

$C_{12}H_{19}Cl_3O_8$: 397.64

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、スクラロース ($C_{12}H_{19}Cl_3O_8$) 98.0～102.0%を含む。

性状 本品は白～淡灰白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は極めて甘い。

本品は、水又はメタノールに溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けやすい。

確認試験

(1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のどこかに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に塩化ナトリウム溶液 (1→20) /アセトニトリル混液 (7:3) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 15% 硫酸・メタノール試液を均等に噴霧し、125°C で 10 分間加熱するとき R_f 値 0.4～0.6 付近に黒色のスポットを認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +84.0～+87.5° (脱水物に換算したもの, 1 g, 水, 10 mL, 100 mm) .

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質

(i) 他の塩化二糖類 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に塩化ナトリウム溶液 (1→20) /アセトニトリル混液 (7:3) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 15% 硫酸・メタノール試液を均等に噴霧し、125°C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない (0.5% 以下)。

(ii) 塩化単糖類 本品 2.5 g を正確に量り、メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に D-マンニトール 10.0 g を量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。別に D-マンニトール 10.0 g 及び果糖 40.0 mg を量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィーにより、試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2)

5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *p*-アニシジン・フタル酸試液を均等に噴霧し、98～102℃ で約 10 分間加熱する。加熱後直ちに黒色の背景で観察するとき、試料溶液のスポットの色は標準溶液 (2) のそれよりも濃くない。ただし、標準溶液 (1) のスポットが黒色となった場合は、加熱時間を短くし、試験を再度行う (果糖として 0.16% 以下)。

(4) トリフェニルホスフィンオキシド 本品約 0.1 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にトリフェニルホスフィンオキシド約 0.1 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。さらに、この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のトリフェニルホスフィンオキシドのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。次式によりトリフェニルホスフィンオキシドの量を求めるとき、150 ppm 以下である。

トリフェニルホスフィンオキシド ($C_{18}H_{15}OP$) の量 (ppm)

$$= M_S/M_T \times A_T/A_S \times 100$$

M_S : トリフェニルホスフィンオキシドの秤取量 (g)

M_T : 本品の秤取量 (g)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40℃ 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (67:33)

流量: トリフェニルホスフィンオキシドの保持時間が約 2 分になるように調整する。

(5) メタノール 本品約 2 g を精密に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にメタノール約 2 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行い、それぞれの液のメタノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。次式によりメタノールの量を求めるとき、0.1% 以下である。

$$\text{メタノールの量 (\%)} = M_S/M_T \times A_T/A_S \times 1/10$$

M_S : メタノールの秤取量 (g)

M_T : 本品の秤取量 (g)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ 2 m のガラス管に 150～180 μ m のガスクロマトグラ

フィー用多孔性スチレンージビニルベンゼン共重合体を充てんする:

カラム温度: 150°C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素又はヘリウム

流量: メタノールの保持時間が約4分になるように調整する。

水分 2.0% 以下 (1g, 容量滴定法, 直接滴定):

強熱残分 0.7% 以下 (1g) .

定量法 本品の換算した脱水物約1g に対応する量を精密に量り, 水に溶かし, 正確に100 mL とする. この液10 mL を正確に量り, 水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 10 mL を加え, 還流冷却器を付けて, 30 分間穏やかに煮沸する. 冷後, 希硝酸で中和し, 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 13.25 mg $C_{12}H_{19}Cl_3O_8$

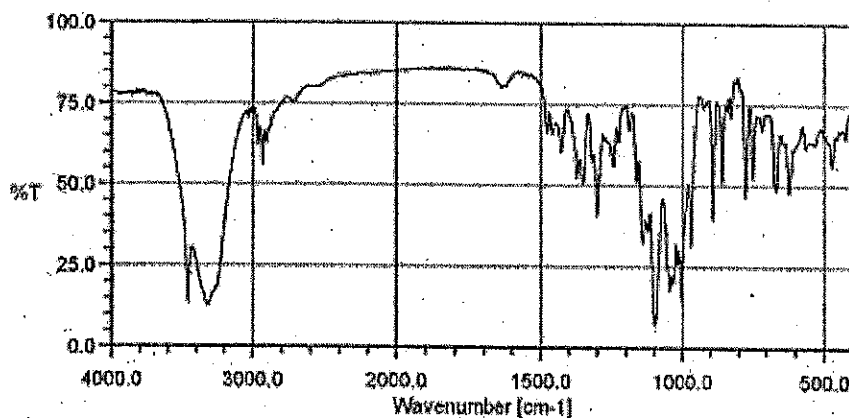
貯法 保存条件 冷所 (1~20°C) で保存する.

容 器 密閉容器.

投与経路 経口投与.

参照赤外吸収スペクトル

スクラローズ



KBr 錠剤法

医薬品添加物各条の部ステアリン酸亜鉛の条を次のように改める。

107765

ステアリン酸亜鉛

Zinc Stearate

本品は主としてステアリン酸 ($C_{18}H_{36}O_2$) 及びパルミチン酸 ($C_{16}H_{32}O_2$) の亜鉛塩である。

本品を乾燥したものは定量するとき、亜鉛 (Zn : 65.38) 10.0 ~ 12.5 % を含む。

性状 本品は白色の微細なかさ高い粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 3 g に薄めた塩酸 (1→2) 20 mL 及びジエチルエーテル 30 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、放置する。分離した水層は亜鉛塩の定性反応 (1) を呈する。

(2) (1) のジエチルエーテル層を分取し、希塩酸 20 mL, 10 mL 次に水 20 mL を用いて順次洗った後、水浴上でジエチルエーテルを留去するとき、残留物の融点は 50 ~ 70°C (第 2 法) である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、2 分間加熱し、冷後、ろ過し、水 15 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、シアン化カリウム試液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、これに希酢酸 2 mL, 鉛標準液 2.0 mL, シアン化カリウム試液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(2) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 2.0 g に水 50 mL 及び塩酸 10 mL を加え、しばしば振り混ぜながら、分離する脂肪酸層が澄明になるまで煮沸し、熱時ろ過する。残留物を熱湯 50 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、アンモニア試液 30 mL を加えた後、硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完結させ、水を加えて 200 mL とし、よく振り混ぜた後、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 100 mL をとり、硫酸 3 滴を加え、蒸発乾固し、残留物を恒量になるまで強熱するとき、その量は 10 mg 以下である。

(3) 遊離脂肪酸 本品 2.0 g をとり、中和エタノール/ジエチルエーテル混液 (1:1) 50 mL を加え、激しく振り混ぜ、乾燥ろ紙でろ過し、容器及びろ紙を中和エタノール/ジエチルエーテル混液 (1:1) 10 mL ずつで 2 回洗う。ろ液及び洗液を合わせ、フェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 1.4 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

乾燥減量 1.0% 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、薄めた硫酸 (1→300) 50 mL を加え、しばしば振り混ぜながら、分離する脂肪酸層が澄明になるまで煮沸し、冷後、ろ

過し、洗液が中性になるまで水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え、更に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 3.269 mg Zn

貯法 容器 密閉容器。

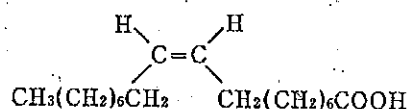
投与経路 一般外用剤。

医薬品添加物各条の部精製オレイン酸の条を次のように改める。

531008.

精製オレイン酸

Purified Oleic Acid



$\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$: 282.46

本品は液状の脂肪酸で、主としてオレイン酸からなる。

性状 本品は無色～淡黄色澄明な油状の液で、特異なにおいがある。

本品はエタノール (95)、ジエチルエーテル又はシクロヘキサンと混和し、水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 2930 cm^{-1} 、 1711 cm^{-1} 、 1465 cm^{-1} 、 1413 cm^{-1} 、 1285 cm^{-1} 及び 938 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

凝固点 21°C 以下。

比重 d_{20}^{20} : 0.866～0.906

酸価 195～204

エステル価 3.0 以下。

ヨウ素価 80～95

純度試験

(1) オレイン酸含量及び飽和脂肪酸含量 本品 0.3 g に三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加温する。冷後、ジエチルエーテル 30 mL で洗いながら分液漏斗に移し、水 20 mL を加えてよく振り混ぜる。ジ

エチルエーテル層を分取し、無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて脱水した後、ろ過する。ろ液を留去し、残留物にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりオレイン酸の量を求めるとき、85.0 % 以上である。また、同様に飽和脂肪酸の合計量を求めるとき、10.0 % 以下である。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm、長さ 3 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 15 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：210 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：主ピークの保持時間が約 10 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から主ピークの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸メチル、ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸メチル及びガスクロマトグラフィー用オレイン酸メチル 0.1 g ずつをヘキサン 5 mL に溶かし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする。この液 2 μ L から得たオレイン酸メチルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のオレイン酸メチルのピーク面積の 0.14 ~ 0.26 % になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パルミチン酸メチル、ステアリン酸メチル、オレイン酸メチルの順に流出し、パルミチン酸メチルとステアリン酸メチル及びステアリン酸メチルとオレイン酸メチルの分離度はそれぞれ 4 以上及び 1.5 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 2 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オレイン酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調整し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 脂肪油及び鉱物油 本品 1.0 mL に無水炭酸ナトリウム 0.5 g 及び水 50 mL を加えて煮沸するとき、液は熱時澄明か、又は混濁することがあっても、次の比較液より

