

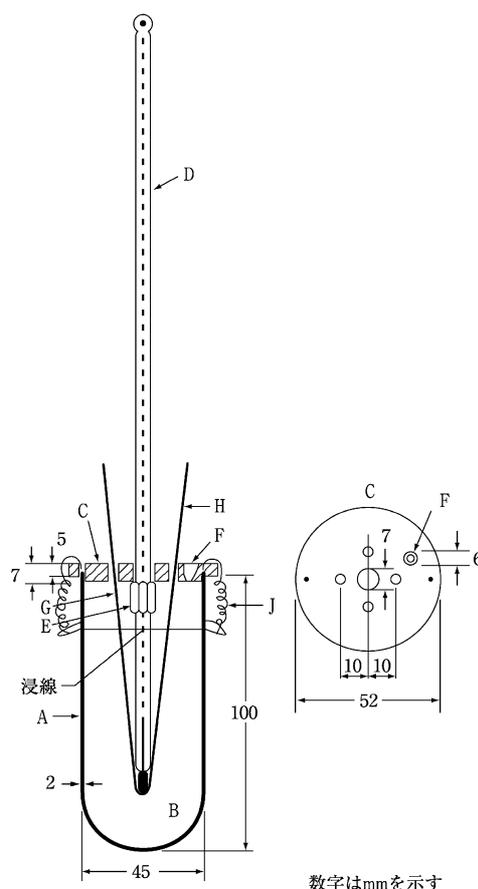
に行うことが望ましい。

(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おいては、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。



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

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、その物質の融点はその範囲内で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。

溶液：常温における動粘度 50 ~ 100 mm²/s の澄明なシリコン油を用いる。

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

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

(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、デンケター (シリカゲル) で 24 時間乾燥する。また、乾燥後とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものをを用いる。

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 70 cm のガラス管の内部に落とし、はずませて固く詰め、層が 3 mm 又はこれに近い厚さとなるようにする。

溶液 B を加熱して予想した融点の約 10°C 下の温度まで徐々に上げ、浸線付温度計 D の浸線を溶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にする。次に 1 分間に約 3°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°C 低い温度から 1 分間に 1°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。

操作法

試料を注意しながらできるだけ低温で融解し、これを、泡が入らないようにして毛細管（第1法のもので両端を開いたもの）中に吸い上げ、約10 mmの高さとする。毛細管から試料が流出しないように保ち、10°C以下で24時間放置するか、又は少なくとも1時間水上に放置した後、試料の位置が水銀球の中央外側にくるようにゴム輪で温度計（浸線付又は全没式）に取り付け、水を入れたビーカーに入れ、試料の下端を水面下30 mmの位置に保つ。水を絶えずかき混ぜながら加温して、予想した融点より5°C低い温度に達したとき、1分間に1°C上昇するように加熱を続ける。毛細管中で試料が浮上するときの温度を融点とする。

第3法 ワセリン類は、この方法による。

操作法

試料をよくかき混ぜながら徐々に90～92°Cまで加熱して融解し、加熱をやめ、試料を融点より8～10°C高い温度まで放冷する。温度計（浸線付又は全没式）を5°Cに冷却し、ぬぐって乾燥し、直ちに水銀球の半分を試料中にさし込み、直ちに抜き取り、垂直に保ち、放冷し、付着した試料が混濁してきたとき、16°C以下の水中に5分間浸す。次に試験管に温度計を挿入し、温度計の下端と試験管の底との間が15 mmになるようにコルク栓を用いて温度計を固定する。この試験管を約16°Cの水を入れたビーカー中につるし、浴の温度が30°Cになるまでは1分間に2°C上昇するように、その後は1分間に1°C上昇するように加熱を続ける。温度計から最初の1滴が離れたときの温度を測定する。この操作を3回行い、測定値の差が1°C未満のときはその平均値をとり、1°C以上のときは更にこの操作を5回行い、その5回の平均値をとり、融点とする。

64. 輸液用ゴム栓試験法

輸液用ゴム栓は、輸液として用いる注射剤に使用する内容100 mL以上の容器に用いるゴム栓（プラスチック等の材料でコーティング又はラミネートしたものを含む。）をいう。使用するゴム栓は内容医薬品と物理的又は化学的に作用してその性状又は品質に影響を与えないもので、また、微生物の侵入を防止し、内容輸液の使用に支障を与えないものであり、次の規格に適合する。

(1) カドミウム ギュム栓を水で洗い、室温で乾燥した後、細かく切り、よく混ぜた後、その2.0 gを白金製又は石英製のつぼにとり、硫酸2 mLで潤し、徐々に加熱して乾固した後、450～500°Cで灰化する。もし灰化が不じゅうぶんならば硫酸1 mLで潤し、加熱して乾固し、灰化する。必要ならばこの操作を繰り返す。冷後、残留物を水で潤し、塩酸2～4 mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、更に塩酸1～5 mLを加え、加温して溶かす。次にクエン酸-水和物溶液(1→2)/塩酸混液(1:1) 0.5～1 mL及び加熱した酢酸アンモニウム溶液(2→5) 0.5～1 mLを加える。不溶物が残るときはガラスろ過器でろ過する。得られた液にクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4) 10 mL及びプロモチモールブルー試液2滴を加え、液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える。これに硫酸アン

モニウム溶液(2→5) 10 mL及び水を加えて100 mLとする。次にN,N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液(1→20) 20 mLを加えて混和し、数分間放置した後、4-メチル-2-ペンタノン 20.0 mLを加え、激しく振り混ぜる。これを静置して4-メチル-2-ペンタノン層を分取し、必要ならばろ過し、試料溶液とする。別にカドミウム標準液 10.0 mLをとり、クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4) 10 mL及びプロモチモールブルー試液2滴を加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ：カドミウム中空陰極ランプ

波長：228.8 nm

(2) 鉛 鉛標準液 1.0 mLをとり、クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4) 10 mL及びプロモチモールブルー試液2滴を加え、以下(1)の試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。(1)の試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

(3) 溶出物試験 ギュム栓を水で洗った後、室温で乾燥する。これを硬質ガラス製容器に入れ、試料質量の10倍量の水を正確に加え、適当な栓を施した後、高圧蒸気滅菌器を用いて121°Cで1時間加熱した後、硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し、速やかにギュム栓を除き、この液を試験液とする。別に水につき、同様の方法で空試験液を調製する。試験液及び空試験液につき、次の試験を行う。

(i) 性状 試験液は無色澄明で、空試験液を対照とし、層長10 mmで波長430 nm及び650 nmの透過率を測定するとき、それぞれ99.0%以上である。

(ii) 泡立ち 試験液5 mLを内径約15 mm、長さ約200 mmの共栓試験管に入れ、3分間激しく振り混ぜるとき、生じた泡は3分間以内にほとんど消失する。

(iii) pH 試験液及び空試験液20 mLずつをとり、これに塩化カリウム1.0 gを水に溶かして1000 mLとした液1.0 mLずつを加え、両液のpHを測定するとき、その差は1.0以下である。

(iv) 亜鉛 試験液10.0 mLに薄めた希硝酸(1→3)を加えて正確に20 mLとし、試料溶液とする。別に原子吸光度用亜鉛標準液1.0 mLをとり、薄めた希硝酸(1→3)を加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン