

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 (μm) 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 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 α_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。)

α : 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。

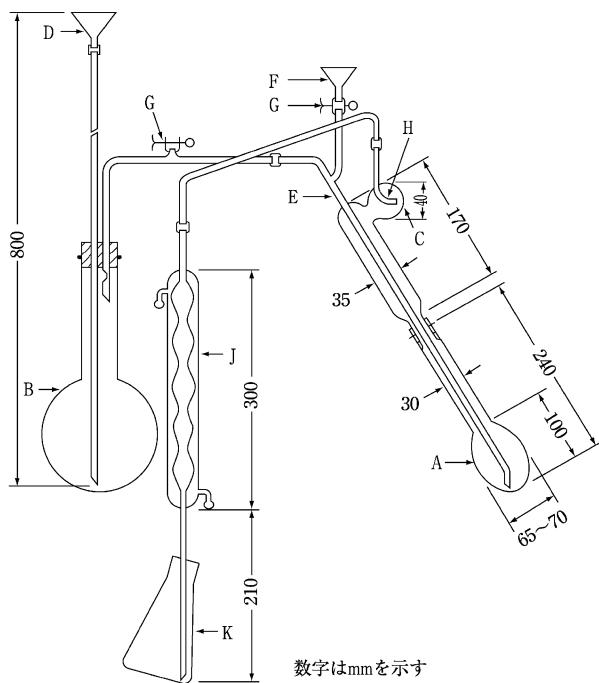
医薬品各条で、例えば $[\alpha]_D^{20} : -33.0 \sim -36.0$ ° (乾燥後、1 g、水、20 mL、100 mm) とは、本品を乾燥減量の項に規定する条件で乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水に溶かし正確に 20 mL とし、この液につき、層長 100 mm で測定するとき、 $[\alpha]_D^{20}$ が -33.0 ~ -36.0 ° であることを示す。

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。



- A : ケルダールフラスコ
 B : 水蒸気発生器で、硫酸 2～3 滴を入れた水を入れ、突沸を避けるために沸騰石を入れる。
 C : しぶき止め
 D : 給水用漏斗
 E : 蒸気管
 F : アルカリ溶液注入用漏斗
 G : ピンチコック付きゴム管
 H : 小孔 (径は管の内径にほぼ等しい。)
 J : 冷却器 (下端は斜めに切ってある。)
 K : 受器

図 36-1

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。窒素 (N : 14.01) 2～3 mg に対応する量の試料を精密に量るか、又はピペットで正確に量り、ケルダールフラスコ A に入れ、これに硫酸カリウム 10 g 及び硫酸銅 (II) 五水和物 1 g の混合物を粉末とし、その 1 g を加え、フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み、更にフラスコの内壁に沿って硫酸 7 mL を加える。

次に、フラスコを振り動かしながら、過酸化水素 (30) 1 mL を少量ずつ内壁に沿って注意して加える。フラスコを徐々に加熱し、更にフラスコの首で硫酸が液化する程度に加熱する。液が青色透明をへて鮮やかな緑色透明となり、フラスコの内壁に炭化物を認めなくなったとき、加熱をやめる。必要ならば冷却した後、過酸化水素 (30) 少量を追加し、再び加熱する。冷後、水 20 mL を注意しながら加えて冷却する。

次に、フラスコを、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。受器 K にはホウ酸溶液 (1→25) 15 mL 及びプロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴を入れ、適量の水を加え、冷却器 J の下端をこの液に浸す。漏斗 F か

ら水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 30 mL を加え、注意して水 10 mL で洗い込み、直ちにピンチコック付きゴム管 G のピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液 80～100 mL を得るまで蒸留する。冷却器 J の下端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、0.005 mol/L 硫酸で滴定する。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるとする。

同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.005 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 0.14007 \text{ mg N}$$

37. 注射剤の不溶性異物検査法

注射剤の不溶性異物検査法は、注射剤中の不溶性異物の有無を調べる検査法である。

第1法 溶液である注射剤及び用時溶解して用いる注射剤の溶剤はこの方法による。

容器の外部を清浄にし、白色光源の直下、約 1000 ルクスの明るさの位置で、肉眼で観察するとき、澄明で、たやすく検出される不溶性異物を認めてはならない。ただし、プラスチック製水性注射器容器を用いた注射剤にあっては、上部及び下部に白色光源を用いて 8000～10000 ルクスの明るさの位置で、肉眼で観察するものとする。

第2法 用時溶解して用いる注射剤はこの方法による。

容器の外部を清浄にし、異物が混入しないようじゅうぶんに注意して添付の溶剤又は注射用水を用いて溶解し、白色光源の直下、約 1000 ルクスの明るさの位置で、肉眼で観察するとき、澄明で、明らかに認められる不溶性異物を含んではならない。

38. 注射剤の不溶性微粒子試験法

注射剤の不溶性微粒子試験法は、注射剤中の不溶性微粒子の大きさ及び数を試験する方法である。第1法で試験ができない場合（試験溶液として 25 mL の調製が不可能、あるいはたん白質製剤などで第1法では規格値を越える場合）には第2法を用いて試験する。ただし、本試験法は乳剤性注射剤及び懸濁性注射剤には適用しない。

第1法 光遮へい型自動微粒子測定装置による方法

光遮へい型自動微粒子測定装置の標準化
装 置

装置は光遮へい型センサーとこれに適合する試料供給装置で構成される。センサーには、タングステンランプ、LED、レーザー等の光源を用いたものがあり、それぞれ光の波長が異なるので感受性が異なる。また、粒子検出部機構の違いによりセンサーの最大定格粒子濃度も異なる。

試料供給装置にも、加圧式あるいは吸引式など機種により異なるので光遮へい型自動微粒子測定装置の標準化は装置の性能の判断基準とする。

校正、試料容量精度、試料流量及び計数精度の検証を少なくとも 1 年 1 回以上行うことが必要である。

校 正

校正用粒子は、少なくとも粒径が 5 μm, 10 μm 及び 25