かに混濁して溶け，この液にトロンビン1単位を加えるとき凝固する．

ブイヨン，普通　普通ブイヨン　を参照．

フィルグラスチム試料用緩衝液　緩衝液，フィルグラスチム試料用　を参照．

フィルグラスチム用イスコフ改変ダルベッコ液体培地　イスコフ改変ダルベッコ液体培地，フィルグラスチム用　を参照．

フィルグラスチム用システム適合性試験用試液　システム適合性試験用試液，フィルグラスチム用　を参照．

フィルグラスチム用ポリアクリルアミドゲル　ポリアクリルアミドゲル，フィルグラスチム用　を参照．

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℃

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1 g，105℃，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　を参照．

1,10－フェナントロリン一水和物　$C_{12}H_8N_2・H_2O$　[K 8789，特級]

1,10－フェナントロリン試液　1,10－フェナントロリン一水和物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　を参照．

フェニトイン，定量用　$C_{15}H_{12}N_2O_2$　[医薬品各条，「フェニトイン」ただし，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品25 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200 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，試料溶液のフェニトイン以外のピークの合計面積は，標準溶液のフェニトインのピーク面積より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度及び流量は「フェニトイン錠」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

移動相：pH 3.5の0.02 mol/Lリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフェニトインの保持時間の約5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，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たフェニトインのピーク面積が，標準溶液のフェニトインのピーク面積の8 ～ 12%になることを確認する．

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，フェニトイ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6000段以上，2.0以下である．

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，フェニトインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

***H*－D－フェニルアラニル－L－ピペコリル－L－アルギニル－*p*－ニトロアニリド二塩酸塩**　白色の粉末で，水に溶けにくい．

吸光度〈2.24〉　$E_{1\,cm}^{1\%}$(316 nm)：192 ～ 214 (10 mg，水，300 mL)．

フェニルアラニン　L－フェニルアラニン　を参照．

L－フェニルアラニン　$C_9H_{11}NO_2$　[医薬品各条]

フェニルイソチオシアネート　C_7H_5NS　生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

D－フェニルグリシン　$C_8H_9NO_2$　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℃，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 $C_8H_9NO_2$

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，僅かに芳香がある．

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 $C_6H_5NHNH_2$

1－フェニルピペラジン一塩酸塩　$C_{10}H_{14}N_2$・HCl　白色の粉末である．融点：約247℃(分解)．

フェニルフルオロン　$C_{19}H_{12}O_5$　[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．

5%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されたもの．

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　を参照．

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 $H_2NC_6H_4NH_2$

1,3－フェニレンジアミン塩酸塩　$C_6H_8N_2$・2HCl　白色又はかすかに帯赤色の結晶性の粉末で，光により赤色又は褐色となる．

確認試験　本品の水溶液(1→6000) 3 mLに亜硝酸ナトリウム溶液(3→20000) 0.5 mLを加えた後，塩酸を2 ～ 3滴加えるとき，液は黄色を呈する．

***o*－フェニレンジアミン二塩酸塩**　$H_2NC_6H_4NH_2$・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．

純度試験　溶状　本品1 gを水20 mLに溶かすとき，液は澄明である．

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 $H_2NC_6H_4NH_2$・2HCl

フェネチルアミン塩酸塩　$C_6H_5CH_2CH_2NH_2$・HCl　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　220 ～ 225℃

フェノバルビタール，定量用　$C_{12}H_{12}N_2O_3$　[医薬品各条，「フェノバルビタール」]

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，フェノール，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．

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　を参照．

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．

***p*－フェノールスルホン酸ナトリウム**　*p*－フェノールスルホン酸ナトリウム二水和物　を参照．

***p*－フェノールスルホン酸ナトリウム二水和物**　$C_6H_5O_4NaS$・$2H_2O$　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

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 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) 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：ブロモクレゾールグリン・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〈2.50〉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 $C_6H_5O_4NaS \cdot 2H_2O$

フェノールスルホンフタレイン，定量用　$C_{19}H_{14}O_5S$　[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($C_{19}H_{14}O_5S$) 99.0%以上を含むもの]

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試液，希　フェノールフタレイン0.1 gをエタノール(95) 80 mLに溶かし，水を加えて100 mLとする．

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 4.7に調整する．

プエラリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{20}O_9$　白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．

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3370 cm^{-1}，1632 cm^{-1}，1447 cm^{-1}，1060 cm^{-1}及び836 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品1 mgをとり，メタノールに溶かし，正確に1 mLとした液2 μL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0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．

フェリシアン化カリウム　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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，でんぷん消化力試験用

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．

フェルビナク，定量用　$C_{14}H_{12}O_2$　[医薬品各条，「フェルビナク」ただし，乾燥したものを定量するとき，フェルビナク($C_{14}H_{12}O_2$) 99.0%以上を含むもの]

(*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℃．

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　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品1 mgをメタノール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2 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．次に酢酸エチル／アセトン／水混液(20：12：3)を展開溶媒として約7 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365 nm)を照射するとき，R_f値0.6付近の主スポット以外のスポットを認めない．

(*E*)－フェルラ酸，定量用　$C_{10}H_{10}O_4$　(*E*)－フェルラ酸．ただし，以下の定量用1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの．なお，定量用1はデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し用いる．定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる．

1)　**定量用1**

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(320 nm)：878 ～ 969 (5 mg，メタノール，1000 mL)．

純度試験　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品5 mgを水／メタノール混液(1：1) 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／メタノール混液(1：1)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(*E*)－フェルラ酸以外のピークの合計面積は，標準溶液の(*E*)－フェルラ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「当帰芍薬散エキス」の定量法(1)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(*E*)－フェルラ酸の保持時間の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，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得た(*E*)－フェルラ酸のピーク面積が，標準溶液の(*E*)－フェルラ酸のピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，(*E*)－フェルラ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

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，(*E*)－フェルラ酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

2)　**定量用2 (qNMR純度規定)**

ピークの単一性　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品5 mgを水／メタノール混液(1：1) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，(*E*)－フェルラ酸のピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「当帰芍薬散エキス」の定量法(1)の条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：320 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能：試料溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，(*E*)－フェルラ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

定量法　ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 6.06 ppm付近のシグナルの面積強度A (水素数1に相当)を算出する．

(*E*)－フェルラ酸($C_{10}H_{10}O_4$)の量(%)
$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 0.8573$

M: 本品の秤取量(mg)

M_S: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)

I: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A

N: Aに由来するシグナルの水素数

P: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.06 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.06 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

フェルラ酸シクロアルテニル，薄層クロマトグラフィー用　$C_{40}H_{58}O_4$　白色～淡褐色の結晶性の粉末又は粉末である．アセトンにやや溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，水又はメタノールにほとんど溶けない．融点：約155℃．

確認試験

(1)　本品のヘプタン溶液(1→50000)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229 ～ 233 nm，289 ～ 293 nm及び313 ～ 317 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測定するとき，波数2940 cm^{-1}，1691 cm^{-1}，1511 cm^{-1}及び1270 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品2.0 mgをアセトン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5 μLずつを，「コウベイ」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0.4付近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．

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　を参照．

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　を参照．

フェロジピン，定量用　[医薬品各条，「フェロジピン」ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，フェロジピン($C_{18}H_{19}Cl_2NO_4$) 99.5%以上を含むもの]

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製する．

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℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1 g)．

フクシン試液，脱色　脱色フクシン試液　を参照．

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．

ブシジエステルア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中ブシジエステルア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，純度試験用ヒパコニチン30 mg及び純度試験用メサコニチン20 mgを含む．この液20 μL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，ヒパ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，ヒパ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．

ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，成分含量測定用　ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，定量用　を参照．

ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，定量用　定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩(別途水分を測定しておく)約20 mg，定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩(別途水分を測定しておく)約10 mg及び定量用14－アニソイルアコニン塩酸塩(別途水分を測定しておく)約20 mgを精密に量り，ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)に溶かし，正確に1000 mLとする．この液20 μLにつき定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩の純度試験を準用し，試験を行うとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン及び14－アニソイルアコニンのピークを認め，各ピーク面積の比はほぼ2：1：2である．

ブシ用リン酸塩緩衝液　リン酸塩緩衝液，ブシ用　を参照．

ブシラミン　$C_7H_{13}NO_3S_2$　[医薬品各条]

ブシラミン，定量用　$C_7H_{13}NO_3S_2$　[医薬品各条，「ブシラミン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$) 99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品60 mgを水／メタノール混液(1：1) 20 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．以下「ブシラミン」の純度試験(3)を準用して試験を行うとき，試料溶液のブシラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブシラミンのピーク面積より大きくない．

プソイドエフェドリン塩酸塩　$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$　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℃．

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 μL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．

ブタ胆汁末，薄層クロマトグラフィー用　黄灰色～黄褐色の粉末で特異なにおいがあり，味は苦い．水，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験　本品0.1 gをねじ口試験管に入れ，水酸化ナトリウム溶液(3→25) 1 mLを加えて振り混ぜる．120℃の油浴中で4時間加熱した後，微温とし，3 mol/L塩酸試液2 mL及び酢酸エチル2 mLを加え，50℃で30分間振り混ぜ，酢酸エチル層を分取して試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ヒオデオキシコール酸10 mgをメタノール5 mLに溶かし，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2 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．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい．

1－ブタノール　$CH_3(CH_2)_2CH_2OH$　[K 8810，特級]

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　を参照．

ブタノール，イソ　2－メチル－1－プロパノール　を参照．

ブタノール，第二　2－ブタノール　を参照．

ブタノール，第三　*t*－ブチルアルコール　を参照．

1－ブタノール，アンモニア飽和　1－ブタノール試液，アンモニア飽和　を参照．

1－ブタノール試液，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－ブタノン　$CH_3COC_2H_5$　[K 8900，特級]

***o*－フタルアルデヒド**　$C_6H_4(CHO)_2$　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．

$$含量(\%)=\frac{o\text{－フタルアルデヒドのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}}\times 100$$

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塡する．

カラム温度：180℃付近の一定温度

キャリヤーガス：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．

面積測定範囲：溶媒ピークの後から*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 $C_8H_5NO_2$ 白色～微褐色の結晶又は粉末である．

融点〈2.60〉 232 ～ 237℃

純度試験 溶状 本品1.0 gは水酸化ナトリウム試液20 mLに僅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 mg $C_8H_5NO_2$

フタル酸 $C_8H_6O_4$ 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℃(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 $C_8H_6O_4$

フタル酸緩衝液，pH 5.8 フタル酸水素カリウム100.0 gに水約800 mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→2)を加えてpH 5.8に調整した後，水を加えて1000 mLとする．

フタル酸ジエチル $C_6H_4(COOC_2H_5)_2$ 無色の澄明な液である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.500 ～ 1.505

フタル酸ジシクロヘキシル $C_6H_4(COOC_6H_{11})_2$ 白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 63 ～ 66℃

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 $C_6H_4(COOC_9H_{19})_2$ 無色～微黄色の澄明な液である．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.967 ～ 0.987

酸価〈1.13〉 2以下．

フタル酸ジフェニル $C_6H_4(COOC_6H_5)_2$ 白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 71 ～ 76℃

純度試験 類縁物質 本品60 mg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 $C_6H_4(COOC_4H_9)_2$ 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 $C_{10}H_{10}O_4$ 無色澄明の液体で，僅かに芳香がある．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.513 ～ 1.517

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.191 ～ 1.196

フタル酸水素カリウム $C_6H_4(COOK)(COOH)$ [K 8809，特級]

フタル酸水素カリウム(標準試薬) $C_6H_4(COOK)(COOH)$ JIS K 8005の容量分析用標準物質のほか，容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる．

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 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．

フタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル) $C_6H_4[COOC_6H_8(CH_3)_3]_2$ 白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 91 ～ 94℃

フタレインパープル $C_{32}H_{32}N_2O_{12}・xH_2O$ 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，アミン様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℃，96 vol%以上．

***t*－ブチルアルコール**　$(CH_3)_3COH$　結晶性の固体で，特異なにおいがある．常温を超えると無色の液体となる．

比重　d_{20}^{20}：約0.78，沸点：約83℃，融点：約25℃．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行うとき，波数3370 cm^{-1}，2970 cm^{-1}，1471 cm^{-1}，1202 cm^{-1}，1022 cm^{-1}，913 cm^{-1}及び749 cm^{-1}付近に吸収を認める．

***n*－ブチルボロン酸**　$C_4H_{11}BO_2$　白色の薄片である．

融点〈2.60〉　90 ～ 92℃

***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℃

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，高圧蒸気滅菌する．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℃で30分間高圧蒸気滅菌する．

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　JIS K 8005の容量分析用標準物質(ふっ化ナトリウム)のほか，容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる．

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．

フッ化ナトリウム・塩酸試液　フッ化ナトリウム0.5 gを0.5 mol/L塩酸試液100 mLに溶かす．用時製する．

ブテナフィン塩酸塩，定量用　$C_{23}H_{27}N \cdot HCl$　[医薬品各条，「ブテナフィン塩酸塩」]

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．

***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℃

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 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．

フドステイン，定量用　$C_6H_{13}NO_3S$　[医薬品各条，「フドステイン」]

ブファリン，成分含量測定用　ブファリン，定量用　を参照．

ブファリン，定量用　$C_{24}H_{34}O_4 \cdot xH_2O$　白色の結晶性の粉末で，においはない．

吸光度〈2.24〉　$E_{1\,cm}^{1\%}$(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 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℃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．　**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 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．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．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(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 μm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填する．

カラム温度：40℃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．

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

システム適合性

検出の確認：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 μL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 μL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．

システムの性能：本品，定量用シノブファギン及び定量用レジブフォゲニン10 mgずつをメタノールに溶かして200 mLとする．この液20 μL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，それぞれの分離度は1.5以上である．

ブホルミン塩酸塩，定量用　$C_6H_{15}N_5$・HCl　[医薬品各条，「ブホルミン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl) 99.5%以上を含むもの]

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．

フマル酸ビソプロロール，定量用　ビソプロロールフマル酸塩，定量用　を参照．

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，硫酸マグネシウム七水和物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－リシン塩酸塩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－チロシン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，コリン塩化物3 mg，*i*－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 μg，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，ピリドキシン塩酸塩1 mg及びフェノールレッド5 mgを水に溶かし，カナマイシン硫酸塩溶液(3→50) 1 mLを加えた後，水を加えて1000 mLとし，121℃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℃で保存する．

Primer F　Alu配列に対応するプライマーで，塩基配列が「5′－CATCCTGGCYAACAYGGTGAAAC－3′」で表されるオリゴヌクレオチドを合成し，使用する．

Primer F試液　Primer Fが100 μmol/LとなるようにTE緩衝液を加える．さらにPrimer Fが25 μmol/LとなるようにpH 6.8のトリス・グリシン緩衝液を加える．

Primer R　Alu配列に対応するプライマーで，塩基配列が「5′－ATTCTCCTGCCTCAGCCTCC－3′」で表されるオリゴヌクレオチドを合成し，使用する．

Primer R試液　Primer Rが100 μmol/LとなるようにTE緩衝液を加える．さらにPrimer Rが25 μmol/LとなるようにpH 6.8のトリス・グリシン緩衝液を加える．

(±)－プラエルプトリンA，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{22}O_7$　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やすく，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．

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．

融点〈*2.60*〉　152 ～ 156℃

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100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLにつき，「ゼンコ」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0.3付近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．

ブラジキニン　$C_{50}H_{73}N_{15}O_{11}$　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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－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 μL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℃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℃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．

プラゼパム，定量用　$C_{19}H_{17}ClN_2O$　[医薬品各条，「プラゼパム」ただし，乾燥したものを定量するとき，プラゼパム($C_{19}H_{17}ClN_2O$) 99.0%以上を含むもの]

プラチコジンD，薄層クロマトグラフィー用　$C_{57}H_{92}O_{28}$　白色の粉末である．メタノールに溶けやすい．

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1734 cm^{-1}，1637 cm^{-1}，1385 cm^{-1}，825 cm^{-1}及び783 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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．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／酢酸(100)混液(5：3：2：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得たR_f値0.5付近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．

プラバスタチンナトリウム　$C_{23}H_{35}NaO_7$　[医薬品各条]

ブリリアントグリン　$C_{27}H_{34}N_2O_4S$　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.