濃くない。

比較液：0.01 mol/L 塩酸試液 0.6 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、硝酸銀試液 1 mL を加える。

強熱残分 0.10% 以下 (5 g)。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

投与経路 経口投与、静脈内注射、一般外用剤、吸入剤、殺虫剤。

医薬品添加物各条の部セレシンの条の次に次の一条を加える。

109025

疎水化ヒドロキシプロピルメチルセルロース

Hydrophobically Modified Hydroxypropylmethylcellulose

本品はヒドロキシプロピルメチルセルロースのステアリルオキシヒドロキシプロピルエーテルである。

本品を乾燥したものは定量するとき、メトキシ基 ($-OCH_3$: 31.03) 21.5 ~ 30.0 %、ヒドロキシプロポキシ基 ($-OC_3H_6OH$: 75.09) 7.0 ~ 11.0 % 及びステアリルオキシヒドロキシプロポキシ基 ($-OC_3H_5(OH)OC_{18}H_{37}$: 343.56) 0.3 ~ 4.5 % を含む。

本品はその動粘度を平方ミリメートル毎秒 (mm^2/s) の単位で表示する。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒である。

本品は熱湯、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品に水又は水/2-プロパノール混液 (3 : 2) を加えるとき、澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる。

確認試験

(1) 本品 10 mg に水 1 mL 及びアントロン試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は緑色を呈し、徐々に暗緑色から暗緑褐色に変わる。

(2) 本品 1 g に熱湯 100 mL を加え、かき混ぜながら室温に冷却した液を試料溶液とする。試料溶液 0.1 mL に薄めた硫酸 (9→10) 9 mL を加えて振り混ぜ、水浴中で正確に 3 分間加熱した後、直ちに氷水浴中で冷却し、ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え、振り混ぜて、25°C で放置するとき、液は初め紅色を呈し、更に 100 分間以内に紫色に変わる。

(3) 本品 5 mg を小試験管にとり、25% 含水過酸化ベンゾイルのアセトン溶液 (1→10) 2 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、下端にクロモトローブ酸試液をつけたガラス

棒をその小試験管にコルク栓で固定し、125℃の浴中で5～6分間加熱するとき、クロモトローブ酸試液は赤紫色を呈する。

粘度 本品の換算した乾燥物 1.000 g に対応する量を正確に量り、85℃の水 100 mL を加え、かき混ぜ機を用いて 10 分間かき混ぜる。更に 40 分間氷水中でかき混ぜた後、水を加えて 120.0 g とする。更に 2-プロパノールを加えて 200.0 g とし、かき混ぜ機を用いて 20 分間かき混ぜる。必要ならば遠心分離して泡を除き、25℃で粘度測定法第 1 法により試験を行うとき、粘度は表示単位の 80～120% である。

pH 本品 0.5 g に熱湯 100 mL を加え、振り混ぜて溶解又は懸濁し、冷却した液の pH は 5.5～7.5 である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に熱湯 30 mL を加えてよくかき混ぜ、水浴上で 10 分間加熱した後、熱時傾斜してろ過し、残留物を熱湯でよく洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.4 mL を加える (0.284% 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ジエチルエーテル抽出物 本品約 8 g を精密に量り、ソックスレー抽出器に入れ、ジエチルエーテル 100 mL を加え、水浴上で 3 時間抽出する。抽出物を質量既知のビーカーに移し、ジエチルエーテルを水浴上で蒸発乾固し、更に 100℃で恒量になるまで乾燥する。冷後、質量を量り、次式により、ジエチルエーテル抽出物の量を求めるとき、0.2% 以下である。

ジエチルエーテル抽出物 (%)

$$= (\text{ビーカーの全質量 (g)} - \text{ビーカーの空質量 (g)}) / \text{試料の量 (g)} \times 100$$

乾燥減量 5.0% 以下 (1 g, 105℃, 2 時間)。

強熱残分 0.10% 以下 (1.0 g)。

定量法

(1) メトキシ基及びヒドロキシプロポキシ基

(i) 装置

分解瓶：5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20 mm、首部までの高さが 50 mm、高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で、栓は耐熱性樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。

