加え，試験菌液とする．

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．

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．

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，適当なふた又は綿栓等を施し，35 ～ 37 °C の水浴中で 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．

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．

$$L = \frac{3a+2b+c-e}{5} \qquad H = \frac{3e+2d+c-a}{5}$$

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．

21.　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．

操 作 法

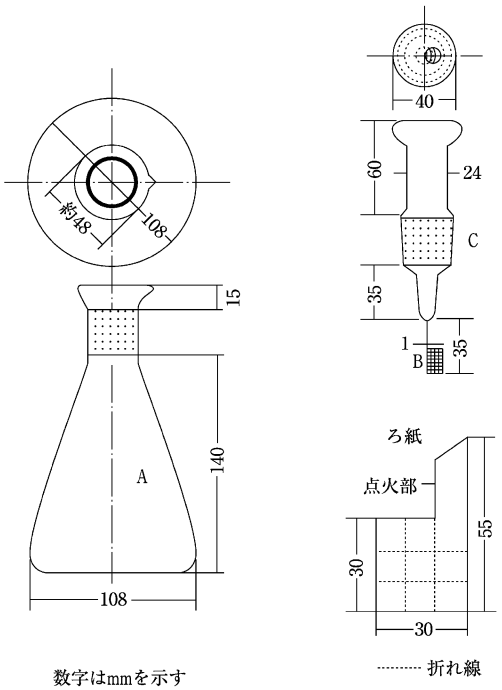
試料 10 mL を 100 mL のフラスコに入れ，水酸化ナトリウム溶液（1 → 6）15 mL 及びエタノール（95）30 mL を加え，フラスコの口に足の短い小漏斗をのせ，しばしば振り混ぜて水浴上で澄明になるまで加熱する．次に浅い磁製の皿に移し，水浴上で加熱してエタノールを蒸発し，残留物に水 100 mL を加え，水浴上で加熱するとき，液は濁らない．

22.　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，フッ素又はイオウ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イオウなどを確認又は定量する方法である．

装　置

図 22-1 に示すものを用いる．



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 22－1

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．

（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）　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．

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．

（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 ＝ 0.17727 mg Cl

0.005 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 0.39952 mg Br

（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）　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 0.03 mg 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）

＝ 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 °C 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．

（4）　イオウ

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 をメスピペットを用いて加え，0.005 mol/L 硫酸で滴定する．空試験液につき同様に試験を行う．

0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液 1 mL ＝ 0.1603 mg S

23.　残留溶媒試験法

残留溶媒試験法は，患者の安全のために「医薬品の残留溶媒ガイドライン」により勧告された残留溶媒の許容量を遵守するため，ガスクロマトグラフ法により医薬品中に残留する有機溶媒の量を測定する方法である．

医薬品各条には，別に規定するもののほか，医薬品中に残留する有機溶媒の限度を ppm で示す．また規格値は，別に規定するもののほか「医薬品の残留溶媒ガイドライン」に示された許容量を超えてはならない．

装置，操作方法及び試験方法

試料溶液及び標準溶液を調製し，ガスクロマトグラフ法により試験を行う．

ただし，医薬品各条に試料及び標準品（基準物質）の採取量，試料溶液及び標準溶液の調製方法及びガスクロマトグラフへの注入量，ヘッドスペース装置の操作条件，ガスクロマトグラフの試験条件及びシステム適合性並びに計算式など試験に必要な事項を規定する．

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．

$$t = \frac{I}{I_0} \qquad T = \frac{I}{I_0} \times 100 = 100\,t \qquad A = \log \frac{I_0}{I}$$

吸光度 A は溶液の濃度 c 及び層長 l に比例する．

$$A = kcl \quad (k \text{ は定数})$$

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吸光度をモル吸光係数 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