フルオシノロンアセトニド　$C_{24}H_{30}F_2O_6$　[医薬品各条]

フルオレスカミン　$C_{17}H_{10}O_4$　白色の粉末である．

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．

9－フルオレニルメチルクロロギ酸　$C_{15}H_{11}ClO_2$　生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

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℃

フルオロキノロン酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{13}H_9ClFNO_3$　白色～淡褐色の粉末である．

純度試験　本品のアセトニトリル溶液(1→1250) 8 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．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，フルオロキノロン酸のピークの量は98.0%以上である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263 nm)

カラム：内径4 mm，長さ12.5 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→500)

移動相B：メタノール

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 ～ 5.5	60 → 55	40 → 45
5.5 ～ 14	55 → 25	45 → 75
14 ～ 15	25 → 15	75 → 85

流量：毎分1.5 mL (フルオロキノロン酸の保持時間約8分)

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後15分まで

システム適合性

システムの性能：本品のアセトニトリル溶液(1→1250) 8 μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルオロキノロン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である．

1－フルオロ－2,4－ジニトロベンゼン　$C_6H_3(NO_2)_2F$　淡黄色の液体又は結晶性の塊である．融点：約25℃.

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行うとき，波数3110 cm^{-1}，1617 cm^{-1}，1538 cm^{-1}，1345 cm^{-1}，1262 cm^{-1}及び743 cm^{-1}付近に吸収を認める．

貯法　遮光した気密容器.

7－フルオロ－4－ニトロベンゾ－2－オキサ－1,3－ジアゾール　$C_6H_2FN_3O_3$　生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

フルコナゾール，定量用　$C_{13}H_{12}F_2N_6O$　[医薬品各条，「フルコナゾール」]

フルジアゼパム，定量用　$C_{16}H_{12}ClFN_2O$　[医薬品各条，「フルジアゼパム」ただし，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品25 mgをアセトニトリル／水混液(3 : 2) 50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液5 mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(3 : 2)を加えて正確に50 mLとする．さらにこの液2.5 mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(3 : 2)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，試料溶液のフルジアゼパム以外のピークの面積は，標準溶液のフルジアゼパムのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のフルジアゼパム以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルジアゼパム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「フルジアゼパム錠」の定量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フルジアゼパムの保持時間の約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，アセトニトリル／水混液(3 : 2)を加えて正確に10 mLとする．この液20 μLから得たフルジアゼパムのピーク面積が，標準溶液のフルジアゼパムのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルジアゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フルジアゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

ブルシン　ブルシン*n*水和物　を参照.

ブルシン二水和物　ブルシン*n*水和物　を参照.

ブルシン*n*水和物　$C_{23}H_{26}N_2O_4 \cdot nH_2O$　[K 8832，特級]

ブルーテトラゾリウム　$C_{40}H_{32}Cl_2N_8O_2$　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℃(分解).

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(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．

フルトプラゼパム，定量用　$C_{19}H_{16}ClFN_2O$　[医薬品各条，「フルトプラゼパム」ただし，乾燥したものを定量するとき，

フルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) 99.5%以上を含むもの]

フルフラール　$C_5H_4O_2$　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℃，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℃で1分間に1 μmolのマルトトリオー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．

フレカイニド酢酸塩　$C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$　[医薬品各条]

フレカイニド酢酸塩，定量用　$C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$　[医薬品各条，「フレカイニド酢酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，フレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$) 99.0%以上を含み，純度試験(3)を準用し，試験を行うとき，試料溶液の標準溶液から得たスポットに対応する位置にスポットを認めない．また，純度試験(4)を準用し，試験を行うとき，試料溶液のフレカイニド以外のピークの合計面積は，標準溶液のフレカイニドのピーク面積より大きくない．]

プレドニゾロン　$C_{21}H_{28}O_5$　[医薬品各条]

プレドニゾロン酢酸エステル　$C_{23}H_{30}O_6$　[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℃，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．

$$\text{プレドニゾン}(C_{21}H_{26}O_5)\text{の量(mg)} = \frac{A}{440} \times 20000$$

フロイント完全アジュバント　鉱物油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．

プロカイン塩酸塩　$C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$　[医薬品各条]

プロカイン塩酸塩，定量用　プロカイン塩酸塩　を参照．

プロカインアミド塩酸塩　$C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$　[医薬品各条]

プロカインアミド塩酸塩，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]

プロカテロール塩酸塩水和物　$C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot \frac{1}{2}H_2O$　[医薬品各条]

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 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 μL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

ブロチゾラム，定量用　$C_{15}H_{10}BrClN_4S$　[医薬品各条，「ブロチゾラム」ただし，乾燥したものを定量するとき，ブロチゾラム($C_{15}H_{10}BrClN_4S$) 99.0%以上を含むもの]

ブロッキング剤　ウシ由来の乳タンパク質を主成分とした粉末．免疫研究用．

ブロッキング試液，エポエチンアルファ用　ウエスタンブロット用．

ブロッキング試液，ナルトグラスチム試験用　ウシ血清アルブミン1.0 gをリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし，100 mLとする．

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．

ブロッティング試液　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール5.81 g，グリシン2.93 g及びラウリル硫酸ナトリウム0.38 gを水に溶かし，メタノール200 mLを加えた後，水を加えて1000 mLとする．

V8プロテアーゼ　*Staphylococus aureus*株から得たプロテアーゼ．pH 7.8，37℃において1分間に1 μmolの*N*－*t*－ブトキシカルボニル－L－グルタミン酸－α－フェニルエステルを加水分解する酵素量を1単位とするとき，本品1 mgは500 ～ 1000単位を含む．

V8プロテアーゼ，インスリングラルギン用　*Staphylococcus aureus*株から得たプロテアーゼ．pH 7.8，25℃において1分間に1 μmolのカルボベンゾキシ－フェニルアラニル－ロイシル－グルタミル－4－ニトロアニリドを加水分解する酵素量を1単位とするとき，本品1 mg当たり20単位以上を含む．

V8プロテアーゼ酵素試液　V8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]

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℃．

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]

***n*－プロパノール**　1－プロパノール　を参照．

プロパノール，イソ　2－プロパノール　を参照．

プロパフェノン塩酸塩，定量用　$C_{21}H_{27}NO_3$・HCl　[医薬品各条，「プロパフェノン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，プロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl) 99.0%以上を含み，純度試験(2)により試験を行うとき，プロパフェノン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロパフェノンのピーク面積の3倍より大きくないもの]

プロパンテリン臭化物　$C_{23}H_{30}BrNO_3$　[医薬品各条]

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℃，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_4^{20}：0.890 ～ 0.892

プロピオン酸ジョサマイシン　ジョサマイシンプロピオン酸エステル　を参照．

プロピオン酸テストステロン　テストステロンプロピオン酸エステル　を参照．

プロピオン酸ベクロメタゾン　ベクロメタゾンプロピオン酸エステル　を参照．

プロピルアミン，イソ　$(CH_3)_2CHNH_2$　無色の液で，アミン様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．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.374 ～ 1.376

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.685 ～ 0.690

蒸留試験〈2.57〉　31 ～ 33℃，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，特異なにおいがある．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]

プロピレングリコール，ガスクロマトグラフィー用　$C_3H_8O_2$　[K 8837，特級]　ただし，「プロピレングリコール」の純度試験(7)を準用して試験を行うとき，エチレングリコール及びジエチレングリコールの保持時間にピークを認めない．

プロプラノロール塩酸塩，定量用　$C_{16}H_{21}NO_2$・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($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl) 99.5%以上を含むもの]

フロプロピオン　$C_9H_{10}O_4$　[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　$C_{13}H_{19}NO_4S$　[医薬品各条]

ブロムクレゾールグリン　ブロモクレゾールグリーン　を参照．

ブロムクレゾールグリン試液　ブロモクレゾールグリーン試液　を参照．

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ーン・クリスタルバイオレット試液　を参照．

ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液　ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム試液　を参照．

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　ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液　を参照．

ブロムクレゾールグリン・メチルレッド試液　ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液　を参照．

ブロムクレゾールパープル　ブロモクレゾールパープル　を参照．

ブロムクレゾールパープル試液　ブロモクレゾールパープル試液　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

***N*－ブロムサクシンイミド**　*N*－ブロモスクシンイミド　を参照．

***N*－ブロムサクシンイミド試液**　*N*－ブロモスクシンイミド試液　を参照．

ブロムチモールブルー　ブロモチモールブルー　を参照．

ブロムチモールブルー試液　ブロモチモールブルー試液　を参照．

ブロムチモールブルー・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　を参照．

ブロムフェノールブルー　ブロモフェノールブルー　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

ブロムワレリル尿素　ブロモバレリル尿素　を参照．

ブロモクレゾールグリン ブロモクレゾールグリーン を参照.

ブロモクレゾールグリン試液 ブロモクレゾールグリーン試液 を参照.

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ーン・クリスタルバイオレット試液 を参照.

ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム試液 を参照.

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ーン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 を参照.

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ーン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 を参照.

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ーン・メチルレッド試液 を参照.

ブロモクレゾールグリーン $C_{21}H_{14}Br_4O_5S$ [K 8840, 特級]

ブロモクレゾールグリーン試液 ブロモクレゾールグリーン 50 mg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ーン・クリスタルバイオレット試液 ブロモクレゾールグリーン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ーン・水酸化ナトリウム試液 ブロモクレゾールグリーン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ーン・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ーン50 mgを0.1 mol/L水酸化ナトリウム液0.72 mL及びエタノール(95) 20 mLに溶かし，水を加えて100 mLとする.

感度試験 本品0.2 mLに新たに煮沸して冷却した水100 mLを加えるとき，液の色は青色である．この液に液の色が黄色に変化するまで0.02 mol/L塩酸を加えるとき，その量は0.2 mL以下である.

変色点 pH 3.6 (黄色) ～ pH 5.2 (青色)

ブロモクレゾールグリーン・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ーン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ーン・メチルレッド試液 ブロモクレゾールグリーン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 50 mg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*－ブロモスクシンイミド** $C_4H_4BrNO_2$ [K 9553, 特級]

***N*－ブロモスクシンイミド試液** *N*－ブロモスクシンイミド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，必要ならばろ過する.

ブロモチモールブルー・エタノール性水酸化ナトリウム試液 ブロモチモールブルー50 mgを薄めた0.2 mol/L水酸化ナトリウム試液(1→10) 4 mLとエタノール(95) 20 mLに溶かした後，水を加えて100 mLとする.

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℃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.

ブロモバレリル尿素 $C_6H_{11}BrN_2O_2$ [医薬品各条]

ブロモフェノールブルー $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$ [K 8844, 特級]

ブロモフェノールブルー試液 ブ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，必要ならばろ過する.

ブロモフェノールブルー試液，希 ブロモフェノールブルー 50 mgをエタノール(99.5) 100 mLに溶かす．用時製する.

ブロモフェノールブルー試液，0.05% ブロモフェノールブルー10 mgを水に溶かし，20 mLとする.

ブロモ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 7.0に調整する.

ブロモフェノールブルー・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, L(－)－プロリン特級]

フロログルシノール二水和物 $C_6H_3(OH)_3 \cdot 2H_2O$ 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℃(乾燥後).

乾燥減量 〈*2.41*〉 18.0 ～ 24.0%(1 g，105℃，1時間).

フロログルシン フロログルシノール二水和物 を参照.

フロログルシン二水和物 フロログルシノール二水和物 を参照.

分子量試験用還元液 還元液，分子量試験用 を参照.

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 を参照.

分子量測定用マーカータンパク質 マーカータンパク質，セルモロイキン分子量測定用 を参照.

分子量標準原液 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール1.2 g及びラウリル硫酸ナトリウム3.2 gを水に溶かし，6 mol/L塩酸試液，1 mol/L塩酸試液又は0.1 mol/L塩酸試液を加えpH 6.8に調整した後，ブロモフェノールブルー32 mg及びグリセリン16 mLを溶かし，水を加えて40 mLとする．この液500 μLにエポエチンアルファ用分子量マーカー100 μL及び水1400 μLを加え，100℃で5分間加

熱したもので，以下の規格に適合するものを用いる．

確認試験　卵白アルブミン，炭酸脱水酵素，大豆トリプシンインヒビター及びリゾチームを0.1 mgずつとり，それぞれをエポエチンアルファ用試料緩衝液250 μLに溶かし，水を加えて1 mLとし，100℃で5分間加熱したものを各基準溶液とする．本品及び各基準溶液10 μLについて「エポエチンアルファ(遺伝子組換え)」の分子量に準じて垂直不連続緩衝液系SDS－ポリアクリルアミドゲル電気泳動を行い，染色するとき，本品はそれぞれ各基準溶液から得た卵白アルブミン，炭酸脱水酵素，大豆トリプシンインヒビター及びリゾチームのバンドの相対移動度と一致する．

分子量マーカー，インターフェロンアルファ用　分子量既知のマーカータンパク質で，分子量測定用に調整したもの[4成分：卵白アルブミン，炭酸脱水酵素，大豆トリプシンインヒビター及びα－ラクトアルブミン]．

確認試験　本品を試料溶液とする．別に1 mL当たり卵白アルブミンをタンパク含量として100 μgを含む液となるように水を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，「インターフェロンアルファ(NAMALWA)」の分子量試験の試験条件で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4個の主バンドを示す．さらに，試料溶液の卵白アルブミンは，標準溶液から得たバンドの移動度に一致する．

分子量マーカー，エポエチンアルファ用　200 μL中に卵白アルブミン，炭酸脱水酵素，大豆トリプシンインヒビター及びリゾチームをそれぞれ約0.4 mg含む．

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 μLに溶かす．

分子量マーカー，ナルトグラスチム試験用　以下に示すタンパク質を含む溶液である．

卵白アルブミン，炭酸脱水酵素，大豆トリプシンインヒビター，リゾチーム

噴霧試液用チモール　チモール，噴霧試液用　を参照．

噴霧用塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム・メタノール試液　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム・メタノール試液，噴霧用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

噴霧用チモール・硫酸・メタノール試液　チモール・硫酸・メタノール試液，噴霧用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

噴霧用ニンヒドリン・エタノール試液　ニンヒドリン・エタノール試液，噴霧用　を参照．

噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液　バニリン・硫酸・エタノール試液，噴霧用　を参照．

噴霧用4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液　4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液，噴霧用　を参照．

分離確認用グリチルリチン酸一アンモニウム　グリチルリチン酸一アンモニウム，分離確認用　を参照．

分離確認用バイカレイン　バイカレイン，分離確認用　を参照．

分離確認用パラオキシ安息香酸ブチル　パラオキシ安息香酸ブチル，分離確認用　を参照．

分離確認用パラオキシ安息香酸プロピル　パラオキシ安息香酸プロピル，分離確認用　を参照．

分離確認用パラオキシ安息香酸メチル　パラオキシ安息香酸メチル，分離確認用　を参照．

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ソ二硫酸アンモニウム及び*N*,*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．

ペウケダヌム・レデボウリエルロイデス，純度試験用　本品は*Peucedanum ledebourielloides* K. T. Fu (*Umbelliferae*)の根及び根茎を粉末にしたものである．

確認試験　本品1.0 gを共栓遠心沈殿管に入れ，ヘキサン5 mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．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．次にヘキサン／酢酸エチル／酢酸(100)混液(20：10：1)を展開溶媒として約7 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0.35付近(アガシリン)及び0.4付近[キサンタリン($C_{24}H_{26}O_7$)]にそれぞれ青色の蛍光を発するスポットを認める．

ペオニフロリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{23}H_{28}O_{11}$　白色の粉末で，水，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

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3410 cm^{-1}，1711 cm^{-1}，1279 cm^{-1}，823 cm^{-1}及び714 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品1 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，「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0.3付近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　ペオノール，定量用　を参照．

ペオノール，定量用　$C_9H_{10}O_3$　ペオノール，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の試験に適合するもの．なお，本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

ピークの単一性　本品5 mgを移動相50 mLに溶かす．この液1 mLを量り，移動相を加えて50 mLとし，試料溶液とする．試料溶液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，ペオノールのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点

を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ボタンピ」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：274 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能は「ボタンピ」の定量法のシステム適合性を準用する．

定量法　ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈*2.21*〉及び〈*5.01*〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 6.17～δ 6.25 ppm及びδ 7.54 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A_1 (水素数2に相当)及びA_2 (水素数1に相当)を算出する．

ペオノール($C_9H_{10}O_3$)の量(%)

$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 0.7336$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの各シグナルの面積強度A_1及びA_2の和