加熱器：厚さ 60～80 mm の角形金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm、深さ 32 mm の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を ±1℃ の範囲で調節できる構造を有するもの。

(ii) 操作方法 本品を乾燥し、その約 65 mg を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピ

ン酸 65 mg, 内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え, 密栓し, その質量を精密に量る. 分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後, 加熱器を用い 150°C で, 5 分ごとに振り混ぜながら, 30 分間加熱し, 更に 30 分間加熱を続ける. 冷後, その質量を精密に量り, 減量が 10 mg 以下のものの上層を試料溶液とする. 別にアジピン酸 65 mg, 内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり, 密栓し, その質量を精密に量り, 定量用ヨウ化イソプロピル 15 μ L を加え, その質量を精密に量り, 同様にして定量用ヨードメタン 45 μ L を加え, その質量を精密に量る. 分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後, 上層を標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う. 試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める.

メトキシ基 (CH_3O) の量 (%)

$$= Q_{Ta}/Q_{Sa} \times M_{Sa}/\text{試料の量 (mg)} \times 21.864$$

ヒドロキシプロポキシ基 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2$) の量 (%)

$$= Q_{Tb}/Q_{Sb} \times M_{Sb}/\text{試料の量 (mg)} \times 44.17$$

M_{Sa} : 標準溶液中のヨードメタンの量 (mg)

M_{Sb} : 標準溶液中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

内標準溶液 *n*-オクタンの *o*-キシレン溶液 (1→25)

試験条件

検出器: 熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3 mm, 長さ 3 m のガラス管に, ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 180~250 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20% の割合で被覆させたものを充填する.

カラム温度: 100°C 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: 内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 2 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ヨードメタン, ヨウ化イソプロピル, 内標準物質の順に流出し, それぞれのピークの分離度は 2.0 以上である.

(2) ステアリルオキシヒドロキシプロポキシ基

(i) 装置 分解瓶及び加熱器: 「メトキシ基及びヒドロキシプロポキシ基」の定量法と同様のものを用いる.

(ii) 操作方法 本品を乾燥し, その約 65 mg を精密に量り, 分解瓶に入れ, ヨウ化水素酸 2.0 mL を加え, 密栓し, その質量を精密に量る. 加熱器を用い 150°C で, 5

分ごとに振り混ぜながら、20 分間加熱する。冷後、その質量を精密に量り、減量が 10 mg 以下のものに内標準溶液 2.0 mL を加え、分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を試料溶液とする。別に 1-ヨウ化オクタデカン約 15 mg を精密に量り、内標準溶液を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液及び標準溶液の内標準物質のピーク面積に対する 1-ヨウ化オクタデカンのピーク面積の比 Q_{Tc} 及び Q_{Sc} を求める。

ステアリルオキシヒドロキシプロポキシ基 ($C_{21}H_{43}O_3$) の量 (%)

$$= Q_{Tc}/Q_{Sc} \times M_{Sc}/\text{試料の量 (mg)} \times 1/50 \times 90.32$$

M_{Sc} : 標準溶液中の 1-ヨウ化オクタデカンの量 (mg)

内標準溶液 : ステアリン酸メチルの *o*-キシレン溶液 (1 \rightarrow 2000)

試験条件

検出器 : 熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 0.53 mm, 長さ 15 m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを厚さ 5 μ m で被覆する。

カラム温度 : 210 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : 内標準物質の保持時間が約 7.5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、1-ヨウ化オクタデカンの順に流出し、その分離度は 2.0 以上である。

貯法 容 器 密閉容器。

投与経路 一般外用剤。

医薬品添加物各条の部大豆レシチンの条を次のように改める。

106893

大豆レシチン

Soybean Lecithin, S.B.Phosphatide

大豆リン脂質, レシチン

本品は大豆から製したもので、その主成分はリン脂質である。

性状 本品は淡黄色～暗褐色の澄明又は半澄明の粘性の液、若しくは白色～褐色の粉末又は粒で、わずかに特異なおい及び味がある。

本品はクロロホルム又はヘキサンに極めて溶けやすい。

本品に水を加えるとき膨潤する。

確認試験

(1) 本品 1 g をとり、分解フラスコに入れ、これに粉末とした硫酸カリウム 5 g、硫酸銅(II)五水和物 0.5 g 及び硫酸 20 mL を加える。次にフラスコを 45°C に傾け、泡立ちがほとんどやむまで静かに加熱し、更に温度を上げて沸騰し、内容物が青色の澄明な液となった後、1~2 時間加熱する。冷後、等容量の水を加え、この液 5 mL を量り、セモリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液 (1→5) 10 mL を加えて加熱するとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.5 g に薄めた塩酸 (1→2) 5 mL を加え、水浴上で 2 時間加熱した後、ろ過し、試料溶液とする。別に塩化コリン 0.1 g に薄めた塩酸 (1→2) を加えて溶かし、20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水混液 (65 : 25 : 4) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黄赤色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

