



- 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