

## (2) 単一円筒形回転粘度計(ブルックフィールド型粘度計)

单一円筒形回転粘度計は、液体中の円筒を一定角速度で回転させたときのトルクを測定する粘度計である。装置の概略を図 45-2 b に示す。あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて実験的に装置定数  $K_B$  を定めることにより、液体の粘度  $\eta$  を次式によって算出する。

$$\eta = K_B \frac{T}{\omega}$$

ここで、 $\eta$  : 液体の粘度 (mPa·s)

$K_B$  : 装置定数 (rad/cm<sup>3</sup>)

$\omega$  : 角速度 (rad/s)

$T$  : 円筒面に作用するトルク (10<sup>-7</sup> N·m)

## (3) 円すい-平板形回転粘度計(コーンプレート型粘度計)

円すい-平板形回転粘度計は、同一回転軸をもつ平円板及び頂角の大きい円すいの隙間に液体を挟んで、一方を回転させ、他方の受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である。装置の概略は図 45-2 c に示す。

円すいと平円板の角度  $\alpha$  の隙間に液体を入れ、円すい又は平円板を一定の角速度若しくは一定のトルクで回転させ、定常状態に達したときの平円板又は円すいが受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定することにより、液体の粘度  $\eta$  を次式によって算出する。

$$\eta = \frac{3\alpha}{2\pi R^3} \cdot \frac{100T}{\omega}$$

ここで、 $\eta$  : 液体の粘度 (mPa·s)

$\pi$  : 円周率

$R$  : 円すいの半径 (cm)

$\alpha$  : 平円板と円すいとがなす角度 (rad)

$\omega$  : 角速度 (rad/s)

$T$  : 平円板又は円すい面に作用するトルク  
(10<sup>-7</sup> N·m)

## 操作法

粘度計は、その回転軸が水平面に対し垂直になるように設置する。測定に必要な量の試料溶液を装置に充てんした後、医薬品各条に規定する温度になるまで放置する。粘度の測定精度を1%以内とする必要がある場合、測定系の温度制御は±0.1°C以内に保つ必要がある。次に、試料溶液が、規定の温度にあることを確認した後、装置を作動させる。回転が定常状態に達し、回転数又はトルクに対応する粘度計の指示目盛が安定した後、指示値を読みとり、各々の装置に対応した計算式を用いて粘度  $\eta$  を算出する。また、あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて測定を行い、装置定数の決定又は確認及び操作法の妥当性の確認を行う。

なお、非ニュートン液体の場合、一定の回転速度又は一定のトルクを負荷してみかけの粘度を得る操作を、回転速度又はトルクを変えながら繰り返し、これら一連の測定から試料溶液のずり速度とずり応力の関係(流動曲線)を得る。

粘度計の校正は、水及び粘度計校正用標準液を用いて行う。これらは、回転粘度計の装置定数を決定又は確認するために用いる。また、粘度計の定期的な校正に用い、規定された測定精度が確保されていることを確認する。

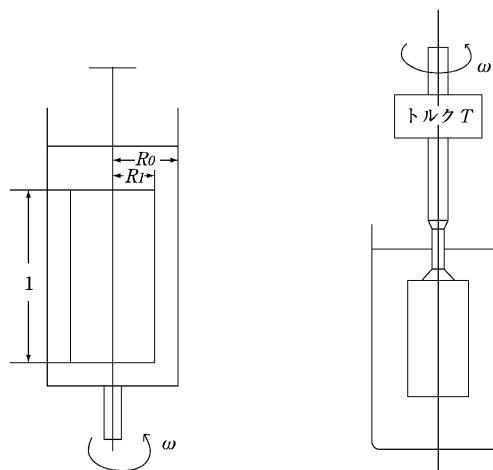


図 45-2a  
共軸二重円筒形回転粘度計

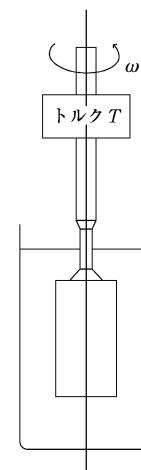


図 45-2b  
单一円筒形回転粘度計

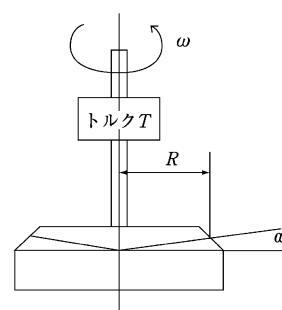


図 45-2c 円すい-平板形回転粘度計

## 46. 薄層クロマトグラフ法

薄層クロマトグラフ法は、適当な固定相で作られた薄層を用い、混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認又は純度の試験などに用いる。

## 薄層板の調製

通例、次の方法による。

50 mm × 200 mm 又は 200 mm × 200 mm の平滑で均一な厚さのガラス板を用い、その片面に、医薬品各条に規定する固定相固体の粉末を水で懸濁した液を適当な器具を用いて 0.2 ~ 0.3 mm の均一の厚さに塗布する。風乾後、105 ~ 120 °C の間の一定温度で 30 ~ 60 分間加熱、乾燥して調製し、薄層板とする。ガラス板の代わりに適当なプラスチック板を使うことができる。薄層板は湿気を避けて保存する。

## 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

薄層板の下端から約 20 mm の高さの位置を原線とし、左右両側から少なくとも 10 mm 離し、原線上に医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を、マイクロピペットなどを用いて約 10 mm 以上の適当な間隔で直径 2 ~ 6 mm の

