

入し、測定する。必要に応じて 1 m 以上の光路を持つ長光路セルを用いることもある。

(7) ATR 法 ATR (減衰全反射) プリズム面に試料を密着させ、その反射スペクトルを測定する。

(8) 拡散反射法 固体試料 1 ~ 3 mg をめのう製乳鉢で数十マイクロメートル ( $\mu\text{m}$ ) 以下の微粉末とし、これに赤外吸収スペクトル用臭化カリウム又は赤外吸収スペクトル用塩化カリウム 0.05 ~ 0.10 g を加え、湿気を吸わないよう注意し、速やかによくすり混ぜた後、試料皿に盛り、その反射スペクトルを測定する。

#### 確認方法

試料による吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき、互いの同一性を確認することができる。また、確認しようとする物質の特性吸収波数が医薬品各条で定められている場合、吸収の波数が一致していることにより、試料と確認しようとする物質の間の同一性を確認することができる。

##### (1) 標準品による確認

試料の吸収スペクトルと標準品の吸収スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき、試料と標準品の同一性が確認される。なお、固体試料の吸収スペクトルが標準品の吸収スペクトルと異なった場合の取り扱いが、医薬品各条で規定されているとき、試料と標準品を同一の条件で処理した後、再測定を行う。

##### (2) 参照スペクトルによる確認

試料の吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき、試料と確認しようとする物質の同一性が確認される。なお、固体試料の吸収スペクトルが参照スペクトルと異なった場合の取り扱いが、医薬品各条で規定されているとき、規定された条件で試料を処理した後、再測定を行う。

##### (3) 吸収波数による確認

確認しようとする物質の特性吸収波数が医薬品各条で定められている場合、試料による吸収が、規定されたすべての吸収波数で明確に認められるとき、試料と確認しようとする物質の同一性が確認される。

#### 参考スペクトル

医薬品各条において赤外吸収スペクトル測定法による確認試験が規定される各品目につき、通例、波数 4000 ~ 400  $\text{cm}^{-1}$  における参考スペクトルを、「参考赤外吸収スペクトル」の項に掲げる。ただし、吸収波数による確認法が規定された品目を除く。

## 35. 旋光度測定法

旋光度測定法は、試料の旋光度を旋光計によって測定する方法である。

一般に光線の振動は、進行の方向に垂直に起こるが、通常の光線では、その振動方向は限定されない。しかし、一般に偏光といわれる平面偏光では、振動は進行方向を含む一平面内にのみ起こり、このような光線は、偏光面を有するという。薬品又

はその溶液には、偏光面を右又は左に回転させる性質を持つものがある。この性質を光学活性又は旋光性といい、物質の化学構造に関係がある。

旋光度は、光学活性物質又はその溶液が偏光面を回転する角度で、旋光計によって測定する。この値は測定管の層長に比例し、溶液の濃度、温度及び波長に関係する。旋光の性質は、偏光の進行方向に向きあって、偏光面を右に回転するものを右旋性、左に回転するものを左旋性とし、偏光面を回転する角度を示す数字の前に、それぞれ、記号 + 又は - をつけて示す。例えば、+20° は右に 20°、-20° は左に 20° 回転することを意味する。

旋光度  $\alpha_x^t$  とは、特定の単色光  $x$  (波長又は名称で記載する) を用い、温度  $t$  °C で測定したときの旋光度を意味し、その測定は、通例、温度は 20 °C、層長は 100 mm、光線はナトリウムスペクトルの D 線で行う。

比旋光度  $[\alpha]_x^t$  は、次の式で表す。

$$[\alpha]_x^t = \frac{100}{l c} \alpha$$

$t$  : 測定時の温度

$x$  : 用いたスペクトルの特定の単色光の波長又は名称 (D 線を用いたときは、D と記載する。)

$\alpha$  : 偏光面を回転した角度

$l$  : 試料溶液の層、すなわち、測定に用いた測定管の長さ (mm)

$c$  : 日本薬局方では、溶液 1 mL 中に存在する薬品の g 数である。液状薬品を溶液としないでそのまま用いたときは、その密度である。ただし、別に規定するものほか、この密度の代わりに、その比重を用いる。

医薬品各条で、例えば  $[\alpha]_D^{20} : -33.0 \sim -36.0$  ° (乾燥後、1 g、水、20 mL、100 mm) とは、本品を乾燥減量の項に規定する条件で乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水に溶かし正確に 20 mL とし、この液につき、層長 100 mm で測定するとき、 $[\alpha]_D^{20}$  が -33.0 ~ -36.0 ° であることを示す。

## 36. 窒素定量法 (セミミクロケルダール法)

窒素定量法は、窒素を含む有機化合物を硫酸で分解し、硫酸アンモニウムとし、そのアンモニアを定量する方法である。

#### 装 置

図 36-1 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。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。