N：A_1及びA_2に由来する各シグナルの水素数の和

P：核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.17 ～ δ 6.25 ppm及びδ 7.54 ppm付近の各シグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.17 ～ δ 6.25 ppm及びδ 7.54 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度比$(A_1/2)/A_2$は0.99 ～ 1.01である．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度A_1又はA_2のqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

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，特異なにおいがある．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℃．

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 μL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0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない．

ベカナマイシン硫酸塩　$C_{18}H_{37}N_5O_{10} \cdot xH_2SO_4$　[医薬品各条]

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　$Na_3Co(NO_2)_6$　[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．

1－ヘキサノール　$C_6H_{14}O$　無色澄明の液である．比重d_{20}^{20}：0.816 ～ 0.821．沸点　156 ～ 158℃．

ヘキサヒドロキソアンチモン(Ⅴ)酸カリウム　$K[Sb(OH)_6]$　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　を参照．

1,1,1,3,3,3－ヘキサメチルジシラザン

$(CH_3)_3SiNHSi(CH_3)_3$　無色～ほとんど無色の液で，ジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水及びエタノールとは反応する．沸点：約125℃．

ヘキサメチレンテトラミン　$(CH_2)_6N_4$　[K 8847，特級]

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を正確に量り，水25 mLを正確に加えて溶かす．

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　C_6H_{14}　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℃．

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　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)．

ヘキサン，吸収スペクトル用　C_6H_{14}　[K 8848，ヘキサン，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．

ヘキサン，生薬純度試験用　C_6H_{14}　[K 8848，ヘキサン，特級]　ただし，ヘキサン300.0 mLを量り，減圧，40℃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．さらにこの液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

面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈5.01〉の4. 純度試験4.3.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γ－BHC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) 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．

***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　を参照．

***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　を参照．

1－ヘキサンスルホン酸ナトリウム　$C_6H_{13}NaO_3S$　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℃，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填したカラムに入れ，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 $C_6H_{13}NaO_3S$

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル　$C_{28}H_{37}ClO_7$　[医薬品各条]

ベザフィブラート，定量用　$C_{19}H_{20}ClNO_4$　[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($C_{19}H_{20}ClNO_4$) 99.0%以上を含むもの]

ヘスペリジン，成分含量測定用　ヘスペリジン，定量用　を参照．

ヘスペリジン，定量用　$C_{28}H_{34}O_{15}$　ヘスペリジン，薄層クロマトグラフィー用．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から得たヘスペリジンのピーク面積が，標準溶液10 μL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～淡褐黄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℃(分解)．

吸光度〈2.24〉　$E_{1\,cm}^{1\%}$(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 μL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0.3付近の主スポット以外のスポットを認めない．

ベタヒスチンメシル酸塩 $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ [医薬品各条]

ベタヒスチンメシル酸塩，定量用 $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ [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($C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$) 99.0%以上を含むもの]

ベタミプロン $C_{10}H_{11}NO_3$ [医薬品各条]

ベタミプロン，定量用 $C_{10}H_{11}NO_3$ [医薬品各条，「ベタミプロン」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，ベタミプロン($C_{10}H_{11}NO_3$) 99.5%以上を含むもの]

ペチジン塩酸塩，定量用 $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ [医薬品各条，「ペチジン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ペチジン塩酸塩($C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$) 99.0%以上を含むもの]

ベニジピン塩酸塩 $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ [医薬品各条]

ベニジピン塩酸塩，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]

ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用グルコース検出用試液 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 を参照．

ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用乳糖基質試液 乳糖基質試液，ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用 を参照．

ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用リン酸水素二ナトリウム・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，ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用，pH 4.5 を参照．

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 を参照．

ヘプタフルオロ酪酸 $C_4HF_7O_2$ 無色澄明の液である．

含量 98.0%以上． **定量法** 共栓フラスコに水30 mLを入れて質量を精密に量り，これに本品約4.3 gを加え，再び精密に量る．次に水40 mLを加え，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＝214.0 mg $C_4HF_7O_2$

ヘプタン $CH_3(CH_2)_5CH_3$ [K 9701，特級]

ヘプタン，液体クロマトグラフィー用 C_7H_{16} 無色澄明の液である．

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及び240 nmにおける吸光度はそれぞれ0.35以下，0.15以下，0.05以下及び0.03以下である．

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℃，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 μm，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塡したカラムに入れ，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：ブ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，特異なに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℃，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℃，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．

ヘペス緩衝液，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，薄めた6 mol/L水酸化ナトリウム試液(5→6)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 $C_{23}H_{46}O_2$ 白色のりん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℃

けん化価〈1.13〉 155.5 ～ 158.5

ベポタスチンベシル酸塩，定量用 $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot C_6H_6O_3S$ [医薬品各条，「ベポタスチンベシル酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水及び脱溶媒物に対し，ベポタスチンベシル酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot C_6H_6O_3S$) 99.5%以上を含むもの]

ヘマトキシリン $C_{16}H_{14}O_6 \cdot xH_2O$ 白色又は淡黄色～帯褐色の結晶又は結晶性の粉末で，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．

ペミロラストカリウム $C_{10}H_7KN_6O$ [医薬品各条]

ベラパミル塩酸塩，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($C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl) 99.0%以上を含むもの]

ベラプロストナトリウム　$C_{24}H_{29}NaO_5$　[医薬品各条]

ベラプロストナトリウム，定量用　$C_{24}H_{29}NaO_5$　[医薬品各条，「ベラプロストナトリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$) 99.0%以上を含むもの]

ヘリウム　He　99.995 vol%以上.

ペリルアルデヒド，成分含量測定用　ペリルアルデヒド，定量用　を参照.

ペリルアルデヒド，定量用　$C_{10}H_{14}O$　ペリルアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの.

吸光度 〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(230 nm)：850 ～ 950 (10 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250 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，試料溶液のペリルアルデヒド以外のピークの合計面積は，標準溶液のペリルアルデヒドのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μm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填する.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペリルアルデヒドの保持時間の約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，メタノールを加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たペリルアルデヒドのピーク面積が，標準溶液のペリルアルデヒドのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する.

システムの性能：(*E*)－アサロン1 mgを標準溶液50 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，ペリルアルデヒド，(*E*)－アサロンの順に溶出し，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，ペリルアルデヒドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

ペリルアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{10}H_{14}O$　無色～薄い褐色の透明な液で，特異なにおいがある．メタノール又はエタノール(99.5)と混和し，水に極めて溶けにくい.

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数3080 cm^{-1}，2930 cm^{-1}，1685 cm^{-1}，1644 cm^{-1}，1435 cm^{-1}及び890 cm^{-1}付近に吸収を認める.

純度試験　類縁物質　本品1.0 mgをメタノール10 mLに溶かした液10 μLにつき，「ソヨウ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない.

ペルオキシダーゼ　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℃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.

ペ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.

ペルオキシダーゼ標識アビジン　西洋ワサビペルオキシダーゼを結合したアビジンを適当な緩衝液で溶かしたもの.

ペルオキシダーゼ標識アビジン試液　ペルオキシダーゼ標識アビジンを濃度が0.3 μg/mLとなるようにpH 7.4の0.01 mol/Lトリス緩衝液・塩化ナトリウム試液で薄める．用時製する.

ペルオキシダーゼ標識抗ウサギ抗体　ウサギ免疫グロブリンGを小動物に免疫し，抗血清を得る．この液をウサギ免疫グロブリンG固定化カラムによるアフィニティークロマトグラフィーで処理し，特異抗体を得る．次に過ヨウ素酸法でペルオキシダーゼを標識することにより製する.

ペルオキシダーゼ標識抗ウサギ抗体試液　ウシ血清アルブミン0.10 gをリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし,100 mLとする．この液15 mLにペルオキシダーゼ標識抗ウサギ抗体5 μLを加える．用時製する.

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.

ペルオキソ二硫酸アンモニウム　$(NH_4)_2S_2O_8$　[K 8252，特級]

ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液，10%　ペルオキソ二硫酸アンモニウム1 gを水に溶かし，10 mLとする.

ペルオキソ二硫酸カリウム　$K_2S_2O_8$　[K 8253，特級]

ベルゲニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{14}H_{16}O_9$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，メタノールに溶けやすい．エタノール(99.5)に溶けにくく，水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.

確認試験　本品のメタノール溶液(1→50000)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及び273 ～ 277 nmに吸収の極大を示し，波長241 ～ 245 nmに吸収の極小を示す.

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0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない.

ベルバスコシド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{29}H_{36}O_{15}$　白色～ごく薄い黄色の結晶性の粉末又は粉末で，においはない．メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶け

にくく，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1604 cm^{-1}，1446 cm^{-1}，1272 cm^{-1}及び815 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品10 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20 μLにつき，「ニクジュヨウ」の確認試験を準用して試験を行うとき，R_f値0.35付近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．

ペルフェナジンマレイン酸塩，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]

ベルベリン塩化物水和物　$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$　[医薬品各条]

ベルベリン塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$　[医薬品各条，「ベルベリン塩化物水和物」]又は次の試験に適合するもの．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，エタノール(99.5)に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験　本品の水溶液(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226 ～ 230 nm，261 ～ 265 nm及び342 ～ 346 nmに吸収の極大を示す．

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0.3付近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．

ベンザルコニウム塩化物　[医薬品各条]

ベンザルフタリド　$C_{15}H_{10}O_2$　本品は黄色の結晶性の粉末である．融点：99 ～ 102℃．

ベンジルアルコール　$C_6H_5CH_2OH$　無色澄明の液体で，特異なにおいがある．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.045 ～ 1.050

貯法　遮光した気密容器．

***p*－ベンジルフェノール**　$C_6H_5CH_2C_6H_4OH$　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℃

ベンジルペニシリンカリウム　$C_{16}H_{17}KN_2O_4S$　[医薬品各条]

ベンジルペニシリンベンザチン　ベンジルペニシリンベンザチン水和物　を参照．

ベンジルペニシリンベンザチン水和物　$(C_{16}H_{18}N_2O_4S)_2 \cdot C_{16}H_{20}N_2 \cdot 4H_2O$　[医薬品各条]

ベンズアルデヒド　C_6H_5CHO　[K 8857，特級]

ベンズ[*a*]アントラセン　$C_{18}H_{12}$　白色～黄色の結晶性の粉末又は粉末である．水，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．融点：158 ～ 163℃．

確認試験　本品につき，純度試験を準用して試験を行うとき，主ピークのマススペクトルに，分子イオンピーク(*m/z* 228)及びフラグメントイオンピーク(*m/z* 114)を認める．

純度試験　類縁物質　本品3.0 mgをメタノールに溶かし，100 mLとし，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それらの量を求めるとき，ベンズ[*a*]アントラセン以外のピークの合計量は，2.0%以下である．

試験条件

検出器：質量分析計(EI)

走査質量範囲：15.00 ～ 300.00

測定時間：12 ～ 30分

カラム：内径0.25 mm，長さ30 mの石英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0.25 ～ 0.5 μmで被覆する．

カラム温度：45℃付近の一定温度で注入し，毎分40℃で240℃まで昇温し，240℃を5分間保持した後，毎分4℃で300℃まで昇温し，次いで毎分10℃で320℃まで昇温し，320℃を3分間保持する．

注入口温度：250℃付近の一定温度

インターフェース温度：300℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ベンズ[*a*]アントラセンの保持時間が約15分になるように調整する．

スプリットレス

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 mLとする．この液1 μLから得たベンズ[*a*]アントラセンのピーク面積が，試料溶液のベンズ[*a*]アントラセンのピーク面積の5 ～ 15%になることを確認する．

ベンゼトニウム塩化物，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]

ベンゼン　C_6H_6　[K 8858，特級]

***N*－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル塩酸塩**　$C_{15}H_{22}N_4O_3 \cdot HCl$　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．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－15.5 ～ －17.0°(2.5 g，水，50 mL，100 mm)．

融点〈2.60〉　129 ～133℃

純度試験

(1)　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．

(2)　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℃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 $C_{15}H_{22}N_4O_3$・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70 mg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**　$C_{19}H_{22}N_6O_4$・HCl　淡黄色の結晶性の粉末である．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$_D^{20}$：＋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CH_3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〉　$E_{1\,cm}^{1\%}$(316 nm)：166 ～ 184（10 mg，水，300 mL）．

ベンゾイルヒパコニン塩酸塩，定量用　$C_{31}H_{43}NO_9$・HCl　白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，水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．融点：約230℃(分解)．

吸光度〈2.24〉　$E_{1\,cm}^{1\%}$(230 nm)：225 ～ 240（脱水物に換算したもの5 mg，メタノール，200 mL）．

純度試験

（1）　類縁物質　本品1.0 mgをとり，エタノール(99.5) 1 mLを正確に加えて溶かした液5 μLにつき，「ブシ」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．

（2）　類縁物質　本品5.0 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，試料溶液のベンゾイルヒパコニン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベンゾイルヒパコニ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「牛車腎気丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245 nm)

面積測定範囲：ベンゾイルヒパコニンの保持時間の約5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，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液20 μLから得たベンゾイルヒパコニンのピーク面積が，標準溶液のベンゾイルヒパコニンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン，14－アニソイルアコニンの順に溶出し，それぞれの分離度は4以上である．

システムの再現性：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン及び14－アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以下である．

ベンゾイルメサコニン塩酸塩，定量用　$C_{31}H_{43}NO_{10}$・HCl　ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

純度試験　類縁物質　本品5.0 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，試料溶液のベンゾイルメサコニン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベンゾイルメサコニ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「牛車腎気丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245 nm)

面積測定範囲：ベンゾイルメサコニンの保持時間の約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，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液20 μLから得たベンゾイルメサコニンのピーク面積が，標準溶液のベンゾイルメサコニンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン，14－アニソイルアコニンの順に溶出し，それぞれの分離度は4以上である．

システムの再現性：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン及び14－アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以下である．

ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　$C_{31}H_{43}NO_{10}$・HCl　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)にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくい．融点：約250℃(分解)．

吸光度〈2.24〉　$E_{1\,cm}^{1\%}$(230 nm)：217 ～ 231（脱水物に換算したもの5 mg，メタノール，200 mL）．

純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをとり，エタノール(99.5) 1 mLを正確に加えて溶かした液5 μLにつき，「ブシ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．

ベンゾイン $C_6H_5CH(OH)COC_6H_5$ 本品は白色～微黄色の結晶又は粉末である．

融点 〈2.60〉 132 ～ 137℃

***p*－ベンゾキノン** $C_6H_4O_2$ 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℃

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[*a*]ピレン $C_{20}H_{12}$ 薄い黄色～緑黄色の結晶性の粉末又は粉末である．水，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．融点：176 ～ 181℃．

確認試験 本品につき，純度試験を準用して試験を行うとき，主ピークのマススペクトルに，分子イオンピーク(*m*/*z* 252)及びフラグメントイオンピーク(*m*/*z* 125)を認める．

純度試験 類縁物質 本品3.0 mgをメタノールに溶かし，100 mLとし，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それらの量を求めるとき，ベンゾ[*a*]ピレン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：質量分析計(EI)

走査質量範囲：15.00 ～ 300.00

測定時間：12 ～ 30分

カラム：内径0.25 mm，長さ30 mの石英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0.25 ～ 0.5 μmで被覆する．

カラム温度：45℃付近の一定温度で注入し，毎分40℃で240℃まで昇温し，240℃を5分間保持した後，毎分4℃で300℃まで昇温し，次いで毎分10℃で320℃まで昇温し，320℃を3分間保持する．

注入口温度：250℃付近の一定温度

インターフェース温度：300℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ベンゾ[*a*]ピレンの保持時間が約22分となるように調整する．

スプリットレス

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 mLとする．この液1 μLから得たベンゾ[*a*]ピレンのピーク面積が，試料溶液のベンゾ[*a*]ピレンのピーク面積の5 ～ 15%になることを確認する．

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℃

ペンタシアノアンミン鉄(Ⅱ)酸ナトリウム*n*水和物 $Na_3[Fe(CN)_5NH_3]\cdot xH_2O$ 淡黄色～淡緑黄色の結晶性の粉末である．

確認試験

(1) 本品0.2 gをとり，水5 mLに溶かし，水酸化ナトリウム溶液(1→10) 2 mLを加えて加熱するとき，アンモニアを発生し，褐色の沈殿を生じる．

(2) 本品0.25 gをとり，水20 mLに溶かす．この液1 mLを量り，硫酸鉄(Ⅱ)試液0.2 mLを加えるとき，液は緑青色を呈する．さらに薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液(2→5) 2滴及び酢酸(100) 0.2 mLを加えるとき，液は深青色を呈する．

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・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，希 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(3→50) 5 mL，ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム溶液(13→200) 5 mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→10) 2.5 mLに水を加えて25 mLとし，混和し，液の色が暗赤色から淡黄色に変わった後，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℃，98 vol%以上．

1－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：ブ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　を参照.

