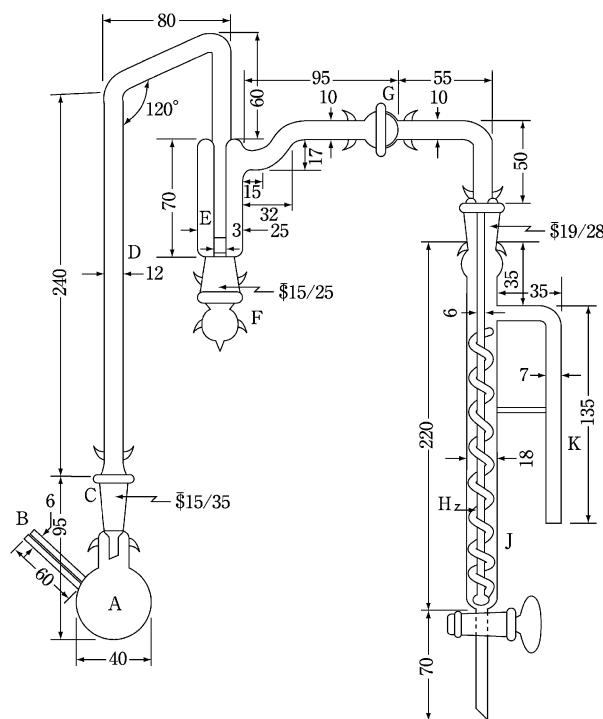


0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.5172 mg CH<sub>3</sub>O



数字はmmを示す

A : 分解フラスコ  
B : ガス導入管  
C : すり合わせ連結部  
D : 空冷部  
E : ガス洗浄部

F : ガラス栓  
G : 球面すり合わせ連結部  
H : ガス導管  
J : 吸収管  
K : 排ガス管

図 61-1 メトキシル基定量装置

## 62. 有機体炭素試験法

有機体炭素試験法は、水中に存在する有機物を構成する炭素(有機体炭素)の量を測定する方法である。通例、有機物を燃焼により分解する乾式分解法や、有機物を紫外線照射又は酸化剤を添加することにより分解する湿式分解法で二酸化炭素に分解した後、赤外線分析法、電気伝導率測定法又は比抵抗測定法などの適当な方法で二酸化炭素の量を定量し、その値から水中に存在する有機体炭素の量を求める方法である。

水中に存在する炭素には有機体の炭素と無機体の炭素があり、測定に際しては水中の総炭素量を測定した後、無機体の炭素の量を差し引くか、あらかじめ水中の無機体の炭素を除去した後、残った有機体炭素の量を測定する。

### 装置

試料導入部、分解部、二酸化炭素分離部、検出部及びデータ処理装置又は記録装置よりなる有機体炭素測定装置で、有機体炭素を 0.050 mg/L 以下まで測定可能な装置を用いる。

試料導入部は試料をマイクロシリンジを用いて注入するか、又は適当なサンプリング装置により一定量の試料を注入できる構造を持つ。分解部は乾式分解法による装置においては、各装置により規定された一定温度に調節された燃焼管及び加熱用電

気炉などからなり、また、湿式分解法による装置においては、酸化反応用容器、紫外線ランプ、分解助剤注入装置及び加熱装置などからなる。なお、分解部はドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム溶液 (0.806 mg/L) の有機体炭素量を測定するとき、炭素として 0.450 mg/L 以上を検出できる装置を用いる。二酸化炭素分離部は、分解により生じた二酸化炭素中の水分を除去する装置又は試料分解物から二酸化炭素を分離する装置である。検出器は赤外線ガス分析計、電気伝導率計又は比抵抗計などが用いられ、二酸化炭素分離部より導入された二酸化炭素をその濃度に比例した電気信号に変換するものである。データ処理装置は、検出器により変換された電気信号から試料中の有機体炭素濃度を算出するもので、記録装置は検出器により変換された電気信号の強さを記録するものである。

### 試薬、標準液

有機体炭素の測定に用いる水(測定用水)：標準液又は分解助剤などの調製及び試験器具の最終すぎなどに用いる水で、その有機体炭素値は、容器に採取して有機体炭素の測定を行うとき、その炭素値が 0.250 mg/L 以下のものを用いる。