酸価 40 以下。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) アセトン可溶物 本品 2.0 g を正確に量り、50 mL の共栓遠心管に入れ、石油エーテル 3 mL を加えて溶かし、アセトン 15 mL を加え、よくかき混ぜた後、氷水中に 15 分間放置する。これにあらかじめ 0~5°C に冷却したアセトンを加えて 50 mL とし、よくかき混ぜ、氷水中に 15 分間放置した後、毎分約 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上層を質量既知のフラスコに移す。更に共栓遠心管中の沈殿に 0~5°C のアセトンを加えて 50 mL とし、氷水中で冷却しながらよくかき混ぜた後、同様に遠心分離する。この上層を先のフラスコに入れ、水浴上でアセトン及び石油エーテルを留去し、残留物を 105°C で 1 時間乾燥するとき、その量は 40% 以下である。

(4) 過氧化物価 本品約 5 g を精密に量り、250 mL の共栓三角フラスコに入れ、酢酸 (100) /クロロホルム混液 (3 : 2) 35 mL を加え、静かに振り混ぜて溶かす。次に窒素を通じて器内の空気をじゅうぶん置換し、窒素を通じながらヨウ化カリウム試液 1 mL を正確に加え、窒素を止め、直ちに栓をして 1 分間振り混ぜた後、暗所に 5 分間放置する。この液に水 75 mL を加え、再び栓をして激しく振り混ぜた後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬 : デンプン試液 1 mL)。ただし、滴定の

終点は生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。次式により過酸化物価を求めるとき、その値は10以下である。

$$\text{過酸化物価} = \frac{0.1 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

乾燥減量 1.5%以下 (3g, 105°C, 1時間)。本品が粉末の場合は、乾燥減量試験法により試験を行う。本品が粒又は粘性の液の場合には、本品約3gを、あらかじめ105°Cで1時間乾燥し、質量を精密に量った海砂約15g及び質量を精密に量った小ガラス棒と共にはかり瓶に入れ、その質量を精密に量り、小ガラス棒を用いて速やかに粉碎して2mm以下の大きさにし、又は均一に混合した後、小ガラス棒と共に105°Cで1時間乾燥する。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

投与経路 経口投与、その他の内用、一般外用剤、直腸腔尿道適用、吸入剤。

医薬品添加物各条の部タウマチンの条を次のように改める。

531009

タウマチン

Thaumatocin

ソーマチン

本品は *Thaumatococcus daniellii* Benth (クズウコン科 *Marantaceae*) の果実の仮種皮より酸性水で抽出し、pH を上げて沈殿物を除去し、精製して得られたもので、主としてたん白質からなる。

本品を乾燥したものは定量するとき、窒素 (N: 14.01) 15.0~18.0% を含む。

性状 本品は淡黄褐色~灰褐色の粉末又は薄片で、においはなく、味は極めて甘い。本品の水溶液 (1→100000) でも甘味がある。

本品は水に溶けやすく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品の水溶液 (1→100) 2mL に、ニンヒドリン・酢酸緩衝液 2mL 及び硫酸ヒドラジン水溶液 (13→25000) 2mL を加え、水浴中で加熱するとき、液は青紫色を呈する。

吸光度 本品の水溶液 (1→2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 276~280 nm に吸収の極大を示し、この波長における比吸

光度は、換算した乾燥物に対し、11.8～13.4である。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 2.5～4.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は淡褐色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) アルミニウム 本品の換算した乾燥物 2.0 g に対応する量を精密に量り、弱く加熱して炭化する。冷後、硫酸少量を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、450～550℃ で強熱して灰化する。冷後、0.2 mol/L 塩酸試液を加え、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて 1 mL 中にアルミニウム (Al: 26.98) 2.0～10.0 μg を含むように薄め、アルミニウム定量用標準溶液とする。試料溶液及びアルミニウム定量用標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行い、アルミニウム定量用標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のアルミニウム含量を求めるとき、100 ppm 以下である。

使用ガス：

可燃性ガス：アセチレン

支燃性ガス：亜酸化窒素

ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ

波長：309.3 nm

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 炭水化物 本品の換算した乾燥物 0.5 g に対応する量を精密に量り、塩酸で pH 3.0 に調整した水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 0.10 mL をとり、システイン・硫酸試液 6 mL を正確に加え、水浴中で 3 分間加熱した後、冷水で 5 分間冷却し、試料溶液とする。別にブドウ糖適量を精密に量り、水を加えて 1 mL 中にブドウ糖 (C₆H₁₂O₆: 180.16) 10～100 μg を含むように薄め、これらの液につき、試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び各標準溶液につき、塩酸で pH 3.0 に調整した水 0.10 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 400 nm における吸光度を測定する。各標準溶液から得た吸光度から、縦軸を吸光度、横軸を濃度とする検量線を作成する。これに試料溶液から得られた吸光度をあてて試料溶液中のブドウ糖含量を求め、試料 1 g 中の炭水化物 (%) として計算するとき、3.0% 以下である。

乾燥減量 6.0% 以下 (1g, 105℃; 3 時間)。

強熱残分 2.0% 以下 (1g, 乾燥物換算)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.015 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.1401 mg N

貯法 容 器 気密容器。

投与経路 経口投与。

医薬品添加物各条の部テルペン樹脂の条を次のように改める。

120046

テルペン樹脂

Terpene Resin

本品はβ-ピネン及びα-ピネンの共重合体よりなる合成樹脂である。

性状 本品は淡黄色半透明なフレーク状の砕きやすい固体で、においはない。

本品はトルエンに極めて溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けやすく、水又はエタノール（95）にほとんど溶けない。

確認試験 本品をジエチルエーテルに溶かし、この溶液を窓板に薄く塗りつけ、ジエチルエーテルを蒸発して得た薄膜につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、波数 2930 cm^{-1} 、 1465 cm^{-1} 、 1385 cm^{-1} 及び 1365 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

軟化点 $110\sim 120^{\circ}\text{C}$

(1) 装置 図 1～5 に示すものを用いる。

A：鋼球（径 9.5 mm、質量 3.5 g）

B：環（黄銅製で、その概略は図 2 による）

C：環の支持板（金属製で、その概略は図 3 による）

D：底板（その概略は図 4 による。対流孔 J を 40 個もつ）

E：定置板（その概略は図 5 による）

F：温度計（その水銀球の中心が、環の指示板 C の下面と同じ高さになるようにする）

G：ガラス容器

- H : 環の支持孔
- I : 温度計の水銀球の入る穴
- J : 対流孔 (径約 4 mm)

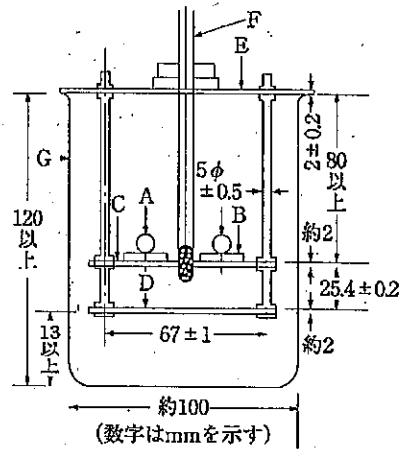


図 1

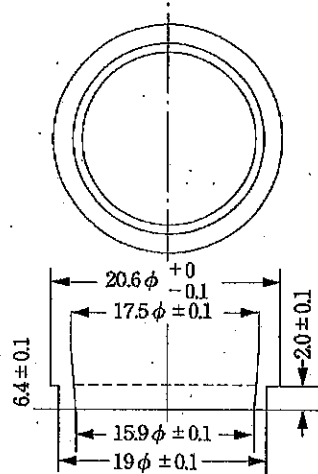


図 2

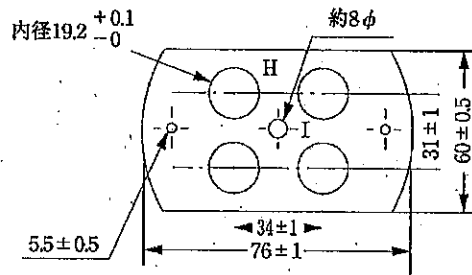


図 3

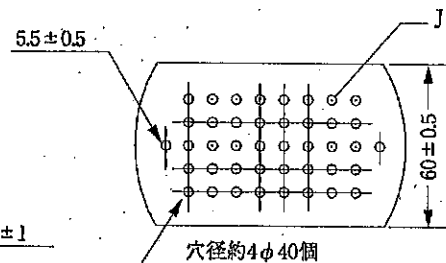


図 4

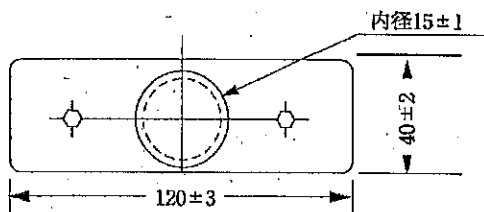


図 5

(図 2 ~ 図 5: 数字はmmを示す)