崩壊試験第1液　溶出試験第1液　を参照.

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　を参照.

ホウ酸　H_3BO_3　[K 8863，ほう酸，特級]

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・塩化マグネシウム緩衝液，pH 9.0　ホウ酸3.1 gを希水酸化ナトリウム試液210 mLに溶かし，塩化マグネシウム六水和物溶液(1→50) 10 mL及び水を加えて1000 mLとする．必要ならばpH 9.0に調整する.

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・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.

ホウ酸塩・塩酸緩衝液，pH 9.0　四ホウ酸ナトリウム十水和物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.

ホウ酸ナトリウム　四ホウ酸ナトリウム十水和物　を参照.

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　を参照.

抱水クロラール　$C_2H_3Cl_3O_2$　[医薬品各条]

抱水クロラール試液　抱水クロラール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　を参照.

飽和ヨウ化カリウム試液　ヨウ化カリウム試液，飽和　を参照.

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」]

ホスファターゼ，アルカリ性　ウシ小腸から得たもので，白色～灰白色又は黄褐色の凍結乾燥した粉末である.

本品1 mgは1単位以上を含み，塩類は含まない．ただし，本品の1単位とは，4－ニトロフェニルリン酸エステルを基質にして，pH 9.8で37℃，1分間に1 μmolの4－ニトロフェノールを生成する酵素量とする.

ホスファターゼ試液，アルカリ性　アルカリ性ホスファターゼ0.1 gをpH 9.0のホウ酸・塩化マグネシウム緩衝液10 mLに溶かす．用時製する.

ホスフィン酸　H_3PO_2　無色～微黄色の粘性の液である.

確認試験

（1）　本品0.5 mLに過酸化水素(30) 0.5 mL及び薄めた硫酸(1→6) 0.5 mLを加え，水浴上でほとんど蒸発乾固し，冷後，水10 mL及びアンモニア試液5 mLを加え，マグネシア試液5 mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる.

（2）　本品1 mLに，ヨウ素試液1 mLに水20 mLを加えた液を加えるとき，液のヨウ素の色は消える.

含量　30.0 ～ 32.0%.　**定量法**　本品約1.5 gを精密に量り，水に溶かし，正確に250 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50 mLを正確に加える．さらに水100 mL及び薄めた硫酸(1→6) 10 mLを加え，直ちに密栓して穏やかに振り混ぜた後，3時間放置する．次にヨウ化カリウム試液20 mLを加え，直ちに密栓して激しく振り混ぜ，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.

0.05 mol/L臭素液1 mL＝1.650 mg H_3PO_2

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　$C_{18}H_{18}O_2$　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」の定量法を準用し，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.

ホマトロピン臭化水素酸塩　$C_{16}H_{21}NO_3$・HBr　[医薬品各条]

ボラン－ピリジン錯体　C_5H_8BN

含量　80%以上.　**定量法**　本品30 mgを精密に量り，0.05 mol/Lヨウ素溶液40 mLに溶かし，薄めた硫酸(1→6) 10 mLを加え，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)．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液1 mL＝1.549 mg C_5H_8BN

ポリアクリルアミドゲル，エポエチンアルファ用　分離ゲルのアクリルアミド濃度を12.5%としたポリアクリルアミドゲル.

ポリアクリルアミドゲル，ナルトグラスチム用　分離ゲルのアクリルアミド濃度を14%としたポリアクリルアミドゲル.

ポリアクリルアミドゲル，フィルグラスチム用　分離ゲルのアクリルアミド濃度を15%としたポリアクリルアミドゲル.

ポリアクリル酸メチル，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，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2－ニトロテレフタレート，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℃．

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，僅かに特異なにおいがある．

ｐＨ〈2.54〉　7.0 ～ 9.5 (5 w/v%，25℃)

比重〈2.56〉　d_4^{25}：1.10 ～ 1.11

純度試験　溶状　本品1.0 gを水20 mLに溶かすとき，液は透明である．

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～微黄色のワセリン様又はろう様の物質で，僅かに特異なにおいがあり，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，アクロレイン様の刺激臭を発する．

（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℃

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．

ボリコナゾール　$C_{16}H_{14}F_3N_5O$　[医薬品各条]

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，僅かに特異なにおいがある．

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き，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0.1 gをフラスコに入れ，水酸化ナトリウムのメタノール溶液(1→50) 2 mLに溶かし，還流冷却器を付け，30分間加熱する．冷却器から三フッ化ホウ素・メタノール試液2 mLを加え，30分間加熱する．冷却器からヘプタン4 mLを加え，5分間加熱する．冷後，塩化ナトリウム飽和溶液10 mLを加えて約15秒間振り混ぜ，更に二層に分離した液の上層がフラスコの首部にくるまで塩化ナトリウム飽和溶液を加える．分離した上層2 mLをとり，水2 mLずつで3回洗い，無水硫酸ナトリウムで乾燥し，試料溶液とする．別にガスクロマトグラフィー用ラウリン酸メチル50 mg，ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸メチル50 mg，ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸メチル80 mg及びガスクロマトグラフィー用オレイン酸メチル100 mgをヘプタンに溶かし，50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，試料溶液から得た主ピークの保持時間は，標準溶液から得たラウリン酸メチルの保持時間に等しい．

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0.5 μmの厚さで被覆する．

カラム温度：80℃の一定温度で注入し，その後毎分10℃で220℃まで昇温し，220℃を40分間保持する．

注入口温度：250℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ラウリン酸メチルのピークの保持時間が約10分になるように調整する．

スプリット比：1：50

システム適合性

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，ラウリン酸メチル，パルミチン酸メチ

ル，ステアリン酸メチル，オレイン酸メチルの順に流出し，ステアリン酸メチルとオレイン酸メチルの分離度は2.0以上である．

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℃，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℃)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20，エポエチンベータ用 黄褐色の澄明～僅かな微濁の液である．

粘度 〈2.53〉 300 ～ 500 mPa･s

酸価 〈1.13〉 3以下．

けん化価 〈1.13〉 40 ～ 50

水酸基価 〈1.13〉 95 ～ 110

水分 〈2.48〉 5.0%以下．

ポリソルベート80 [医薬品各条]

ポリビニリデンフロライド膜 ウエスタンブロット用．

ポリビニルアルコール $(-CH_2CHOH-)_n$ [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，又は僅かに酢酸臭があり，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 mm^2/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℃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．

純度試験 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℃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．

$$\text{けん化度(mol\%)} = 100 - \frac{44.05A}{60.05 - 0.42A}$$

$$A = \frac{0.6005 \times (a - b)}{\text{試料の秤取量(g)}}$$

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)

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，又は僅かに酢酸臭があり，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 mm^2/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℃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℃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．

純度試験 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 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．

$$\text{けん化度(mol\%)} = 100 - \frac{44.05A}{60.05 - 0.42A}$$

$$A = \frac{3.0025 \times (a - b)}{\text{試料の秤取量(g)}}$$

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)

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．

ポリメチルシロキサン，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．

ボルネオール酢酸エステル $C_{12}H_{20}O_2$ 白色～微褐色の固体又は無色～微褐色澄明の液である．メタノール又はエタノールに極めて溶けやすく，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〉 の液膜法により測定するとき，波数2950 cm^{-1}，1736 cm^{-1}，1454 cm^{-1}及び1248 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20 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を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジエチルエーテル／メタノール混液(15：5：1)を

展開溶媒として約7 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℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得たR_f値約0.7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．

ホルマジン標準乳濁液　ホルマジン乳濁原液15 mLに水を加え1000 mLとする．調製後24時間以内に使用することとし，用時よく振り混ぜて用いる．

ホルマリン　ホルムアルデヒド液　を参照．

ホルマリン試液　ホルムアルデヒド液試液　を参照．

ホルマリン・硫酸試液　ホルムアルデヒド液・硫酸試液　を参照

2－ホルミル安息香酸　$CHOC_6H_4COOH$　本品は白色の結晶である．融点：97 ～ 99℃．

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 $C_8H_6O_3$

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，ホルムアミド，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．

ホルムアルデヒド試液，希　ホルムアルデヒド液を水で10倍に薄める．

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　複数のウェルを有するプレート．通例，96個以上のウェルを有し，約128 mm×約85 mm×約14 mmのサイズである．試験に適した材質，表面処理等を選択して使用する．

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　を参照．

マウス抗エポエチンアルファモノクローナル抗体　エポエチンアルファ(遺伝子組換え)のN末端20残基のアミノ酸配列に相当する合成ペプチドをマウスに免疫して得られたモノクローナル抗体で，エポエチンアルファ標準品についてウエスタンブロットを行うとき，反応する．

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　を参照．

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　を参照．

マーカータンパク質，セルモロイキン分子量測定用　分子量既知のマーカータンパク質で，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，大豆トリプシンインヒビター，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．

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　を参照．

マグノフロリンヨウ化物，定量用　$C_{20}H_{24}INO_4$　白色～黄みの薄い灰色の結晶又は結晶性の粉末である．水又はメタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．融点：約250℃(分解)．

本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

確認試験

(1)　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221 ～ 225 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測定するとき，波数3170 cm^{-1}，3000 cm^{-1}，2840 cm^{-1}，1459 cm^{-1}，1231 cm^{-1}，1122 cm^{-1}及び833 cm^{-1}付近に吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(223 nm)：1066 ～ 1132 (5 mg，メタノール，1000 mL)．

純度試験　類縁物質　本品5 mgを水／メタノール混液(1：1) 2 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)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．次に酢酸エチル／アセトン／水／ギ酸混液(5：3：1：1)を展開溶媒として約7 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たR_f値0.3付近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．

ピークの単一性　本品5 mgを水／メタノール混液(1：1) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，マグノフロリンのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度及び移動相は「葛根湯加川芎辛夷エキス」の定量法(4)の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器（測定波長303 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm）

流量：マグノフロリンの保持時間が約20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：試料溶液1 mLを量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて100 mLとした液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，マグノフロリ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5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：試料溶液1 mLを量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて100 mLとした液10 μLにつき，

上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マグノフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

定量法　ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6 1 mgをそれぞれ精密に量り，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1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 6.94 ～ 7.05 ppm付近のシグナルの面積強度A (水素数3に相当) [δ 6.96 ppm付近及びδ 7.04 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A_1 (水素数2に相当)及びA_2 (水素数1に相当)]を算出する．

マグノフロリンヨウ化物($C_{20}H_{24}INO_4$)の量(%)
$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 2.0918$

M: 本品の秤取量(mg)
M_S: 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の秤取量(mg)
I: 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6のシグナルの面積強度を9.000としたときのシグナルの面積強度A
N: Aに由来するシグナルの水素数
P: 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の純度(%)

試験条件
装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置
測定対象とする核：^{1}H
デジタル分解能：0.25 Hz以下
観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上
スピニング：オフ
パルス角：90°
^{13}C核デカップリング：あり
遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
積算回数：8回以上
ダミースキャン：2回以上
測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性
検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.94 ～ 7.05 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．
システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.96 ～ 7.04 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度比(A_1／2)／A_2は0.99 ～ 1.01である．
システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

マグノロール，成分含量測定用　マグノロール，定量用　を参照．

マグノロール，定量用　$C_{18}H_{18}O_2$　マグノロール，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の試験に適合するもの．なお，本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

ピークの単一性　本品5 mgを移動相10 mLに溶かす．この液1 mLを量り，移動相を加えて100 mLとし，試料溶液とする．試料溶液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，マグノロールのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件
カラム，カラム温度，移動相及び流量は「コウボク」の定量法の試験条件を準用する．
検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：289 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性
システムの性能は「コウボク」の定量法のシステム適合性を準用する．

定量法　ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 6.70 ppm及びδ 6.81 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A_1 (水素数2に相当)及びA_2 (水素数2に相当)を算出する．

マグノロール($C_{18}H_{18}O_2$)の量(%)
$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.1758$

M: 本品の秤取量(mg)
M_S: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)
I: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの各シグナルの面積強度A_1及びA_2の和
N: A_1及びA_2に由来する各シグナルの水素数の和
P: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件
装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置
測定対象とする核：^{1}H
デジタル分解能：0.25 Hz以下
観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上
スピニング：オフ
パルス角：90°
^{13}C核デカップリング：あり
遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
積算回数：8回以上
ダミースキャン：2回以上
測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.70 ppm及びδ 6.81 ppm付近の各シグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.70 ppm及びδ 6.81 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度比A_1／A_2は0.99 ～ 1.01である．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度A_1又はA_2のqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

マグノロール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{18}H_{18}O_2$　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102℃．

確認試験　本品のメタノール溶液(1→50000)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287 ～ 291 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，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(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0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない．

マクロゴール600　$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$，$n$＝11 ～ 13　無色澄明の粘性の液又は白色ワセリン様の固体で，僅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℃．

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　を参照．

マラカイトグリーン　マラカイトグリーンシュウ酸塩　を参照．

マラカイトグリーンシュウ酸塩　$C_{52}H_{54}N_4O_{12}$　[K 8878，マラカイトグリーン(しゅう酸塩)，特級]

マルチトール　$C_{12}H_{24}O_{11}$　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(99.5)にほとんど溶けない．

マルトース　マルトース水和物　を参照．

マルトース水和物　$C_{12}H_{22}O_{11}・H_2O$　[医薬品各条]

マルトトリオース　$C_{18}H_{32}O_{16}$　白色の粉末である．

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試験を行うとき，波数3420 cm^{-1}，1420 cm^{-1}，1153 cm^{-1}及び1024 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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　$C_4H_4O_4$　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1706 cm^{-1}，1637 cm^{-1}，1587 cm^{-1}，1567 cm^{-1}，1436 cm^{-1}，1263 cm^{-1}，876 cm^{-1}及び786 cm^{-1}付近に吸収を認める．

マレイン酸イルソグラジン　イルソグラジンマレイン酸塩　を参照．

マレイン酸イルソグラジン，定量用　イルソグラジンマレイン酸塩，定量用　を参照．

マレイン酸エナラプリル　エナラプリルマレイン酸塩　を参照．

マレイン酸クロルフェニラミン　クロルフェニラミンマレイン酸塩　を参照．

マレイン酸ペルフェナジン，定量用　ペルフェナジンマレイン酸塩，定量用　を参照．

マレイン酸メチルエルゴメトリン，定量用　メチルエルゴメトリンマレイン酸塩，定量用　を参照．

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_4^{20}：1.152 ～ 1.162

水分〈*2.48*〉　0.3%以下．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下．

マンギフェリン，定量用　$C_{19}H_{18}O_{11}$　黄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)にほとんど溶けない．本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

確認試験　本品につき，定量法を準用するとき，δ 3.15 ppm付近に多重線の1水素分のシグナル，δ 3.19 ppm付近に多重線の1水素分のシグナル，δ 3.22 ppm付近に多重線の1水素分のシグナル，δ 3.43 ppm付近に多重線の1水素分のシグナル，δ 3.71 ppm付近に二重線様の1水素分のシグナル，δ 4.07 ppm付近に三重線様の1水素分のシグナル，δ 4.61 ppm付近に二重線の1水素分のシグナル，δ 6.40 ppm付近に単一線の1水素分のシグナル，δ 6.89 ppm付近に単一線の1水素分のシグナル及びδ 7.40 ppm付近に単一線の1水素分のシグナルを示す．

ピークの単一性　本品1 mgを薄めたメタノール(1→2) 20 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，マンギフェリンのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「白虎加人参湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：367 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

システム適合性

システムの性能：試料溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，マンギフェリ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5000段以上，1.5以下である．

定量法　ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6 1 mgをそれぞれ精密に量り，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1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用

DSS－d_6をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈*2.21*〉及び〈*5.01*〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 6.40 ppm，δ 6.89 ppm及びδ 7.40 ppm付近のシグナルの面積強度A_1(水素数1に相当)，A_2(水素数1に相当)及びA_3(水素数1に相当)を算出する．

マンギフェリン($C_{19}H_{18}O_{11}$)の量(%)

$$= Ms \times I \times P/(M \times N) \times 1.8824$$

M：本品の秤取量(mg)

