

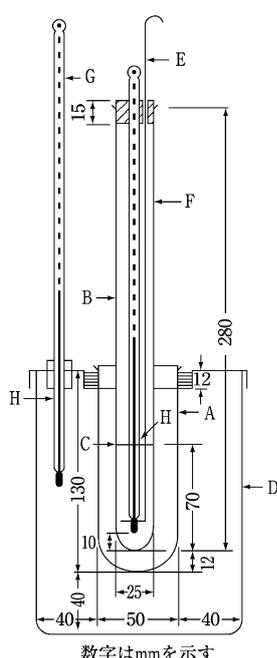
分光光度計を用い、水を対照とし、層長 10 mm で波長  $\lambda_1$  及び  $\lambda_2$  におけるそれぞれの吸光度  $A_1$  及び  $A_2$  を、別に規定するもののほかは常温で測定し、 $r$  の値を求める。ここで得た  $r$  の値と医薬品各条に記載の  $x - r$  の関係表に基づいて作成した  $x - r$  曲線からの  $x$  の値を求め、採取した試料中の化学的純物質の量 (g) を算出する。

## 14. 凝固点測定法

凝固点は、次の方法で測定する。

### 装置

図 14-1 に示すものを用いる。



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

図 14-1

### 操作法

試料を試料容器 B の標線 C まで入れる。試料が固体的の場合には、予想した凝固点よりも  $20^{\circ}\text{C}$  以上高くならないように注意して加熱して溶かし、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  $5^{\circ}\text{C}$  低い温度の水をほぼ全満する。試料が常温で液体の場合には、D の水を予想した凝固点より  $10 \sim 15^{\circ}\text{C}$  低くする。

試料を B に入れ、A 中にさし込み、浸線付温度計 F の浸線 H を試料のメニスカスに合わせた後、試料の温度が予想した凝固点よりも  $5^{\circ}\text{C}$  高い温度まで冷却されたとき、かき混ぜ

棒 E を毎分 60 ~ 80 回の割合で上下に動かし、30 秒ごとに温度を読む。温度は徐々に下がるが、結晶を析出し始めて温度が一定になるか、又はやや上がり始めたとき、かき混ぜをやめる。通例、温度上昇の後にしばらく維持された最高温度 (F の示度) を読みとる。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とる。連続 4 回以上の読みとり温度の範囲が  $0.2^{\circ}\text{C}$  以内のとき、その平均値をとり、凝固点とする。

注意：過冷の状態が予想されるときは、B の内壁をこするか、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。

## 15. 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  $40.0 \sim 52.0\%$  (1 g,  $450 \sim 550^{\circ}\text{C}$ , 3 時間) と規定するものは、本品約 1 g を精密に量り、 $450 \sim 550^{\circ}\text{C}$  で 3 時間強熱するとき、その減量が本品 1 g につき  $400 \sim 520 \text{ mg}$  であることを示す。

### 操作法

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

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

## 16. 強熱残分試験法

強熱残分試験法は、試料を次の操作法によって強熱するとき、揮発せずに残留する物質の量を測定する方法である。この方法は、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が、場合によっては、有機物中に構成成分として含まれる無機物又は熱時揮発する無機物中に含まれる不純物の量を測定するために用いる。

医薬品各条に、例えば  $0.10\%$  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  $1.0 \text{ mg}$  以下であることを示す。また、乾燥後とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥した後、試料を採取する。

### 操作法

あらかじめ、白金製、石英製又は磁製のつぼを  $450 \sim 550^{\circ}\text{C}$  で恒量になるまで強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。

試料は医薬品各条に規定する量の  $\pm 10\%$  の範囲内で採取し、前記の容器に入れ、その質量を精密に量る。ただし、採取量が容量で示されているときは医薬品各条に規定する量を正確に量り、前記の容器に入れる。蒸発後と規定されているものは、