

がアルカリ性であるとき、必要ならば、測定用の容器はふた付きのものを用い、窒素などの不活性ガス気流中で測定を行う。また、pH 11 以上で、アルカリ金属イオンを含む液は誤差が大きいので、アルカリ誤差の少ない電極を用い、更に必要な補正をする。

注意：pH 計の構造及び操作法の細部はそれぞれの pH 計によって異なる。

49. 比重及び密度測定法

密度 ρ (g/mL 又は g/cm³) とは物質の単位体積あたりの質量であり、比重 d とは、ある体積を有する物質の質量とそれと等体積の標準物質の質量との比であり、相対密度ともいう。

比重 $d_{t'}$ とは、試料と水 (H₂O) とのそれぞれ温度 t' °C 及び t °C における等体積の質量の比をいい。別に規定するもののほか、測定には第 1 法、第 2 法又は第 4 法を用い、数値に「約」を付記してあるときは第 3 法を用いてよい。

第1法 比重瓶による測定法

比重瓶は、通例、内容 10 ~ 100 mL のガラス製容器で、温度計付きのすり合わせの栓と標線及びすり合わせのふたのある側管がある。あらかじめ清浄にし、乾燥した比重瓶の質量 W を量る。次に栓及びふたを除き、試料を満たして規定温度 t' °C より 1 ~ 3 °C 低くし、泡が残らないように注意して栓をする。徐々に温度を上げ、温度計が規定温度を示したとき、標線の上部の試料を側管から除き、側管にふたをし、外部をよくふいた後、質量 W_1 を量る。同じ比重瓶で水を用いて同様に操作し、その規定温度 t' °C における質量 W_2 を量り、次の式より比重 $d_{t'}$ を求める。

$$d_{t'} = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

また、試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき ($t' = t$)、温度 t' °C における試料の密度 $\rho_{t'}$ を別表に示した温度 t' °C における水の密度 $\rho_{S1}^{t'}$ 及び測定された比重 $d_{t'}$ を用いて、次の式より計算することができる。

$$\rho_{t'}^{t'} = \rho_{S1}^{t'} d_{t'}$$

第2法 シュプレンゲル・オストワルドピクノメーターによる測定法

シュプレンゲル・オストワルドピクノメーターは、通例、内容 1 ~ 10 mL のガラス製容器で、図 49-1 のように両端は肉厚細管（内径 1 ~ 1.5 mm、外径 3 ~ 4 mm）となっており、一方の細管 A には標線 C がある。あらかじめ清浄にし、乾燥したピクノメーターを白金又はアルミニウムなどの線 D で化学はかりの腕のかぎにかけて質量 W を量る。次に規定温度より 3 ~ 5 °C 低い試料中に細管 B を浸す。A にはゴム管又はすり合わせの細管を付け、泡が入らないように注意し、試料を C の上まで吸い上げる。次に規定温度 t' °C の水浴中に約 15 分間浸した後、B の端にろ紙片を当て、試料の先端を C に一致させる。水浴から取り出し、外部をよくふいた後、質量 W_1 を量る。同じピクノメーターで水を用いて同様に操作し、その規定温度 t' °C における質量 W_2 を量る。

第 1 法の式により比重 $d_{t'}$ を計算する。

また、試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき ($t' = t$)、第 1 法の式により温度 t' °C における試料の密度 $\rho_{t'}^{t'}$ を計算することができる。