円形状にスポットし、風乾する。次に別に規定するもののほか、あらかじめ展開用容器の内壁に沿ってろ紙を巻き、ろ紙を展開溶媒で潤し、更に展開溶媒を約 10 mm の深さに入れ、展開用容器を密閉し、常温で約 1 時間放置し、これに先の薄層板を器壁に触れないように入れ、容器を密閉し、常温で展開を行う。

展開溶媒の先端が原線から医薬品各条に規定する距離まで上昇したとき、薄層板を取り出し、直ちに溶媒の先端の位置に印を付け、風乾した後、医薬品各条に規定する方法によって、それぞれのスポットの位置及び色などを調べる。 $R_f$  値は次の式によって求める。

$$R_f = \frac{\text{原線からスポットの中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$

## 47. 発熱性物質試験法

発熱性物質試験法は、発熱性物質の存在をウサギを用いて試験する方法である。

### 試験動物

体重 1.5 kg 以上の栄養状態の良い健康なウサギで、使用前 1 週間以上は一定飼料で飼育し、体重の減少を見なかったものを試験動物として使用する。試験に用いたウサギを再び使用するには、休養期間をできるだけ長くし、また、発熱性物質陽性と判定された試験に用いたウサギは、再び使用しない。

試験動物は、試験前 1 ~ 3 日間、2 時間ごとに体温を 4 回測定する。この期間、試験動物 1 匹ずつをおりに入れ、できるだけ興奮しないようにし、試験日には特に注意する。

試験室の温度は、試験前 48 時間以上及び試験中 20 ~ 27 °C で、なるべく恒温恒湿に保つ。

### 装 置

- (1) 温度計 直腸体温計又はこれと同一感度の記録計を用いる。ただし、あらかじめ、試験動物の直腸体温測定に必要な時間を計測する。
- (2) 注射筒及び注射針 あらかじめ 250 °C で 30 分間以上加熱して、発熱性物質を除く。

### 操作 法

- (1) 試験用量 別に規定するもののほか、試験動物体重 1 kg につき、試料 10 mL とする。
- (2) 方法 試験は、試験動物が入れられていた部屋と同一温度の部屋で行う。試験動物は、通例、適当な固定器に固定する。直腸体温測定は、温度計を直腸内に 60 ~ 90 mm の範囲内で一定の深さにじゅうぶんな時間挿入した後、読みとる。第 1 回体温測定の数時間前から、その日の最終体温測定まで飼料を与えない。試料の注射前、体温を 1 時間間隔で 3 回測定し、第 2 回及び第 3 回の測定体温が、ほとんど一致したとき、第 3 回の値を対照体温とする。第 2 回及び第 3 回の測定体温が、一致しない場合、又は一致してもその値が 39.8 °C を超えるときは、その試験動物を試験から除外する。試料は 37 °C に加温し、第 3 回の体温を測定した後 15 分間以内に、耳静脈に注射する。注射用水を除く他の低張な薬液には、必要ならば試験する前に、発熱性物質を含まない塩化ナトリウムを加えて等張としてもよい。注

射後の体温測定は、注射後 1 時間間隔で 3 回行う。

対照体温と最高体温との差を体温上昇とする。

### 判 定

第 1 回の試験には、試験動物 3 匹を用いる。注射後の体温上昇 0.6 °C 以上の試験動物が、2 匹又は 3 匹のときは、発熱性物質陽性と判定する。また、体温上昇 0.6 °C 以上の試験動物が 1 匹であるとき、又は 3 匹の体温上昇の合計が、1.4 °C を超えるときは、更に試験を行う。第 2 回の試験には試験動物 5 匹を用い、体温上昇 0.6 °C 以上の試験動物が 2 匹以上のときは、発熱性物質陽性と判定する。

発熱性物質陽性のときは、不適とする。

## 48. pH 測定法

pH は、水溶液中の水素イオン濃度の値に活動度係数を乗じた値、すなわち水素イオン活量の逆数の常用対数で定義され、実用的には、試料溶液中の水素イオン濃度の尺度として用いられる。

試料溶液の pH は、標準溶液の pH ( $pH_s$ ) と関連づけて次の式で表され、ガラス電極を用いて pH 計により測定される。

$$pH = pH_s + \frac{E - E_s}{2.3026 RT/F}$$

$pH_s$  : pH 標準液の pH

$E$  : 試料溶液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力 (V) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | 試料溶液 | 参照電極

$E_s$  : pH 標準液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力 (V) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | pH 標準液 | 参照電極

$R$  : 気体定数

$T$  : 热力学的温度

$F$  : ファラデー定数

式中の  $2.3026 RT/F$  は、単位 pH あたりの起電力 (V) の大きさを表し、表 48-1 に示すような温度依存性がある。

表 48-1 起電力の温度依存性

液温 (°C)	2.3026 RT/F (V)	液温 (°C)	2.3026 RT/F (V)
5	0.05519	35	0.06114
10	0.05618	40	0.06213
15	0.05717	45	0.06313
20	0.05817	50	0.06412
25	0.05916	55	0.06511
30	0.06015	60	0.06610

### pH 標準液

pH 標準液は pH の基準として用いる。pH 標準液の調製に用いる水は、精製水を蒸留し、留液を 15 分間以上煮沸した後、二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けて冷却する。表 48-2 に示す 6 種類の pH 標準液を定めるが、それぞれの pH 標準液は、規定された方法により調製する。

これらの pH 標準液は、硬質ガラス瓶又はポリエチレン瓶中に密閉して保存する。なお、塩基性の pH 標準液の保存に