

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。この液にプ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。

$$0.005 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 0.17727 \text{ mg Cl}$$

$$0.005 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 0.39952 \text{ mg Br}$$

(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。この液にプ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。

$$0.005 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 0.6345 \text{ mg I}$$

(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)

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

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 をメスピベットを用いて加え、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。

$$0.005 \text{ mol/L 過塩素酸バリウム液 } 1 \text{ mL} = 0.1603 \text{ mg S}$$

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を行う方法である。ただし、原子吸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と透過率 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。

$$A = kcl \quad (k \text{ は定数})$$

I 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