

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

$t_{R1}$ ,  $t_{R2}$ : 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。

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、次の式で定義する。

$$N = 5.55 \times \frac{t_R^2}{W_{0.5h}^2}$$

$t_R$ : 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。

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。

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

#### 4. エタノール中の揮発性混在物試験法

エタノール中の揮発性混在物試験法は、エタノール中に混在するメタノール、アセトアルデヒド、アセトン、2-プロパノール、1-プロパノール及び  $t$ -ブチルアルコールをガスクロマトグラフ法により試験する方法である。

##### 操作法

試料 25 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に、メタノール 5.0 g、定量用アセトアルデヒド 5.0 g、アセトン 2.0 g、2-プロパノール 1.0 g、1-プロパノール 1.3 g 及び  $t$ -ブチルアルコール 1.3 g 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。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1  $\mu$ L 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う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するメタノール、アセトアルデヒド、アセトン、2-プロパノール、1-プロパノール及び  $t$ -ブチルアルコールのピーク面積の比  $Q_{TA}$ ,  $Q_{TB}$ ,  $Q_{TC}$ ,  $Q_{TD}$ ,  $Q_{TE}$ ,  $Q_{TF}$  及び  $Q_{SA}$ ,  $Q_{SB}$ ,  $Q_{SC}$ ,  $Q_{SD}$ ,  $Q_{SE}$ ,  $Q_{SF}$  を自動積分法により求めるとき  $Q_{TA}$ ,  $Q_{TB}$ ,  $Q_{TC}$ ,  $Q_{TD}$ ,  $Q_{TE}$ ,  $Q_{TF}$  は、それぞれ  $Q_{SA}$ ,  $Q_{SB}$ ,  $Q_{SC}$ ,  $Q_{SD}$ ,  $Q_{SE}$ ,  $Q_{SF}$  より大きくなり。

内標準溶液 テトラヒドロフランのエタノール (99.5) 溶液 (1 → 500)

##### システム操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

充てん剤：ガスクロマトグラフ用球状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 (充てんカラム)

カラム温度：100 °C 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

##### システム適合性試験

システム性能：標準溶液 1  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するととき、メタノール、アセトアルデヒド、エタノール、アセトン、2-プロパノール、1-プロパノール、 $t$ -ブチルアルコール及び内標準物質の順に流出し、それぞれのピークの大きさは定量限界以上で、それぞれ完全に分離する。ただし、流出がエタノールの後の物質のピークは、エタノールのピークのテーリング上にピークとして示される。

システム再現性：標準溶液 1  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 10 % 以下である。

#### 5. 塩化物試験法

塩化物試験法は、薬品中に混在する塩化物の限度試験である。

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

##### 操作法

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

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

検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くない。

#### 6. 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