Ms：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6のシグナルの面積強度を9.000としたときの各シグナルの面積強度A_1，A_2及びA_3の和

N：A_1，A_2及びA_3に由来する各シグナルの水素数の和

P：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間： 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.40 ppm，δ 6.89 ppm 及びδ 7.40 ppm付近の各シグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.40 ppm，δ 6.89 ppm及びδ 7.40ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，各シグナル間の面積強度比A_1/A_2，A_1/A_3及びA_2/A_3は0.99 ～ 1.01である．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度A_1又はA_2若しくはA_3のqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

D－マンニトール　$C_6H_{14}O_6$　[医薬品各条]

マンニノトリオース，薄層クロマトグラフィー用　$C_{18}H_{32}O_{16}$　本品は白色の粉末で，水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．本品は吸湿性である．本品は湿気によって潮解する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$_D^{20}$：＋159 ～ ＋170° [脱水物に換算したもの，50 mg，薄めたアンモニア水(28) (1→1000)，5 mL，100 mm]．

純度試験　類縁物質　本品3 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2 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2－プロパノール／水／メタノール混液(3：2：2)を展開溶媒として約7 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1,3－ナフタレンジオール試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，R_f値0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．

D－マンノサミン塩酸塩　$C_6H_{13}NO_5$・HCl　白色の粉末である．融点：約168℃(分解)．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$_D^{20}$：－4.2 ～ －3.2° (0.4 g，水，20 mL，100 mm)．

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℃(分解)．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$_D^{20}$：＋13.7 ～ ＋14.7° (4 g，薄めたアンモニア試液(1→200)，20 mL，100 mm)．

ミオイノシトール　$C_6H_6(OH)_6$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

ミオグロビン　ウマ心筋より得られたヘムタンパク質で，白色の結晶性の粉末であり，ミオグロビンは総タンパク質の95%以上である．

ミグリトール　$C_8H_{17}NO_5$　[医薬品各条]

ミコナゾール硝酸塩　$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$・HNO_3　[医薬品各条]

ミチグリニドカルシウム水和物　$C_{38}H_{48}CaN_2O_6$･$2H_2O$　[医薬品各条]

ミツロウ　[医薬品各条]

ミノサイクリン塩酸塩　$C_{23}H_{27}N_3O_7$・HCl　[医薬品各条]

ミリスチシン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{11}H_{12}O_3$　無色の澄明な液で，特異なにおいがある．エタノール(95)に混和し，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*〉の液膜法により測定するとき，波数3080 cm^{-1}，2890 cm^{-1}，1633 cm^{-1}，1508 cm^{-1}，1357 cm^{-1}，1318 cm^{-1}，1239 cm^{-1}，1194 cm^{-1}，1044 cm^{-1}，994 cm^{-1}，918 cm^{-1}，828 cm^{-1}及び806 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品20 mgをエタノール(95) 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，エタノール(95)を加えて正確に25 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLにつき，「ニクズク」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R_f値0.4付近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．

ミリ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℃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

酸価〈*1.13*〉　1以下．

けん化価〈*1.13*〉　202 ～ 212

ヨウ素価〈*1.13*〉　1以下．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

ミリスチン酸イソプロピル，無菌試験用　$C_{17}H_{34}O_2$　ミリ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(ミリ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試験に適合したミリ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僅かに陽圧にして流した後，更にそのミリスチン酸イソプロピルをろ過滅菌により製する．

ミリスチン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 $C_{15}H_{30}O_2$ 無色～淡黄色の液である．

比重 〈2.56〉 d_{20}^{20} : 0.866 ～ 0.874

無アルデヒドエタノール エタノール，無アルデヒド を参照．

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 を参照．

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 を参照．

無菌試験用ミリスチン酸イソプロピル ミリスチン酸イソプロピル，無菌試験用 を参照．

無水亜硫酸ナトリウム 亜硫酸ナトリウム，無水 を参照．

無水エタノール エタノール(99.5) を参照．

無水エーテル ジエチルエーテル，無水 を参照．

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 を参照．

無水塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液 塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液，無水 を参照．

無水カフェイン カフェイン，無水 を参照．

無水コハク酸 $C_4H_4O_3$ 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 $C_4H_4O_3$

無水酢酸 $(CH_3CO)_2O$ [K 8886，特級]

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るが使用に差し支えない．

無水酢酸ナトリウム 酢酸ナトリウム，無水 を参照．

無水ジエチルエーテル ジエチルエーテル，無水 を参照．

無水炭酸カリウム 炭酸カリウム を参照．

無水炭酸ナトリウム 炭酸ナトリウム，無水 を参照．

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℃

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 を参照．

無水フタル酸 $C_8H_4O_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点 〈2.60〉 131 ～ 134℃

無水メタノール メタノール，無水 を参照．

無水硫酸銅 硫酸銅(Ⅱ) を参照．

無水硫酸ナトリウム 硫酸ナトリウム，無水 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

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 を参照．

無ヒ素亜鉛 亜鉛，ヒ素分析用 を参照．

ムレキシド $C_8H_8N_6O_6$ 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．

メキタジン，定量用 $C_{20}H_{22}N_2S$ [医薬品各条，「メキタジン」ただし，乾燥したものを定量するとき，メキタジン($C_{20}H_{22}N_2S$) 99.5%以上を含むもの]

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℃(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〉 $E_{1\,cm}^{1\%}$(230 nm) : 211 ～ 247 (5 mg，エタノール(99.5)，200 mL)．

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，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(3)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：溶媒のピークの後から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 μLから得たメサコニチンのピーク面積が，標準溶液10 μL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：本品，純度試験用アコニチン及び純度試験用ヒパ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，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)．

メサラジン，定量用　$C_7H_7NO_3$　[医薬品各条，「メサラジン」ただし，乾燥したものを定量するとき，メサラジン($C_7H_7NO_3$) 99.0%以上を含むもの]

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　ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

メシル酸ベタヒスチン　ベタヒスチンメシル酸塩　を参照．

メシル酸ベタヒスチン，定量用　ベタヒスチンメシル酸塩，定量用　を参照．

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．必要ならばろ過する．

メタサイクリン塩酸塩　$C_{22}H_{22}N_2O_8$・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 μL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．

メタ重亜硫酸ナトリウム　二亜硫酸ナトリウム　を参照．

メタ重亜硫酸ナトリウム試液　二亜硫酸ナトリウム試液　を参照．

メタニルイエロー　$C_{18}H_{14}N_3NaO_3S$　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　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．

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，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．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．

メタノール不含エタノール　エタノール(95)，メタノール不含　を参照．

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　を参照．

メタリン酸　HPO_3　無色の棒状又は塊状であり，潮解性がある．

確認試験

（1）　本品1 gをとり，水50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液10 mLを量り，アンモニア試液0.2 mLを加え，硝酸銀試液1 mLを加えるとき，帯黄白色の沈殿を生じる．

（2）　(1)の試料溶液10 mLを量り，アルブミン試液10 mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

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℃

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：ブ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

メチオニン　L－メチオニン　を参照．

L－メチオニン　$C_5H_{11}NO_2S$　[医薬品各条]

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℃

水分〈2.48〉　本品1 g中，水分は1 mg以下である．

2－メチルアミノピリジン，水分測定用　2－メチルアミノピリジンをそのまま湿気を遮って蒸留し，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．

4－メチルアミノフェノール硫酸塩　$(HOC_6H_4NHCH_3)_2 \cdot H_2SO_4$　白色～僅かに薄い黄色又はごく薄い灰色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約260℃(分解)．

4－メチルアミノフェノール硫酸塩試液　4－メチルアミノフェノール硫酸塩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．

メチルイエロー　メチルエロー　を参照．

メチルイエロー試液　メチルエロー試液　を参照．

メチルイソブチルケトン　4－メチル－2－ペンタノン　を参照．

メチルエチルケトン　2－ブタノン　を参照．

***dl*－メチルエフェドリン塩酸塩**　$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$　[医薬品各条]

***dl*－メチルエフェドリン塩酸塩，定量用**　*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩　を参照．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩，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]

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，必要ならばろ過する．

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・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．

メチルシクロヘキサン　C_7H_{14}　本品は無色澄明の液である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.420 ～ 1.425

密度〈2.56〉　(20℃)　0.766 ～ 0.772 g/mL

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　を参照．

メチルチモールブルー　$C_{37}H_{43}N_2NaO_{13}S$　[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20 mgを0.02 mol/L水酸化ナトリウム液100 mLに溶かすとき，液の色は僅かに青色である．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　$C_{20}H_{30}O_2$　[医薬品各条]

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオラートナトリウム　1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオラートナトリウム二水和物　を参照．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオラートナトリウム二水和物　$C_2H_3N_4NaS \cdot 2H_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　90 ～ 94℃

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．

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．

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．

融点〈2.60〉　125 ～ 129℃

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℃

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 $C_2H_4N_4S$

メチルドパ　メチルドパ水和物　を参照．

メチルドパ，定量用　メチルドパ水和物，定量用　を参照．

メチルドパ水和物　$C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$　[医薬品各条]

メチルドパ水和物，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，定量するとき，換算した脱水物に対し，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℃(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(2)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においがある．

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^{1}H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及び水酸化カリウムを180 ～ 250 μm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填する．

カラム温度：140℃付近の一定温度

キャリヤーガス：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分に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 μL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 μL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

3－メチル－2－ベンゾチアゾロンヒドラゾン塩酸塩－水和物　$C_8H_{10}ClN_3S \cdot H_2O$　白色～淡黄白色の結晶性粉末である．融点：約270℃(分解)．

4－メチルベンゾフェノン　$C_{14}H_{12}O$　白色の結晶である．

4－メチル－2－ペンタノン　$CH_3COCH_2CH(CH_3)_2$　[K 8903，特級]

4－メチルペンタン－2－オール　$C_6H_{14}O$　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_{20}^{20}：約0.802

沸点〈2.57〉　約132℃

3－*O*－メチルメチルドパ，薄層クロマトグラフィー用　$C_{11}H_{15}NO_4$

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 μL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　$C_{15}H_{15}N_3O_2$　[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，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・水酸化ナトリウム試液　メチルレッド50 mgを0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1.86 mL及びエタノール(95) 50 mLの混液に溶かし，水を加えて100 mLとする．

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**　$CH_2(NHCOCHCH_2)_2$　白色の結晶性の粉末である．

含量　97.0%以上．

メチレンブルー　$C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$　[K 8897，特級]

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　を参照．

メテノロンエナント酸エステル　$C_{27}H_{42}O_3$　[医薬品各条]

メテノロンエナント酸エステル，定量用　$C_{27}H_{42}O_3$　メテノロンエナント酸エステル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〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(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℃

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，「メテノロンエナント酸エステル」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．

4′－メトキシアセトフェノン　$C_9H_{10}O_2$　白色～薄い褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　34 ～ 39℃

2－メトキシエタノール　$CH_3OCH_2CH_2OH$　[K 8895，特級]

(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{10}H_{10}O_2$　白色～黄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：44 ～ 50℃．

確認試験

(1)　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282 ～ 286 nm及び331 ～ 335 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測定するとき，波数1675 cm^{-1}，1620 cm^{-1}，1490 cm^{-1}，1470 cm^{-1}，1295 cm^{-1}，1165 cm^{-1}，1130 cm^{-1}，1025 cm^{-1}及び600 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　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50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLにつき，「牛車腎気丸エキス」の確認試験(5)(ⅱ)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．

1－メトキシ－2－プロパノール　$C_4H_{10}O_2$　無色澄明な液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.402 ～ 1.405

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.920 ～ 0.925

純度試験　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．

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 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填する．

カラム温度：90℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分20 mL

4－メトキシベンズアルデヒド　$C_8H_8O_2$　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75 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：ブ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 $C_8H_8O_2$

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．

4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液，噴霧用　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を加え，穏やかに混和後，硫酸0.5 mL及び酢酸(100) 0.1 mLの順に穏やかに加え，よく混和する．

4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸試液　酢酸(100) 50 mLに硫酸1 mL及び4－メトキシベンズアルデヒド0.5 mLを加え，よく混和する．用時調製する．

2－メトキシ－4－メチルフェノール　$C_8H_{10}O_2$　無色～微黄色の液で，メタノール又はエタノール(99.5)に混和し，水に溶けにくい．凝固点：3 ～ 8℃．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のATR法により測定するとき，波数1511 cm^{-1}，1423 cm^{-1}，1361 cm^{-1}，1268 cm^{-1}，1231 cm^{-1}，1202 cm^{-1}，1148 cm^{-1}，1120 cm^{-1}，1031 cm^{-1}，919 cm^{-1}，807 cm^{-1}及び788 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品0.2 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するとき，2－メトキシ－4－メチルフェノール以外のピークの合計面積は，3.0%以下である．

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60 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メチルシロキサンを厚さ0.25 ～ 0.5 μmで被覆する．

カラム温度：100℃付近の一定温度で注入し，毎分5℃で130℃まで昇温し，その後，毎分2℃で140℃まで昇温し，次いで毎分15℃で200℃まで昇温し，200℃を2分間保持する．
注入口温度：200℃
検出器温度：250℃
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：2－メトキシ－4－メチルフェノールの保持時間が約10分になるように調整する．
スプリット比：1：50
システム適合性
システムの性能：本品60 mgをメタノールに溶かし，100 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 μLにつき，上記の条件で操作するとき，2－メトキシ－4－メチルフェノールのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液1 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，2－メトキシ－4－メチルフェノールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

メトクロプラミド，定量用 $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ [医薬品各条]

メトトレキサート $C_{20}H_{22}N_8O_5$ [医薬品各条]

メトプロロール酒石酸塩，定量用 $(C_{15}H_{25}NO_3)_2・C_4H_6O_6$ [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{$(C_{15}H_{25}NO_3)_2・C_4H_6O_6$} 99.5%以上を含むもの]

メトホルミン塩酸塩，定量用 $C_4H_{11}N_5・HCl$ [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($C_4H_{11}N_5・HCl$) 99.0%以上を含むもの]

メトロニダゾール $C_6H_9N_3O_3$ [医薬品各条]

メトロニダゾール，定量用 $C_6H_9N_3O_3$ [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]
純度試験 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 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 μL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：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，メトロニダゾ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3000段以上，1.5以下である．
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，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．

メピバカイン塩酸塩，定量用 $C_{15}H_{22}N_2O・HCl$ [医薬品各条，「メピバカイン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，メピバカイン塩酸塩($C_{15}H_{22}N_2O・HCl$) 99.0%以上を含むもの]

メフルシド，定量用 $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ [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($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$) 99.0%以上を含むもの]

メフロキン塩酸塩 $C_{17}H_{16}F_6N_2O・HCl$ [医薬品各条]

メベンダゾール $C_{16}H_{13}N_3O_3$ 本品は白色の粉末で，水又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

2－メルカプトエタノール $HSCH_2CH_2OH$ 本品は無色澄明の液である．
比重〈2.56〉 d_4^{20}：1.112 ～ 1.117
含量 97.0%以上． **定量法** 本品0.6 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．

$$含量(\%)=\frac{2－メルカプトエタノールのピーク面積}{それぞれの成分のピーク面積の総和}\times 100$$

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－メチルシリコーンポリマーをシラン処理した177 ～ 250 μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充填する．
カラム温度：120℃付近の一定温度
キャリヤーガス：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．
面積測定範囲：2－メルカプトエタノールの保持時間の7倍の範囲

2－メルカプトエタノール，エポエチンベータ用 $HSCH_2CH_2OH$ 含硫タンパク質研究用に製造されたもの．

メルカプトエタンスルホン酸 $C_2H_6O_3S_2$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

メルカプト酢酸 $HSCH_2COOH$ [K 8630，特級] アンプルに入れ，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 メルカプトプリン水和物 を参照．

メルカプトプリン水和物 $C_5H_4N_4S・H_2O$ [医薬品各条]

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不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_{25}^{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 μL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．

試験条件

面積測定範囲以外の試験条件は，「ハッカ油」の定量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*l*－メントールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：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 μL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 μL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．

モサプリドクエン酸塩水和物，定量用　$C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7 \cdot 2H_2O$　[医薬品各条，「モサプリドクエン酸塩水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) 99.0%以上を含むもの]

モッコウ　[医薬品各条]

没食子酸　没食子酸一水和物　を参照.

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℃(分解).

モノエタノールアミン　2－アミノエタノール　を参照.

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　を参照.

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　を参照.

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　を参照.