フタル酸水素カリウム標準液：標準液の濃度は各装置の指定による。フタル酸水素カリウム(標準試薬)を 105 °C で 4 時間乾燥し、デシケーター(シリカゲル)で放冷した後、その一定量を正確に量り、測定用水を加えて調製する。

無機体炭素測定用標準液：標準液の濃度は各装置の指定による。炭酸水素ナトリウムをデシケーター(硫酸)で 18 時間以上乾燥する。別に、炭酸ナトリウム(標準試薬)を 500 ~ 600 °C で 30 分間乾燥し、デシケーター(シリカゲル)で放冷する。これらの一定量を、その炭素量が 1:1 になるように正確に量り、測定用水を加えて調製する。

分解助剤：ペルオキソ二硫酸カリウム又はこれと同一の目的に使用し得る物質の一定量に測定用水を加えて溶かし、各装置で規定された濃度に調整する。

無機体炭素除去用ガス及びキャリヤーガス：窒素、酸素又はこれと同一の目的に使用し得る物質を用いる。

無機体炭素除去用酸：塩酸、リン酸又はこれと同一の目的に使用し得る物質に測定用水を加えて希釀し、各装置で指定された濃度に調整する。

### 試験器具

試料採取用容器及び試薬調製用容器：容器表面から有機体炭素を溶出しないような材質、例えば硬質ガラス製の容器を用い、薄めた過酸化水素(30)(1 → 3)/希硝酸混液(1:1)に浸漬し、測定用水でじゅうぶんに洗浄したものを用いる。

マイクロシリンジ：水酸化ナトリウム溶液(1 → 20)/エタノール(99.5)混液(1:1)又は薄めた塩酸(1 → 4)で洗浄し、測定用水でじゅうぶんに洗浄したものを用いる。

### 操作法

測定の方法はそれぞれの装置に適する方法による。装置はフタル酸水素カリウム標準液を用いて、使用する装置が指定する操作方法により、校正を行う。

装置は試験対象とする水の製造ライン内に組み込んで設置することが望ましい。試料を容器に採取した後、測定を行うとき、試料採取及び測定は有機溶媒及びこれと同様に本試験の結果に影響を与える物質の使用を禁止した、できるだけ清浄な環境のもとで行い、できるだけ大きい容器に大量の試料を採取して行うことが望ましい。また、測定は試料採取後できるだけ速やか

に行なうことが望ましい。

(1) 総炭素量から無機体炭素量を差し引き、有機体炭素量を測定する方法

各装置の操作法に従い、予想される総炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する。試料中の有機体炭素及び無機体炭素を分解し、生成した二酸化炭素を検出部で検出し、データ処理装置又は記録装置を用いて試料中の総炭素量を測定する。次に試料中の無機体炭素量のみを測定するように装置を設定し、総炭素量の測定と同様に操作し、無機体炭素の量を測定する。この値を総炭素量から差し引くことにより、試料中の有機体炭素の量を測定する。

(2) あらかじめ無機体炭素を除去した後、有機体炭素量を測定する方法

試料に無機体炭素除去用酸を添加し、窒素などの無機体炭素除去用ガスを吹き込み、無機体炭素を除去した後、各装置の操作法に従い、予想される有機体炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する。試料を分解し、生成した二酸化炭素を検出部で検出してデータ処理装置又は記録装置により有機体炭素の量を測定する。また、装置内において無機体炭素を除去した後、有機体炭素を測定する装置にあっては、各装置の操作法に従い、予想される有機体炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する。装置の分解部において試料に無機体炭素除去用酸を添加し、無機体炭素除去用ガスを吹き込み、無機体炭素を除去した後、有機体炭素を分解し、生成した二酸化炭素を検出部で検出してデータ処理装置又は記録装置により有機体炭素の量を測定する。