(2) 操作法 試料をできるだけ低温で融解し、次に環 B を平らな金属板の上に置き、融解した試料を泡が入らないように注意しながら B の中に満たし、室温で 40 分間放置し、少し加熱した小刀で、B の上端を含む平面から盛り上がった部分を切りとる。次にガラス容器 G に、シリコン油を深さ 90 mm 以上となるまで入れ、予想した

軟化点の約 60°C 下の温度に保つ。B 中の試料の表面の中央に鋼球 A を載せ、この B を支持孔 H にはめる。次に B の上面からシリコン油までの距離を 50 ± 2 mm とし、15 ~ 20 分間放置した後、加熱を始める。毎分 $5 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 上がるように加熱を続ける。試料が次第に軟化して B から流れ落ちて底板 D に接触したときの温度を軟化点とする。測定は 1 回に 4 個の B を用いて 2 回以上行い、その平均値をとる。

酸価 1.0 以下。

本品をトルエン/エタノール (95) 混液 (1:1 又は 2:1) に溶かしたものについて試験を行う。

純度試験 重金属 本品 5.0 g をなす型フラスコに入れ、水 50 mL を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し、冷後、抽出液をろ過し、ろ液に水を加えて 50 mL とする。この液 25 mL をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (8 ppm 以下)。

強熱残分 0.5% 以下 (1g)。

貯法 容 器 密閉容器。

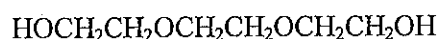
投与経路 一般外用剤、経口投与。

医薬品添加物各条の部トリエチレングリコールの条を次のように改める。

107446

トリエチレングリコール

Triethylene Glycol



$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_4$: 150.17

本品は酸化エチレンと水との三量体で、 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$ で表される。

性状 本品は無色澄明の粘稠性のある液で、わずかに特異なにおいがある。

本品は水、メタノール又はエタノール (95) と混和し、ジエチルエーテルにやや溶けにくい。

本品はやや吸湿性である。

確認試験 本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし、塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリンモリブデン酸 *n* 水和物溶液 (1→10) 1 mL を加えると、黄緑色の沈殿を生じる。

比重 d_{20}^{20} : 1.123 ~ 1.126

純度試験

(1) 酸 本品 5.0 g を中和エタノール 20 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(2) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g を水に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 50 mg ずつを精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25 % 以下である。

$$\text{エチレングリコールの量 (mg)} = M_a \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/10$$

$$\text{ジエチレングリコールの量 (mg)} = M_b \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/10$$

M_a : エチレングリコールの秤取量 (mg)

M_b : ジエチレングリコールの秤取量 (mg)

操作条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m の管にガスクロマトグラフィー用 D-ソルビトールを 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 12 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度 : 165°C 付近の一定温度

キャリアーガス : 窒素又はヘリウム

流量 : ジエチレングリコールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度 : 標準溶液 2 μ L から得たジエチレングリコールのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する。

水分 1.0 % 以下 (2 g, 直接滴定)

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)

蒸留試験 275 ~ 300°C, 95 vol% 以上

貯法 容 器 気密容器

投与経路 一般外用剤

医薬品添加物各条の部乳糖造粒物の条を次のように改める。

乳糖造粒物

Lactose Fine Granulated

本品は乳糖水和物（日局）及びヒドロキシプロピルセルロース（日局）の混合造粒物である。

本品を乾燥したものは定量するとき、乳糖水和物 ($C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$: 360.32) 95.0～98.0% 及びヒドロキシプロピルセルロース 2.0～5.0% を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の細粒状で、においはなく、味はやや甘い。

本品は水に溶けやすく、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 5 g を共栓付き遠心沈殿管に入れ、エタノール (99.5) 30 mL を加えて約 30 分間激しく振り混ぜる。これを毎分 4000 回転で 20 分間遠心分離した後、上澄液をろ過し、ろ液 20 mL を水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 10 mL を加え、振り混ぜて溶かし、これを試料溶液とする。試料溶液 2 mL にアントロン試液 1 mL を穏やかに加えるとき、境界面は青色～緑色を呈する。