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　を参照.

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]

モリブデン硫酸試液　七モリブデン酸六アンモニウム四水和物2.5 gを水20 mLに加熱して溶かす．この液に硫酸28 mLを水50 mLに注意して加え，冷却した液を混合し，水を加えて100 mLとする．ポリエチレン容器に保存する.

モルヒネ塩酸塩水和物　$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$　[医薬品各条]

モルヒネ塩酸塩水和物，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]

3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸　$C_7H_{15}NO_4S$　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℃

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.

ヤギ抗大腸菌由来タンパク質抗体　大腸菌由来タンパク質基準品(タンパク質として約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．大腸菌由来タンパク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タンパク質カラムを調製し，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，主バンドの分子量は，1.30×10^5 ～ 1.70×10^5の範囲内にある.

タンパク質含量　「セルモロイキン(遺伝子組換え)」の定量法(1)により，タンパク質含量を求めるとき，1 mL当たりのタンパク質含量は0.2 ～ 1.0 mgである.

ヤギ抗大腸菌由来タンパク質抗体試液　1 mL当たりヤギ抗大腸菌由来タンパク質抗体をタンパク質含量として50 μg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，調製する.

ユビキノン－9　本品は黄色～橙色の結晶性の粉末で，におい及び味はない.

吸光度〈2.24〉　$E_{1\,cm}^{1\%}$(275 nm)：163 ～ 190 (エタノール(99.5)).

融点〈2.60〉　約44℃

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℃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 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 μL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　を参照．

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・硫酸亜鉛試液　ヨウ化カリウム5 g，硫酸亜鉛七水和物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　を参照．

ヨウ化メチル，定量用　ヨードメタン，定量用　を参照．

陽極液A，水分測定用　ジエタノールアミン100 gを水分測定用メタノール／水分測定用クロロホルム混液(1：1) 900 mLに溶かし，冷却しながら乾燥二酸化硫黄を通じ，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．この液600 mLに水分測定用クロロホルム400 mLを加える．

葉酸　$C_{19}H_{19}N_7O_6$　[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　を参照．

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．

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　JIS K 8005の容量分析用標準物質(よう素酸カリウム)のほか，容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる．

容量分析用硫酸亜鉛　硫酸亜鉛七水和物　を参照．

5－ヨードウラシル，液体クロマトグラフィー用　$C_4H_3IN_2O_2$　白色の結晶性の粉末である．融点：約275℃(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」の純度試験の試験条件に従い，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℃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．

$$5－ヨードウラシル(C_4H_3IN_2O_2)の量(mg)=\frac{A}{265}\times 2500$$

ヨードエタン　C_2H_5I　無色～暗褐色の澄明な液体で，ジエチ

ルエーテルようのにおいがある．

蒸留試験〈2.57〉 71.0 ～ 72.5℃，94 vol%以上．

ヨードエタン，定量用 C_2H_5I 無色～微黄色の液で，空気及び光により褐色となる．エタノール(95)と混和する．沸点：約72℃．比重d_{20}^{20}：約1.95．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.509 ～ 1.515

含量：99.0%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＝15.60 mg C_2H_5I

貯法 遮光した気密容器．

ヨード酢酸 ICH_2COOH 白色～ほとんど白色の結晶である．

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℃の留分を用いる．

比重〈2.56〉 d_{25}^{25}：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 を参照．

四ホウ酸ナトリウム十水和物 $Na_2B_4O_7・10H_2O$ [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]

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・硫酸試液 四ホウ酸ナトリウム十水和物9.5 gに硫酸1000 mLを加え，一晩かき混ぜて溶かす．

純度試験 水1 mLをあらかじめ氷水中で冷却した本品5 mLに静かに加え，冷却しながらかき混ぜ，水浴中で10分間加熱した後，氷水中で冷やす．カルバゾール試液0.2 mLを正確に加えてよくかき混ぜ，水浴中で15分間加熱し，氷水中で室温まで冷却するとき，液は緑色を呈さない．

四ホウ酸二カリウム四水和物 $K_2B_4O_7・4H_2O$ 本品は白色の結晶性の粉末又は粉末である．本品はエタノール(99.5)に溶けにくい．

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 本品はカブトガニ(*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 を参照．

ライネッケ塩一水和物 $NH_4[Cr(NH_3)_2(SCN)_4]・H_2O$ 暗赤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試験を行うとき，波数3310 cm^{-1}，2130 cm^{-1}，1633 cm^{-1}，1400 cm^{-1}，1261 cm^{-1}及び711 cm^{-1}付近に吸収を認める．

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．

ラウリン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 $C_{13}H_{26}O_2$ 無色～黄色の液である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.431 ～ 1.433

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.870 ～ 0.872

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 $C_{12}H_{22}O_{12}$ 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℃

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]

ラニチジンジアミン $(C_{10}H_{18}N_2OS)_2・C_4H_4O_4$ 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 $(C_{10}H_{18}N_2OS)_2・C_4H_4O_4$

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．

ラノコナゾール $C_{14}H_{10}ClN_3S_2$ [医薬品各条]

ラフチジン，定量用 $C_{22}H_{29}N_3O_4S$ [医薬品各条，「ラフチジン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ラフチジン

($C_{22}H_{29}N_3O_4S$) 99.5%以上を含むもの]

ラベタロール塩酸塩　$C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl　[医薬品各条]

ラベタロール塩酸塩，定量用　$C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl　[医薬品各条，「ラベタロール塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl) 99.0%以上を含むもの]

ラポンチシン，純度試験用　$C_{21}H_{24}O_9$　白色～薄い黄褐色の結晶性の粉末で，においはない．メタノールに溶けにくく，水又はエタノール(99.5)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1612 cm^{-1}，1577 cm^{-1}，1513 cm^{-1}，948 cm^{-1}，831 cm^{-1}及び798 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品4 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につき，「ダイオウ」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R_f値0.3付近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．

L－ラムノース一水和物　$C_6H_{12}O・H_2O$　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℃

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　を参照．

LAL試薬　ライセート試薬　を参照．

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和物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約4.7に調整し，水を加えて1000 mLとする．用時調製する．

卵白アルブミン，ゲルろ過分子量マーカー用　ニワトリ卵白より得られたもの．ゲルろ過クロマトグラフィー用．

リオチロニンナトリウム　$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$　[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　$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$　[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℃で保存する．

力価測定培地，ナルトグラスチム試験用　RPMI－1640培地10.4 gを適量の水に溶かし，炭酸水素ナトリウム溶液(3→40) 16 mLを加え，水を加えて1000 mLとした後，二酸化炭素を吹き込み，pH 7.0に調整し，ろ過滅菌する．この液90 mLに56℃で30分間加温したウシ胎児血清10 mL，ベンジルペニシリンカリウム1.0×10^5単位及びストレプトマイシン硫酸塩0.1 g(力価)を生理食塩液10 mLに溶かした液1 mL及び2－メルカプトエタノール溶液(9→125) 5 μLを加えた後，ろ過滅菌する．

リクイリチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{22}O_9$　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℃(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0.4付近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，特異なにおいがある．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0.6付近の主スポット以外のスポットを認めない．

(*Z*)－リグスチリド試液，薄層クロマトグラフィー用　薄層クロマトグラフィー用(*Z*)－リグスチリド1 mgをメタノール10 mLに溶かす．

リグノセリン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用　$C_{25}H_{50}O_2$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　58 ～ 61℃

リシノプリル　リシノプリル水和物　を参照．

リシノプリル，定量用　リシノプリル水和物，定量用　を参照．

リシノプリル水和物　$C_{21}H_{31}N_3O_5・2H_2O$　[医薬品各条]

リシノプリル水和物，定量用　$C_{21}H_{31}N_3O_5・2H_2O$　[医薬品各条，「リシノプリル水和物」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]

リシルエンドペプチダーゼ　Lysobacter enzymogenesから得たプロテアーゼ．pH 7.7，25℃において1分間に1 μmolのトシルーグリシループロリルーリジンー4ーニトロアニリド酢酸塩を加水分解する酵素量を1単位とするとき，本品1 mgは約150単位を含む．

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．

L－リシン塩酸塩　$C_6H_{14}N_2O_2・HCl$　[医薬品各条]

L－リジン塩酸塩　L－リシン塩酸塩　を参照．

リスペリドン，定量用　$C_{23}H_{27}FN_4O_2$　[医薬品各条，「リスペリドン」ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$) 99.5%以上を含むもの]

リゾチーム塩酸塩用基質試液　基質試液，リゾチーム塩酸塩用を参照.

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℃.

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(4)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℃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 $C_{24}H_{40}O_3$

リトドリン塩酸塩　$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl　[医薬品各条]

リノール酸メチル，ガスクロマトグラフィー用　$C_{19}H_{34}O_2$　無色～淡黄色の液体である.

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.880 ～ 0.889

リノレン酸メチル，ガスクロマトグラフィー用　$C_{19}H_{32}O_2$　無色～淡黄色の液体である.

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.890 ～ 0.901

リバビリン　$C_8H_{12}N_4O_5$　[医薬品各条]

リボヌクレアーゼA，ゲルろ過分子量マーカー用　ウシの膵臓より得られたもの．ゲルろ過クロマトグラフィー用.

リボフラビン　$C_{17}H_{20}N_4O_6$　[医薬品各条]

リボフラビンリン酸エステルナトリウム　$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$　[医薬品各条]

リモニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{26}H_{30}O_8$　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エチルに溶けにくく，水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．融点：約290℃.

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1759 cm^{-1}，1709 cm^{-1}，1166 cm^{-1}，798 cm^{-1}及び601 cm^{-1}付近に吸収を認める.

純度試験　類縁物質　本品1 mgを酢酸エチル1 mLに溶かした液1 μLにつき，「黄連解毒湯エキス」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない.

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_{20}^{20}：0.841 ～ 0.846

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．試料溶液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．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，リモネン以外のピークの合計量は3.0%以下である.

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，「ユーカリ油」の定量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モネンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：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 μLから得たリ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.

硫化アンモニウム試液　$(NH_4)_2S$　[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)　を参照.

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　を参照.

硫化ナトリウム九水和物　$Na_2S・9H_2O$　[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　$H_2SO_4・nSO_3$　[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：ブ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　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，1 mol/L　硫酸60 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．

硫酸試液，5 mol/L　硫酸300 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・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・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・ヘキサン・メタノール試液　メタノール／ヘキサン混液(3：1) 230 mLに硫酸2 mLを注意して加える．

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・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．

硫酸亜鉛　硫酸亜鉛七水和物　を参照．

硫酸亜鉛，容量分析用　硫酸亜鉛七水和物　を参照．

硫酸亜鉛七水和物　$ZnSO_4・7H_2O$　[K 8953，特級]

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．

硫酸アトロピン　アトロピン硫酸塩水和物　を参照．

硫酸アトロピン，定量用　アトロピン硫酸塩水和物，定量用を参照．

硫酸アトロピン，薄層クロマトグラフィー用　アトロピン硫酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を参照．

硫酸4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン　4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩一水和物　を参照．

硫酸4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン試液　4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩試液　を参照．

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　を参照．

硫酸アンモニウム　$(NH_4)_2SO_4$　[K 8960，特級]

硫酸アンモニウム試液　硫酸アンモニウム39.6 gを水70 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH 8.0に調整した後，水を加えて100 mLとする(3 mol/L)．

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　$FeSO_4(NH_4)_2SO_4・6H_2O$　[K 8979，特級]

硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物　$FeNH_4(SO_4)_2・12H_2O$　[K 8982，硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)・12水，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．

硫酸カナマイシン　カナマイシン硫酸塩　を参照．

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　$AlK(SO_4)_2・12H_2O$　[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　キニジン硫酸塩水和物　を参照．

硫酸キニーネ　キニーネ硫酸塩水和物　を参照．

硫酸ジベカシン　ジベカシン硫酸塩　を参照．

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　テトラブチルアンモニウム硫酸水素塩　を参照．

硫酸セリウム(Ⅳ)四水和物　$Ce(SO_4)_2・4H_2O$　[K 8976，特級]

硫酸第一鉄　硫酸鉄(Ⅱ)七水和物　を参照．

硫酸第一鉄試液　硫酸鉄(Ⅱ)試液　を参照．

硫酸第一鉄アンモニウム　硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

硫酸第二鉄　硫酸鉄(Ⅲ)*n*水和物　を参照．

硫酸第二鉄試液　硫酸鉄(Ⅲ)試液　を参照．

硫酸第二鉄アンモニウム　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物を参照．

硫酸第二鉄アンモニウム試液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液を参照．

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　を参照．

硫酸呈色物用硫酸　硫酸，硫酸呈色物用　を参照．

硫酸鉄(Ⅱ)七水和物　$FeSO_4・7H_2O$　[K 8978，特級]

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(Ⅲ) *n*水和物　$Fe_2(SO_4)_3・xH_2O$　[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　を参照．

硫酸銅，無水　硫酸銅(Ⅱ)　を参照．

硫酸銅試液　硫酸銅(Ⅱ)試液　を参照．

硫酸銅試液，アルカリ性　硫酸銅(Ⅱ)試液，アルカリ性　を参照．

硫酸銅・ピリジン試液　硫酸銅(Ⅱ)・ピリジン試液　を参照．

硫酸銅(Ⅱ)　$CuSO_4$　[K 8984，1級]

硫酸銅(Ⅱ)五水和物　$CuSO_4・5H_2O$　[K 8983，特級]

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(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(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　を参照.

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　$Na_2SO_4・10H_2O$　[K 8986，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　を参照.

硫酸ニッケル(Ⅱ)アンモニウム六水和物　$(NH_4)_2Ni(SO_4)_2・6H_2O$　緑色の結晶又は結晶性の粉末である.

確認試験

(1)　本品1 gをとり，水20 mLに溶かし，試料溶液とする．この液5 mLに塩化バリウム試液1 mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる.

(2)　(1)の試料溶液5 mLに8 mol/L水酸化ナトリウム試液5 mLを加えるとき，緑色の沈殿を生じ，加熱するときアンモニアを発生する.

(3)　(1)の試料溶液5 mLにアンモニア試液及びジメチルグリオキシム試液1 mLを加えるとき，赤色の沈殿を生ずる.

含量　99.0%以上.　**定量法**　本品約1 gを精密に量り，水100 mL及び塩化アンモニウム試液5 mLを加えた後，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20 mLを正確に加え，50 ～ 60℃に加温した後，薄めたアンモニア水(28) (1→2) 10 mL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滴定する(指示薬：ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬50 mg)．ただし，滴定の終点は，液の緑色が青紫に変わるときとする.

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
＝39.50 mg $(NH_4)_2Ni(SO_4)_2・6H_2O$

硫酸ニッケル(Ⅱ)六水和物　$NiSO_4・6H_2O$　[K8989，特級]

硫酸バメタン　バメタン硫酸塩　を参照.

硫酸ヒドラジニウム　$N_2H_6SO_4$　[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を正確に量り，水100 mLを正確に加えて溶かす．4 ～ 6時間放置する.

硫酸ヒドラジン　硫酸ヒドラジニウム　を参照.

硫酸ビンクリスチン　ビンクリスチン硫酸塩　を参照.

硫酸ビンブラスチン　ビンブラスチン硫酸塩　を参照.

硫酸ベカナマイシン　ベカナマイシン硫酸塩　を参照.

硫酸マグネシウム　硫酸マグネシウム七水和物　を参照.

硫酸マグネシウム七水和物　$MgSO_4・7H_2O$　[K 8995，特級]

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4－メチルアミノフェノール　4－メチルアミノフェノール硫酸塩　を参照.

硫酸*p*－メチルアミノフェノール　4－メチルアミノフェノール硫酸塩　を参照.

硫酸4－メチルアミノフェノール試液　4－メチルアミノフェノール硫酸塩試液　を参照.

硫酸*p*－メチルアミノフェノール試液　4－メチルアミノフェノール硫酸塩試液　を参照.

硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)二水和物　$Ce(SO_4)_2・2(NH_4)_2SO_4・2H_2O$　[K 8977，特級]

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)・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　を参照.

硫酸リチウム一水和物　$Li_2SO_4・H_2O$　[K 8994，特級]

粒子計数装置　溶血剤抵抗性赤血球系細胞の粒子数を測定可能な装置.

粒子計数装置用希釈液　希釈液，粒子計数装置用　を参照.

流動パラフィン　パラフィン，流動　を参照.

両性担体液，pH 3 ～ 10用　ごく薄い黄色の液体．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　ごく薄い黄色の液体．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.