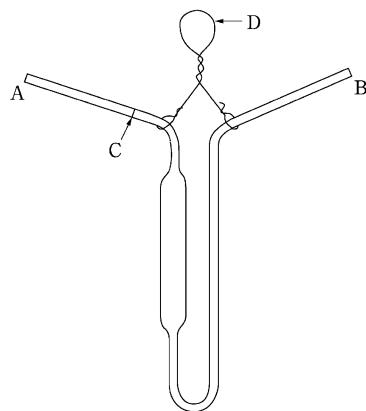


図 49-1 シュプレンゲル・オストワルドピクノメーター

第3法 浮きばかりによる測定法

浮きばかりをエタノール (95) 又はジエチルエーテルで清浄にした後、試料をガラス棒でよくかき混ぜ、浮きばかりを入れ、それを規定された温度 t' °C にし、静止したとき、メニスカスの上縁で比重 $d_{t'}$ 又は密度 $\rho_{t'}^{t'}$ を読む。ただし、温度 t °C はメニスカスが検定されたときの温度を示す。なお、読み方が表示してある浮きばかりでは、その方法に従う。また、試料の測定が行われた温度 t' °C がメニスカスが検定されたときの温度に等しいとき ($t' = t$)、第 1 法の式を用いて比重 $d_{t'}$ より温度 t' °C における試料の密度 $\rho_{t'}^{t'}$ を計算することができる。

第4法 振動式密度計による測定法

振動式密度計による密度の測定は、液体又は気体試料を含むセルの固有振動周期 T (s) を測定することにより、試料の密度を求める方法である。密度を測定しようとする液体又は気体を導入された試料セルに振動を与えるとき、試料セルは試料の質量に依存した固有振動周期をもって振動する。試料セルの振動する部分の体積を一定とすれば、そのときの固有振動周期の 2 乗と試料の密度との間には直線関係が成立する。

本法によって試料の密度を測定するためには、あらかじめ、規定温度 t' °C において 2 種類の標準物質（密度 ρ_{S1} 、 ρ_{S2} ）につき、それぞれの固有振動周期 T_{S1} 及び T_{S2} を測定し、試料セル定数 K_t (g · cm⁻³ s⁻²) を次式より定めておく必要がある。

$$K_t = \frac{\rho_{S1}^{t'} - \rho_{S2}^{t'}}{T_{S1}^2 - T_{S2}^2}$$

通例、標準物質として水及び乾燥空気が用いられる。温度 t' °C における水の密度 $\rho_{S1}^{t'}$ は別表より求め、乾燥空気の密度 $\rho_{S2}^{t'}$ は次式より計算する。ただし、乾燥空気の気圧を p kPa とする。

$$\rho_{S2}^{t'} = 0.0012932 \times \{273.15 / (273.15 + t')\} \times (p / 101.325)$$

次にセル定数が定められた試料セルに試料を導入し、同様にして試料の固有振動周期 T_t を測定すれば、先に求めた標準

物質の固有振動周期 T_{si} 及び規定温度 $t^{\circ}\text{C}$ における水の密度 $\rho_{si}^{t'}$ を用い、次式より試料の密度 $\rho_i^{t'}$ を求めることができる。

$$\rho_i^{t'} = \rho_{si}^{t'} + K_{t'} (T_t^2 - T_{si}^2)$$

温度 $t^{\circ}\text{C}$ の水に対する試料の比重 $d_i^{t'}$ は、別表に示した温度 $t^{\circ}\text{C}$ の水の密度 $\rho_{si}^{t'}$ を用いて次式より求められる。

$$d_i^{t'} = \frac{\rho_{si}^{t'}}{\rho_{si}^{t}}$$

装 置

振動式密度計は、通例、内容積約 1 mL の管状でその一端を固定したガラス製の試料セル、試料セルに初期振動を与える発振器、固有振動周期の検出部及び温度調節部から構成される。

振動式密度計の試料セル室周辺の構造を図 49-2 に示す。

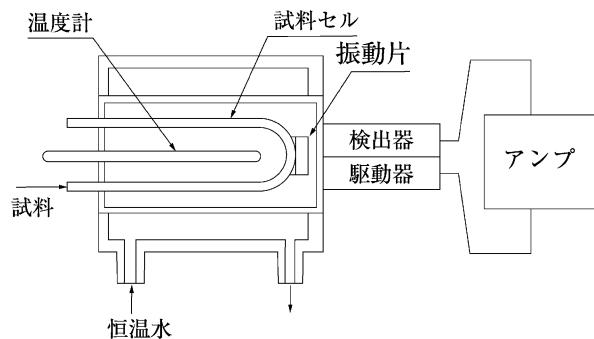


図 49-2 振動式密度計

操作 法

試料セルと水及び試料を測定しようとする温度 $t^{\circ}\text{C}$ にあらかじめ調整しておく。試料セルを水又は適当な溶媒を用いて洗浄した後、乾燥空気を通じてじゅうぶんに乾燥する。乾燥空気の流れを止め、一定温度が保持されていることを確認した後、乾燥空気の与える固有振動周期 T_{si} を測定する。別に、測定場所の大気圧 p kPa を測定しておく。次に試料セルに水を導入し、水の与える固有振動周期 T_{si} を測定する。水及び乾燥空気についてのこれらの値を用いて試料セル定数 $K_{t'}$ を定める。