### 63. 融点測定法

融点は、次のいずれかの方法で測定する。ある物質の融点が範囲で示されているときには、その物質の融点がその範囲内にあればよいことを示す。

その測定法は医薬品の性状によって次の3方法に分ける。別に規定するもののほか、第1法を用いる。

第1法 粉末にしやすいものは、この方法による。

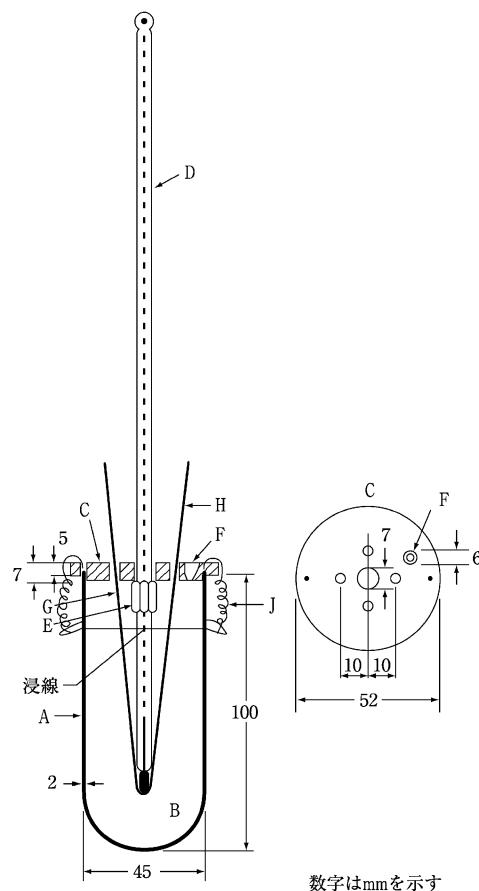
(1) 装置

図63-1に示すものを用いる。

浴液：常温における動粘度 $50 \sim 100 \text{ mm}^2/\text{s}$ の澄明なシリコン油を用いる。

浸線付温度計：融点が $50^\circ\text{C}$ 未満のときは1号、 $50^\circ\text{C}$ 以上 $100^\circ\text{C}$ 未満のときは2号、 $100^\circ\text{C}$ 以上 $150^\circ\text{C}$ 未満のときは3号、 $150^\circ\text{C}$ 以上 $200^\circ\text{C}$ 未満のときは4号、 $200^\circ\text{C}$ 以上 $250^\circ\text{C}$ 未満のときは5号、 $250^\circ\text{C}$ 以上 $320^\circ\text{C}$ 未満のときは6号を用いる。

毛細管：内径 $0.8 \sim 1.2 \text{ mm}$ 、長さ $120 \text{ mm}$ 、壁の厚さ $0.2 \sim 0.3 \text{ mm}$ で一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる。



数字はmmを示す

- A : 加熱容器（硬質ガラス製）
- B : 溶液
- C : テフロン製ふた
- D : 浸線付温度計
- E : 温度計固定ばね
- F : 溶液量加減用小孔
- G : コイルスプリング
- H : 毛細管
- J : テフロン製ふた固定ばね

図 63-1 融点測定装置

(2) 操作法

試料を微細の粉末とし、別に規定するもののほか、デシケーター（シリカゲル）で24時間乾燥する。また、乾燥後であるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したもの用いる。

この試料を乾燥した毛細管Hに入れ、閉じた一端を下にしてガラス板又は陶板上に立てた長さ約70cmのガラス管の内部に落とし、はずませて固く詰め、層が3mm又はこれに近い厚さとなるようにする。

浴液Bを加熱して予想した融点の約 $10^\circ\text{C}$ 下の温度まで徐々に上げ、浸線付温度計Dの浸線を浴液のメニスカスに合わせ、試料を入れた毛細管HをコイルスプリングGに挿入し、試料を詰めた部分がDの水銀球の中央にくるようする。次に1分間に約 $3^\circ\text{C}$ 上昇するように加熱して温度を上げ、予想した融点より約 $5^\circ\text{C}$ 低い温度から1分間に $1^\circ\text{C}$ 上昇するように加熱を続ける。

試料がH内で液化して、固体を全く認めなくなったときのDの示度を読みとり、融点とする。

第2法 脂肪、脂肪酸、パラフィン又はろうのようないもので、水に不溶性で粉末にしにくいものは、この方法による。