リルマザホン塩酸塩水和物　$C_{21}H_{20}Cl_2N_6O_3・HCl・2H_2O$　[医薬品各条]

リンコフィリン，成分含量測定用　リンコフィリン，定量用　を参照.

リンコフィリン，定量用　$C_{22}H_{28}N_2O_4$　リンコフィリン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの.

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(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」の定量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」の定量法のシステムの適合性を準用する．

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．

リンコフィリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{22}H_{28}N_2O_4$　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℃．

確認試験　本品のメタノール／希酢酸混液(7：3)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242 ～ 246 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／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0.5付近の主スポット以外のスポットを認めない．

リン酸　H_3PO_4　[K 9005，りん酸，特級]

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・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 2.3に調整する．

リン酸一水素カリウム　リン酸水素二カリウム　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

リン酸塩緩衝液，エポエチンアルファ用　リン酸二水素ナトリウム二水和物0.247 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物0.151 g及び塩化ナトリウム8.77 gを水に溶かし，1000 mLとする．

リン酸塩緩衝液，サイコ成分含量測定用　リン酸塩緩衝液，サイコ定量用　を参照．

リン酸塩緩衝液，サイコ定量用　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，細胞毒性試験用　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，1000 mLとし，121℃で15分間高圧蒸気滅菌する．

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，0.01 mol/L　無水リン酸水素二ナトリウム1.15 g，リン酸二水素カリウム0.2 g，塩化ナトリウム8.0 g及び塩化カリウム0.2 gを水に溶かし，1000 mLとする．

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 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 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 3.5に調整する．

リン酸塩緩衝液，0.02 mol/L，pH 7.5　リン酸二水素カリウム2.72 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 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，0.02 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 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 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 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，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 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 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 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 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 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 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，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 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，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 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 4.0　0.05 mol/Lリン酸二水素カリウム試液に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 4.0に調整する．

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 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 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 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水酸化ナトリウム試液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 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水酸化ナトリウム試液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水酸化ナトリウム試液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水酸化ナトリウム試液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水酸化ナトリウム試液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・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．

リン酸緩衝液，0.1 mol/L，pH 7　リン酸二水素カリウム13.6 gを水800 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH 7±0.4に調整した後，水を加えて1000 mLとする．

リン酸コデイン，定量用　コデインリン酸塩水和物，定量用を参照．

リン酸三ナトリウム十二水和物　$Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$　[K 9012，りん酸三ナトリウム・12水，特級]

リン酸ジヒドロコデイン，定量用　ジヒドロコデインリン酸塩，定量用　を参照．

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　を参照．

リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物　$NaNH_4HPO_4 \cdot 4H_2O$　[K 9013，りん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，りん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，りん酸水素二カリウム，特級]

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．

リン酸水素二ナトリウム，pH測定用 Na_2HPO_4 [K 9020，りん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，りん酸水素二ナトリウム，特級]

リン酸水素二ナトリウム十二水和物 $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ [K 9019，りん酸水素二ナトリウム・12水，特級]

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・クエン酸緩衝液，ペニシリウム由来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・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 5.0 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5.25 gを水に溶かして1000 mLとした液を加えてpH 5.0に調整する．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 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 5.5 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とした液を加えてpH 5.5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 6.8 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とした液を加えてpH 6.8に調整する．

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，pH 7.5 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とした液を加えてpH 7.5に調整する．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 8.2 無水リン酸水素二ナトリウム20.7 g，クエン酸一水和物7.38 g及びリン酸二水素ナトリウム二水和物0.535 gを水400 mLに溶かし，水酸化ナトリウム溶液(1→2)を加えてpH 8.2に調整した後，水を加えて500 mLとする．

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 を参照．

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 を参照．

リン酸テトラブチルアンモニウム テトラブチルアンモニウムリン酸二水素塩 を参照．

リン酸トリス(4－*t*－ブチルフェニル) $[(CH_3)_3CC_6H_4O]_3PO$
白色の結晶又は結晶性の粉末である．
融点 〈2.60〉 100 ～ 104℃

リン酸ナトリウム リン酸三ナトリウム十二水和物 を参照．

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，りん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，りん酸二水素カリウム，特級]

リン酸二水素カリウム，pH測定用 KH_2PO_4 [K 9007，りん酸二水素カリウム，pH標準液用]

リン酸二水素カリウム試液，0.01 mol/L，pH 4.0 リン酸二水素カリウム1.4 gを水1000 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 4.0に調整する．

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 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 2.0に調整する．

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 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，0.2 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，0.33 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参照．

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．

リン酸二水素ナトリウム一水和物　$NaH_2PO_4・H_2O$　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，湿気によりやや潮解する．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは4.1 ～ 4.5である．

リン酸二水素ナトリウム二水和物　$NaH_2PO_4・2H_2O$　[K 9009，りん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試液，0.01 mol/L，pH 7.5　リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56 gを水900 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH 7.5に調整した後，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　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，リン酸を加えてpH 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とした液を加えて，pH 3.0に調整する．

リン酸二水素ナトリウム試液，0.05 mol/L，pH 5.5　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，水酸化ナトリウム試液を加えてpH 5.5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，0.1 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を加えて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 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 2.2　リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56 gを水800 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 2.2に調整した後，水を加えて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 2.5に調整する．

リン酸二水素ナトリウム・エタノール試液　リン酸二水素ナトリウム溶液(39→2500) 500 mLに水200 mLを加えた後，エタノール(99.5) 300 mLを加える．

リン酸リボフラビンナトリウム　リボフラビンリン酸エステルナトリウム　を参照．

リンタングステン酸　リンタングステン酸*n*水和物　を参照．

リンタングステン酸*n*水和物　$P_2O_5・24WO_3・xH_2O$　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．

リンタングステン酸試液　リンタングステン酸*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　を参照．

リンモリブデン酸*n*水和物　$P_2O_5・24MoO_3・xH_2O$　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．さらに硝酸(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．

ルチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{27}H_{30}O_{16}$　薄い黄色～黄緑色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　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255 ～ 259 nm及び356 ～ 360 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測定するとき，波数1655 cm^{-1}，1600 cm^{-1}，1507 cm^{-1}及び1363 cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品10 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20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2 μLずつを，「サンザシ」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0.3付近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．

ルテオリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_{10}O_6$　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℃(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0.7付近の主スポット以外のスポットを認めない．

レイン，定量用　$C_{15}H_8O_6$　レイン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．なお，本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(257 nm)：678 ～ 720 (3 mg，メタノール，500 mL).

ピークの単一性　本品1 mgをアセトン100 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，レインのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(650：350：1)

流量：レインの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能は，「乙字湯エキス」の定量法(5)のシステム適合性を準用する．

定量法　ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6 1 mgをそれぞれ精密に量り，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1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 8.16 ppm付近のシグナルの面積強度A (水素数1に相当)を算出する．

レイン($C_{15}H_8O_6$)の量(%)

$$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.2668$$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6のシグナルの面積強度を9.000としたときのシグナルの面積強度

N：Aに由来するシグナルの水素数

P：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 8.16 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 8.16 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

レイン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_8O_6$　黄色～帯赤黄色の粉末である．アセトンに極めて溶けにくく，水，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

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 mgをアセトン10 mLに溶かした液2 μLにつき，「大黄甘草湯エキス」の確認試験(1)を準用し，試験を行うとき，R_f値0.3付近の主スポット以外のスポットを認めない．

レザズリン　$C_{12}H_6NNaO_4$　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).

レザズリン液　生細胞測定試験用に製造したもの．

レシチン　本品は微黄色～黄褐色の粉末又は粒で，特異なにおいがある．本品は水で乳化される．本品は吸湿性である．

レジブフォゲニン，成分含量測定用　レジブフォゲニン，定量用　を参照．

レジブフォゲニン，定量用　$C_{24}H_{32}O_4$　白色の結晶性の粉末で，においはない．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(300 nm)：131 ～ 145 (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を精密に量り，以下定量用ブ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 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．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．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(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 μm 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填する．

カラム温度：40℃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．
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
システム適合性
検出の確認：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 μL 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 μL 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．
システムの性能：本品，定量用ブファリン及び定量用シノブファギン 10 mg ずつをメタノールに溶かして 200 mL とする．この液 20 μL 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，それぞれの分離度は 1.5 以上である．

レジブフォゲニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{32}O_4$　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 μL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0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．
レソルシノール　$C_6H_4(OH)_2$　[K 9032，特級]
レソルシノール試液　レソルシノール0.1 gを塩酸10 mLに溶かす，用時製する．
レソルシノール・硫酸試液　レソルシノール0.1 gを薄めた硫酸(1→10) 10 mLに溶かす．
レソルシノール・硫酸銅(Ⅱ)試液　レソルシノール0.1 gを水5 mLに溶かし，0.1 mol/L硫酸銅(Ⅱ)溶液125 μL，塩酸24 mL及び水を加えて50 mLとする．使用の4時間前までに調製する．
レゾルシン　レソルシノール　を参照．
レゾルシン試液　レソルシノール試液　を参照．
レゾルシン硫酸試液　レソルシノール・硫酸試液　を参照．
レバミピド，定量用　$C_{19}H_{15}ClN_2O_4$　[医薬品各条，「レバミピド」ただし，乾燥したものを定量するとき，レバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) 99.5%以上を含むもの]
レバロルファン酒石酸塩，定量用　$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$　[医薬品各条，「レバロルファン酒石酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，レバロルファン酒石酸塩($C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$) 99.0%以上を含むもの]
レボチロキシンナトリウム　レボチロキシンナトリウム水和物を参照．
レボチロキシンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　レボチロキシンナトリウム水和物，薄層クロマトグラフィー用を参照．
レボチロキシンナトリウム水和物　$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4 \cdot xH_2O$　[医薬品各条]
レボチロキシンナトリウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4 \cdot xH_2O$　[医薬品各条，「レボチロキシンナトリウム水和物」ただし，「レボチロキシンナトリウム水和物」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]
レボフロキサシン水和物，定量用　$C_{18}H_{20}FN_3O_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$　[医薬品各条，「レボフロキサシン水和物」]
レンギョウ　[医薬品各条]
L－ロイシン　$C_6H_{13}NO_2$　[医薬品各条]
L－ロイシン，定量用　$C_6H_{13}NO_2$　[医薬品各条，「L－ロイシン」ただし，乾燥したものを定量するとき，L－ロイシン($C_6H_{13}NO_2$) 99.0%以上を含むもの]
ロガニン，成分含量測定用　ロガニン，定量用　を参照．
ロガニン，定量用　$C_{17}H_{26}O_{10}$　ロガニン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の定量用1又は定量用2 (qNMR純度規定)の試験に適合するもの．なお，定量用1は乾燥(デシケーター，シリカゲル，24時間)して用い，定量用2は定量法で求めた含量で補正して用いる．
1)　定量用1
吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(235 nm)：275 ～ 303 (5 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2 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，試料溶液のロガニン以外のピークの合計面積は，標準溶液のロガニ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「牛車腎気丸エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する．
面積測定範囲：ロガニンの保持時間の約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「牛車腎気丸エキス」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から得たロガニンのピーク面積が，標準溶液のロガニンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．
2)　定量用2 (qNMR純度規定)
ピークの単一性　本品2 mgを移動相5 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，ロガニンのピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．
試験条件
カラム，カラム温度，移動相及び流量は「牛車腎気丸エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する．
検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：238 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)
システム適合性

システムの性能は「牛車腎気丸エキス」の定量法(1)のシステム適合性を準用する．

定量法　ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4 1 mgをそれぞれ精密に量り，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 7.14 ppm付近のシグナルの面積強度A(水素数1に相当)を算出する．

ロガニン($C_{17}H_{26}O_{10}$)の量(%)

$$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.7235$$

M: 本品の秤取量(mg)

M_S: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の秤取量(mg)

I: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4のシグナルの面積強度を18.000としたときの面積強度A

N: Aに由来するシグナルの水素数

P: 核磁気共鳴スペクトル測定用1,4－BTMSB－d_4の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.02 ppm及びδ 7.14 ppm付近の各シグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 5.02 ppm及びδ 7.14 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．また，試料溶液につき，上記の条件でδ 5.02 ppm及びδ 7.14 ppm付近のそれぞれのシグナルの面積強度A_1 (水素数1に相当)及び面積強度A (水素数1に相当)を測定するとき，各シグナル間の面積強度比A_1/Aは，0.99 ～ 1.01である．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

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℃．

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 μL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0.4付近の主スポット以外のスポットを認めない．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩　$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl　[医薬品各条]

ロサルタンカリウム　$C_{22}H_{22}ClKN_6O$　[医薬品各条]

ロスバスタチンカルシウム　$(C_{22}H_{27}FN_3O_6S)_2Ca$　[医薬品各条]

ロスバスタチンカルシウム鏡像異性体　$(C_{22}H_{28}FN_3O_6S)_2Ca$　白色の粉末である．

確認試験

(1)　「ロスバスタチンカルシウム」の純度試験(4)のシステム適合性のシステムの性能を準用して試験を行うとき，ロスバスタチンのピークに対するロスバスタチン鏡像異性体の相対保持時間は約0.92である．

(2)　本品の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溶液(3→100)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.5 ppm付近に二重の三重線のシグナルAを，δ 4.2 ppm付近に多重線のシグナルBを，δ 5.5 ppm付近に二重の二重線のシグナルCを，δ 6.5 ppm付近に二重の二重線のシグナルDを，δ 7.3 ppm付近に多重線のシグナルEを，δ 7.7 ppm付近に多重線のシグナルFを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：D：E：Fはほぼ1：1：1：1：2：2である．

ローズベンガル　$C_{20}H_2Cl_4I_4Na_2O_5$　[特級]　赤褐色の粉末で，水に溶けて紫赤色を示す．

ロスマリン酸，成分含量測定用　ロスマリン酸，定量用　を参照．

ロスマリン酸，定量用　$C_{18}H_{16}O_8$　ロスマリン酸，薄層クロマトグラフィー用．ただし，以下の試験に適合するもの．なお，本品は定量法で求めた含量で補正して用いる．

ピークの単一性　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品1 mgをエタノール 50 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，ロスマリン酸のピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの中点付近の2時点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき，スペクトルの形状に差がない．

試験条件

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：330 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 400 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(1→100)／メタノール混液(13：7)

流量：ロスマリン酸の保持時間が約10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：試料溶液に紫外線(主波長365 nm)を30分間照射した液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロスマリン酸の直前に明瞭なピークを認め，そのピークとロスマリン酸のピークの分離度は1.5以上である．

定量法　ウルトラミクロ化学はかりを用い，本品5 mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6 1 mgをそれぞれ精密に量り，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1 mLに溶かし，試料溶液とする．この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ，核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6をqNMR用基準物質として，次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(〈2.21〉及び〈5.01〉)により，^{1}H NMRスペクトルを測定する．qNMR用基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし，δ 6.27 ppm付近のシグナルの面積強度A(水素数1に相当)を算出する．

ロスマリン酸($C_{18}H_{16}O_8$)の量(%)

$= M_S \times I \times P / (M \times N) \times 1.6059$

M：本品の秤取量(mg)

M_S：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の秤取量(mg)

I：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6のシグナルの面積強度を9.000としたときのシグナルの面積強度

N：Aに由来するシグナルの水素数

P：核磁気共鳴スペクトル測定用DSS－d_6の純度(%)

試験条件

装置：^{1}H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

測定対象とする核：^{1}H

デジタル分解能：0.25 Hz以下

観測スペクトル幅：－5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上

スピニング：オフ

パルス角：90°

^{13}C核デカップリング：あり

遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上

積算回数：8回以上

ダミースキャン：2回以上

測定温度：20 ～ 30℃の一定温度

システム適合性

検出の確認：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.27 ppm付近のシグナルのSN比は100以上である．

システムの性能：試料溶液につき，上記の条件で測定するとき，δ 6.27 ppm付近のシグナルについて，明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する．

システムの再現性：試料溶液につき，上記の条件で測定を6回繰り返すとき，面積強度AのqNMR用基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である．

ロスマリン酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{18}H_{16}O_8$　白色～微黄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，水に溶けにくい．融点：約170℃(分解)．

確認試験　本品の水溶液(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322 ～ 326 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品10 mgをエタノール(99.5) 2 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，エタノール(99.5)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につき，「半夏厚朴湯エキス」の確認試験(2)を準用して試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値0.5付近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．