次に試料セル中に試料を導入し、一定温度が保持されていることを確認した後、試料の与える固有振動周期 T_t を測定する。水及び試料の固有振動周期、水の密度 $\rho_{si}^{t'}$ 及び試料セル定数 $K_{t'}$ より、試料の密度 $\rho_i^{t'}$ を求める。また、必要があれば、温度 $t^{\circ}\text{C}$ の水に対する試料の比重 $d_i^{t'}$ は、表 49-1 に示した水の密度 $\rho_{si}^{t'}$ を用いて計算される。

なお、試料セル中に試料又は水を導入するとき、気泡が入らないよう注意する必要がある。

表 49-1 水の密度

温度 °C	密 度 g/mL						
0	0.99984	10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565
1	0.99990	11	0.99961	21	0.99799	31	0.99534
2	0.99994	12	0.99950	22	0.99777	32	0.99503
3	0.99996	13	0.99938	23	0.99754	33	0.99470
4	0.99997	14	0.99924	24	0.99730	34	0.99437
5	0.99996	15	0.99910	25	0.99704	35	0.99403
6	0.99994	16	0.99894	26	0.99678	36	0.99368
7	0.99990	17	0.99877	27	0.99651	37	0.99333
8	0.99985	18	0.99860	28	0.99623	38	0.99297
9	0.99978	19	0.99841	29	0.99594	39	0.99259
10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565	40	0.99222

50. 微生物限度試験法

微生物限度試験法は、医薬品などに存在する増殖能力を有する特定の微生物の定性、定量試験法である。本試験法には生菌数試験（細菌及び真菌）及び特定微生物試験（大腸菌、サルモネラ、緑膿菌及び黄色ブドウ球菌）が含まれる。試験を遂行するに当たって、外部からの微生物汚染が起こらないように、細心の注意を払う必要がある。また、被検試料が抗菌作用を有する場合又は抗菌作用を持つ物質が混在する場合は、希釈、ろ過、中和又は不活化などの手段によりその影響を除去しなければならない。それぞれの原料又は製品の任意に選択した異なる数箇所（又は部分）から採取したものを混和し、試料として試験を行う。試料を液体培地で希釈する場合は、速やかに試験を行う。また、本試験を行うに当たっては、バイオハザード防止にじゅうぶん留意する。

1. 生菌数試験

本試験は、好気的条件下において増殖しうる中温性の細菌及び真菌を測定する試験である。本試験では低温菌、高温菌、好塩菌、嫌気性菌、特殊な成分を増殖に要求する菌などは、大量に存在していても陰性となることがある。本試験法には、メンブランフィルター法、カンテン平板混釀法、カンテン平板表面塗抹法及び液体培地段階希釈法（最確数法）の 4 つの方法がある。試験を行うときは、その目的に応じて適当と思われる方法を採用する。なお、ここに示した方法と同等以上の検出感度と精度を有する場合は、自動化した方法の適用も可能である。細菌と真菌（かび及び酵母）では使用培地及び培養温度が異なる。液体培地段階希釈法（最確数法）は細菌のみに用いられる試験法である。

試料溶液の調製

試料の溶解又は希釈には、pH 7.2 のリン酸緩衝液、pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は使用する液体培地を用いる。別に規定するもののほか、試料は 10 g 又は 10 mL を使用する。ただし、試料の性質によっては、これと異なる量のものを使用しなければならない場合がある。試料溶液は、pH 6 ~ 8 に調整する。試料溶液は調製後 1 時間以内に使用しなければならない。