

## 一般試験法

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

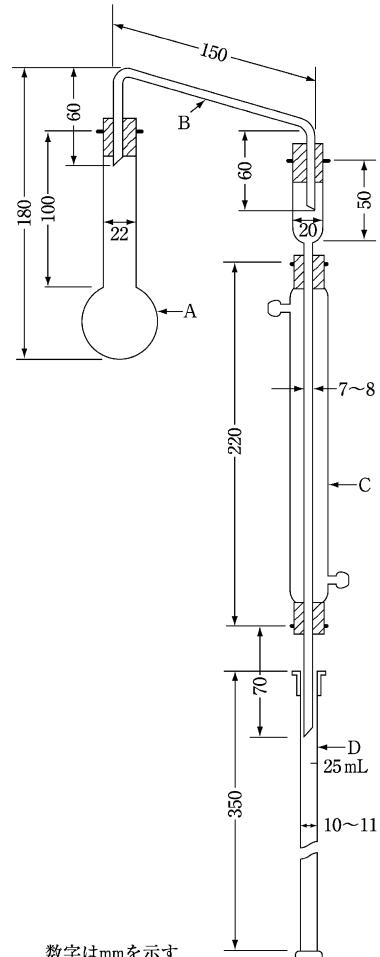
### 1. アルコール数測定法

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  $15^{\circ}\text{C}$  における試料 10 mL 当たりのエタノール層の量 (mL) をいう。

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

#### (1) 装置

図 1-1 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。



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

#### 図 1-1

#### (2) 試液

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

#### (3) 操作法

試料 10 mL を  $15 \pm 2^{\circ}\text{C}$  で正確に量り、蒸留フラスコ A に入れ、水 5 mL を加え、沸騰石を入れ、注意してエタノール分を蒸留し、留液は共栓メスシリンドラー 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1-1

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) 挥発性物質 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 多くとする。
- (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 °C の水中に 30 分間放置し、浮上した赤色のエタノール層の mL 数を読みとり、アルコール数とする。もし、両液層の接界面が明らかでない場合は、水を滴加し、強く振り混ぜ、前と同様にして観察する。

第2法 ガスクロマトグラフ法 15 °C で試料を量り、次のガスクロマトグラフ法により操作し、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。

#### (1) 試薬

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  $d_{15}^{15}$  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) 試料溶液及び標準溶液の調製

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 °C で正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、これに内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水を加えて 100 mL とする。

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

mL を正確に加え、更に水を加えて 100 mL とする。

#### (3) 操作法

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

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

内標準溶液 アセトニトリル溶液 (6 → 100)

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  $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフ用多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0075  $\mu\text{m}$ , 500 ~ 600  $\text{m}^2/\text{g}$ ）を充てんする。

カラム温度：105 ~ 115 °C 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。

## 2. アンモニウム試験法

アンモニウム試験法は、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 ( $\text{NH}_4^+$  として) の限度をパーセント (%) で ( ) 内に付記する。

#### 装 置

図 2-2 に示すものを用いる。総硬質ガラス製で、接続部はすり合わせにしてもよい。装置に用いるゴムはすべて水酸化ナトリウム試液中で 10 ~ 30 分間煮沸し、次に水中で 30 ~ 60 分間煮沸し、最後に水でよく洗ってから用いる。