ロック・リンゲル試液

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．

ロバスタチン　$C_{24}H_{36}O_5$　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メタノールにやや溶けやすく，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．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋325 ～ ＋340°(乾燥物に換算したもの50 mg，アセトニトリル，10 mL，100 mm)．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1 g，減圧・0.67 kPa以下，60℃，3時間)．

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／充塡剤

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．

アミローストリスー(3,5ージメチルフェニルカルバメート)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．

α_1ー酸性糖タンパク質結合シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 α_1ー酸性糖タンパク質を結合したシリカゲルで液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

4級アルキルアミノ化スチレンー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．

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　を参照．

液体クロマトグラフィー用アミローストリスー(3,5ージメチルフェニルカルバメート)被覆シリカゲル アミローストリスー(3,5ージメチルフェニルカルバメート)被覆シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

液体クロマトグラフィー用α_1ー酸性糖タンパク質結合シリカゲル α_1ー酸性糖タンパク質結合シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

液体クロマトグラフィー用4級アルキルアミノ化スチレンージビニルベンゼン共重合体 4級アルキルアミノ化スチレンージビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用　を参照．

液体クロマトグラフィー用オクタデシルー強アニオン交換基シリル化シリカゲル オクタデシルー強アニオン交換基シリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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ー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ーンポリマー被覆シリガゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化多孔質ガラス オクタデシルシリル化多孔質ガラス，液体クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化モノリス型シリカ オクタデシルシリル化モノリス型シリカ，液体クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

液体クロマトグラフィー用オボムコイド化学結合アミノシリカゲル オボムコイド化学結合アミノシリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

液体クロマトグラフィー用カルバモイル基結合型シリカゲル カルバモイル基結合型シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

液体クロマトグラフィー用強塩基性イオン交換樹脂 強塩基性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

液体クロマトグラフィー用18ークラウンエーテル固定化シリカゲル 18ークラウンエーテル固定化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

液体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，液体クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

液体クロマトグラフィー用ゲル型強塩基性イオン交換樹脂 ゲル型強塩基性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

液体クロマトグラフィー用ジオールシリカゲル ジオールシリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

液体クロマトグラフィー用βーシクロデキストリン結合シリカゲル βーシクロデキストリン結合シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

液体クロマトグラフィー用ジビニルベンゼンーメタクリラート共重合体 ジビニルベンゼンーメタクリラート共重合体，液体クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換シリカゲル 弱酸性イオン交換シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を参照．

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　を参照．

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　を参照．

液体クロマトグラフィー用スチレンー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 を参照.

液体クロマトグラフィー用スルホンアミド基を結合したヘキサデシルシリル化シリカゲル スルホンアミド基を結合したヘキサデシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

液体クロマトグラフィー用セルロースストリス(4－メチルベンゾエート)被覆シリカゲル セルロースストリス(4－メチルベンゾエート)被覆シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

液体クロマトグラフィー用セルロース誘導体被覆シリカゲル セルロース誘導体被覆シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

液体クロマトグラフィー用第四級アンモニウム基を結合した親水性ビニルポリマーゲル 第四級アンモニウム基を結合した親水性ビニルポリマーゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

液体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 多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用 を参照.

液体クロマトグラフィー用多孔性ポリメタクリレート 多孔性ポリメタクリレート，液体クロマトグラフィー用 を参照.

液体クロマトグラフィー用デキストラン－高度架橋アガロースゲルろ過担体 デキストラン－高度架橋アガロースゲルろ過担体，液体クロマトグラフィー用 を参照.

液体クロマトグラフィー用トリアコンチルシリル化シリカゲル トリアコンチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

液体クロマトグラフィー用パーフルオロヘキシルプロピルシリル化シリカゲル パーフルオロヘキシル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 を参照.

液体クロマトグラフィー用パルミトアミドプロピルシリル化シリカゲル パルミトアミド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 を参照.

液体クロマトグラフィー用非多孔性強酸性イオン交換樹脂 非多孔性強酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用 を参照.

液体クロマトグラフィー用ヒトアルブミン化学結合シリカゲル ヒトアルブミン化学結合シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

液体クロマトグラフィー用2－ヒドロキシプロピル－β－シクロデキストリル化シリカゲル 2－ヒドロキシプロピル－β－シクロデキストリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

液体クロマトグラフィー用フェニルヘキシルシリル化シリカゲル フェニルヘキシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

液体クロマトグラフィー用ブチルシリル化シリカゲル ブチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

液体クロマトグラフィー用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 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 を参照.

エチルシリル化シリカゲル，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.

オクタデシル－強アニオン交換基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，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(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 オクタデシルシリル化シリコーンポリマー被覆シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 を参照.

オクタデシルシリル化シリコー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多孔質ガラス，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.

オクタデシルシリル化モノリス型シリカ，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.

オボムコイド化学結合アミノシリカゲル，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 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用14%シアノプロピルフェニル－86%ジメチルシリコーンポリマー 14%シアノプロピルフェニル－86%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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

ガス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，ガスクロマトグラフィー用 を参照.

ガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロニトリルー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ー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 を参照.

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ージビニルベンゼン共重合体 多孔性エチルビニルベンゼンージビニルベンゼン共重合体，ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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ー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ー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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用多孔性スチレンージビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0085 μm，300 ～ 400 m^2/g) 多孔性スチレンー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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用多孔性スチレンージビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.3 ～ 0.4 μm，50 m^2/g以下) 多孔性スチレンージビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.3 ～ 0.4 μm，50 m^2/g以下)，ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

ガスクロマトグラフィー用ポリテトラフルオロエチレン ポリテトラフルオロエチレン，ガスクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

カラムクロマトグラフィー用エチルシリル化シリカゲル エチルシリル化シリカゲル，カラムクロマトグラフィー用 を参照.

カラムクロマトグラフィー用強塩基性イオン交換樹脂 強塩基性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

カラムクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン－*N*－ビニルピロリドン共重合体 ジビニルベンゼン－*N*－ビニルピロリドン共重合体，カラムクロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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 を参照.

カルバモイル基結合型シリカゲル，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.

強塩基性イオン交換樹脂，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.

強塩基性イオン交換樹脂，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.

18－クラウンエーテル固定化シリカゲル，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.

グラファイトカーボン，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 を参照.

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 を参照.

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.

ゲル型強塩基性イオン交換樹脂，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.

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.

14%シアノプロピルフェニル－86%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.

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.

ジオールシリカゲル，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.

β－シクロデキストリン結合シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 β－シクロデキストリンを結合したシリカゲルで，液体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－*N*－ビニルピロリドン共重合体，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－メタクリラート共重合体，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)，弱塩基性を参照．

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．

弱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．

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持たせ，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．

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(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シリカゲルに蛍光剤を加えたもの．

シリカゲル(混合蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルに混合蛍光剤を加えたもの．

シリカゲル(粒径5 ～ 7 μm，蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用 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．

スルホンアミド基を結合したヘキサ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．

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(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セルロースに蛍光剤を加えたもの．

セルローストリス(4－メチルベンゾエート)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．

セルロース誘導体被覆シリカゲル，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．

第四級アンモニウム基を結合した親水性ビニルポリマーゲル，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．

多孔質シリカゲル，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．

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，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，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．

多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.3 ～ 0.4 μm，50 m^2/g以下)，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されたもの．

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．

多孔性ポリメタクリレート，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されたもの．

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)．

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．

デキストラン－高度架橋アガロースゲルろ過担体，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されたもの．

テレフタル酸，ガスクロマトグラフィー用 $C_6H_4(COOH)_2$ ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

トリアコン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．

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 を参照．

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(蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用 を参照．

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 を参照.

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 を参照.

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(蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用 を参照.

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(混合蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用 を参照.

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(粒径5 ～ 7 μm，蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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(蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用 を参照.

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 を参照.

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(蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用 を参照.

パーフルオロヘキシル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.

パルミトアミド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.

非多孔性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.

ヒトアルブミン化学結合シリカゲル，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.

2－ヒドロキシプロピル－β－シクロデキストリル化シリカゲル，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.

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.

フェニルヘキ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.

ブ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.

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(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ポリアミドに蛍光剤を加えたもの.

ポリテトラフルオロエチレン，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.

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，るつぼ等

過酸化水素濃度試験紙 過酸化水素濃度0 ～ 25 ppmの範囲で定量が可能であるように製造したもの．本品には標準比色表を添付する．

ガラスウール [K 8251，特級]

ガラス繊維 ガラスウール を参照．

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．

ガラスろ過器，酸化銅ろ過用 ろ過板の細孔径が10 ～ 16 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℃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，清浄な空気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．

コンゴーレッド紙 ろ紙をコンゴー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 を参照．

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℃で乾燥する．

酸化銅ろ過用ガラスろ過器 ガラスろ過器，酸化銅ろ過用 を参照．

磁製るつぼ [R 1301，化学分析用磁製るつぼ]

青色リトマス紙 リトマス紙，青色 を参照．

赤色リトマス紙 リトマス紙，赤色 を参照．

定量分析用ろ紙 ろ紙，定量分析用 を参照．

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．

ヨウ化亜鉛デンプン紙 新たに製したヨウ化亜鉛デンプ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プン紙 新たに製したヨウ化カリウムデンプン試液にろ紙を浸し，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．

ヨウ素酸カリウムデンプン紙 ヨウ素酸カリウム溶液(1→20)と新たに製したデンプ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ーアルミナ，比表面積測定用 $\alpha-Al_2O_3$ 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 cm^3)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]

熱分析用インジウム インジウム，熱分析用 を参照．

熱分析用スズ スズ，熱分析用 を参照．

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 を参照．

比表面積測定用αーアルミナ αーアルミナ，比表面積測定用 を参照．

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 を参照．

1 計量器・用器，温度計等

2 9.61 波長及び透過率校正用光学フィルター

3 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
4 は，それぞれ表9.61－1及び表9.61－2に示すものを用いる．
5 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
6 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

7

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
	50	JCRM 150
透過率用紫外域光学フィルター	10	JCRM 210 A
	50	JCRM 250 A
透過率用近紫外域光学フィルター	10	JCRM 310
	30	JCRM 330
	50	JCRM 350

8

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．

一酸化炭素測定用検知管 [検知管式ガス測定器 K 0804]ただし，一酸化炭素検出用充塡剤を充塡したもの．

化学用体積計 全量フラスコ(メスフラスコ)，全量ピペット，ピストン式ピペット，ビュレット及びメスシリンダーは日本産業規格に適合したものを用いる．ガラス製体積計で日本産業規格に体積の許容誤差としてクラスAの規定がある場合は，その規格に適合したものを用いる．なお，国際機関が発行した適切な国際規格のガラス製体積計クラスAの体積の許容誤差に適合したものを用いることもできる．

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．

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．

二酸化炭素測定用検知管 [検知管式ガス測定器 K 0804]ただし，二酸化炭素検出用充塡剤を充塡したもの．

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．

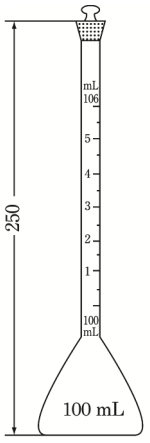
（2） セミミクロ化学はかり 10 μgまで読み取れるものを用いる．

（3） ミクロ化学はかり 1 μgまで読み取れるものを用いる．

（4） ウルトラミクロ化学はかり 0.1 μgまで読み取れるものを用いる．

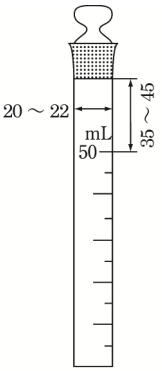
（5） 分銅 器差試験を行ったものを用いる．

ふるい 表9.62－1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．



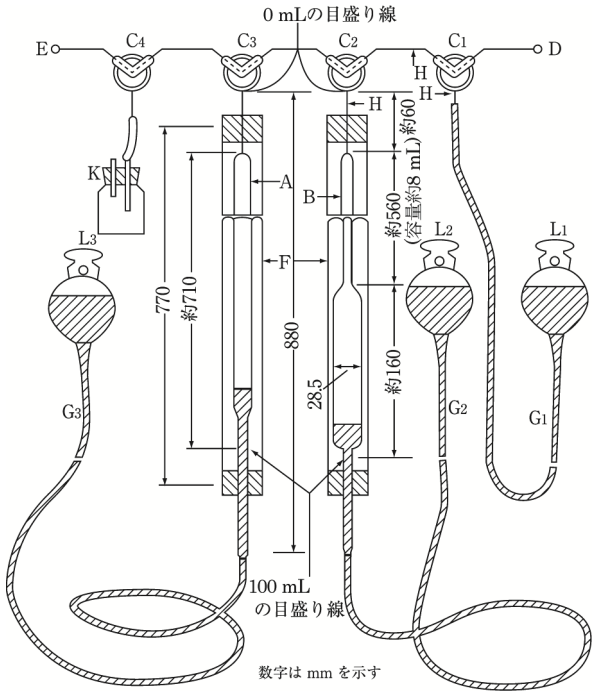
数字は mm を示す

図9.62－1



数字は mm を示す

図9.62－2



42 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)
43 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)
44 C：(C_1，C_2，C_3及びC_4)：三方コック
45 D：試料取口(前方に20 mmの長さに曲げる．)
46 E：混合ガス導入口(前方に20 mmの長さに曲げる．)
47 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．)
48 G：内径約4 mmの肉厚ゴム管(G_1の長さは約80 cm，G_2及びG_3は約120 cm)
49 H：肉厚毛細管(内径約1 mm)
50 K：受瓶
51 L：水準球(水銀をL_1には約50 mL，L_2及びL_3には約150 mL入れる．)

52 **図9.62－3**

表9.62－1　ふるいの規格

ふるい番号	呼び寸法 (μm)	公称目開き (mm)	目開きの許容差(mm)		金属線の線径(mm)		
			平均目開き	最大目開き	推奨線径	最大線径	最小線径
3.5	5600	5.60	±0.18	0.47	1.60	1.90	1.30
4	4750	4.75	±0.15	0.41	1.60	1.90	1.30
4.7	4000	4.00	±0.13	0.37	1.40	1.70	1.20
5.5	3350	3.35	±0.11	0.32	1.25	1.50	1.06
6.5	2800	2.80	±0.09	0.29	1.12	1.30	0.95
7.5	2360	2.36	±0.08	0.25	1.00	1.15	0.85
8.6	2000	2.00	±0.07	0.23	0.90	1.04	0.77
10	1700	1.70	±0.06	0.20	0.80	0.92	0.68
12	1400	1.40	±0.05	0.18	0.71	0.82	0.60
14	1180	1.18	±0.04	0.16	0.63	0.72	0.54
16	1000	1.00	±0.03	0.14	0.56	0.64	0.48
18	850	0.850	±0.029	0.127	0.500	0.580	0.430
22	710	0.710	±0.025	0.112	0.450	0.520	0.380
26	600	0.600	±0.021	0.101	0.400	0.460	0.340
30	500	0.500	±0.018	0.089	0.315	0.360	0.270
36	425	0.425	±0.016	0.081	0.280	0.320	0.240
42	355	0.355	±0.013	0.072	0.224	0.260	0.190
50	300	0.300	±0.012	0.065	0.200	0.230	0.170
60	250	0.250	±0.0099	0.058	0.160	0.190	0.130
70	212	0.212	±0.0087	0.052	0.140	0.170	0.120
83	180	0.180	±0.0076	0.047	0.125	0.150	0.106
100	150	0.150	±0.0066	0.043	0.100	0.115	0.085
119	125	0.125	±0.0058	0.038	0.090	0.104	0.077
140	106	0.106	±0.0052	0.035	0.071	0.082	0.060
166	90	0.090	±0.0046	0.032	0.063	0.072	0.054
200	75	0.075	±0.0041	0.029	0.050	0.058	0.043
235	63	0.063	±0.0037	0.026	0.045	0.052	0.038
282	53	0.053	±0.0034	0.024	0.036	0.041	0.031
330	45	0.045	±0.0031	0.022	0.032	0.037	0.027
391	38	0.038	±0.0029	0.020	0.030	0.035	0.024

9.63 温度計

温度計 通例，浸線付温度計(棒状)又は日本産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9.63－1)

表9.63－1 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℃	195℃：0.2℃ 220℃：0.3℃ 245℃：0.3℃	245℃：0.3℃ 280℃：0.4℃ 315℃：0.5℃