(2) (1) の試料溶液を水浴中で加熱するとき、白濁又は白色の沈殿を生じ、冷却するとき、白濁又は沈殿は消失する。

(3) 定量法 (1) で得た上澄液の蒸発残留物にエタノール (95) 10 mL を加え、かき混ぜて放置するとき、均質な粘稠性のある液となる。

(4) 定量法 (1) で得た沈殿物に、エタノール (99.5) 40 mL を加えて約 30 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離を行う。上澄液を除き、残留物約 1 g を風乾した後、80℃ で 2 時間乾燥する。乾燥物につき赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと日本薬局方に記載されている乳糖水和物の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 溶状 本品 1.0 g を熱湯 20 mL に溶かすとき、液はわずかに白濁し、冷却するとき、澄明になる。

乾燥減量 0.5% 以下 (1g, 80℃, 2 時間)。

定量法

(1) ヒドロキシプロピルセルロース 本品を乾燥し、その約 8 g を精密に量り (W)、質量既知の共栓付き遠心沈殿管に入れ、エタノール (99.5) 40 mL を加えて約 30 分間激しく振り混ぜる。これを毎分 4000 回転で 20 分間遠心分離した後、遠心沈殿管の質量を量り、加えられたエタノール (99.5) の質量 (W_1) を算出する。上澄液約 20 mL をあらかじめ 80℃ で 30 分間乾燥した質量既知の秤量瓶に量り (W_2)、秤量瓶のふ

たを半開きにして水浴上で蒸発乾固し、残留物を 80℃ で 2 時間乾燥し、その質量を精密に量る (W_3)。

$$\text{ヒドロキシプロピルセルロースの量 (\%)} = \frac{W_1 \times W_3}{W \times (W_2 - W_3)} \times 100$$

W : 試料採取量 (g)

W_1 : 加えたエタノール (99.5) の質量 (g)

W_2 : 上澄液の秤取量 (g)

W_3 : 上澄液の蒸発乾固、乾燥後の残留物の質量 (g)

(2) 乳糖 本品を乾燥し、その約 10 g を精密に量り、50℃ に加温した水 80 mL を加えて振り混ぜた後、放冷する。冷後、アンモニア試薬 0.2 mL を加え、30 分間放置する。次に水を加えて正確に 100 mL とする。この液につき、旋光度測定法により、 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 、層長 100 mm で旋光度 α_0 を測定し、以下の式により乳糖の含量を求める。

乳糖 ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} \cdot \text{H}_2\text{O}$) の量 (%)

$$= (\alpha \times 100 / W$$

$$- \text{定量法(1)により得られたヒドロキシプロピルセルロース含量(\%)} \times (-24.8) / 100) \times 100 / 52.5$$

α : 偏光面を回転した角度

W : 試料採取量 (g)

-24.8 : ヒドロキシプロピルセルロースの比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$

52.5 : 乳糖の比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$

貯法 容器 密閉容器。

投与経路 経口投与。

医薬品添加物各条の部ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910・酸化チタン・マクロゴール 400 混合物の条を次のように改める。

122106

ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910・ 酸化チタン・マクロゴール 400 混合物

Hydroxypropylmethylcellulose 2910・

Titanium Dioxide・Macrogol 400 Mixture

本品はヒプロメロース (日局)、酸化チタン (日局) 及びマクロゴール (日局) の混合物である。

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒプロメロース由来のメトキシ基 ($-\text{OCH}_3$:

31.03) 17.0～19.0%，ヒドロキシプロポキシ基 ($-\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}$: 75.09) 4.0～7.5% を含むほか、酸化チタン (TiO_2 : 79.87) 28.0～34.5% 及びマクロゴール 400 5.5～7.0% を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験

(1) 本品 1.5 g に熱湯 100 mL を加え、かき混ぜながら室温に冷却し、ろ過し、ろ液 5 mL にアントロン試液 8 mL を穏やかに加えるとき、境界面は青色～青緑色を呈する。

(2) 本品 0.1 g をるつぼにとり、初めは弱く注意しながら加熱し、徐々に強熱して灰化する。冷後、残留物に硫酸 1 mL を加え、白煙が発生するまで加熱し、更に 5 分間加熱する。冷後、注意して水を加えて 50 mL とし、ろ過する。ろ液 2 mL に L-アスコルビン酸溶液 (1→10) 1 mL 及びジアンチピリルメタン試液 2 mL を加えるとき、液は黄色～黄赤色を呈する。

(3) 本品 0.05 g にジエチルエーテル 2 mL を加え、激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に希塩酸 2 mL、塩化バリウム試液 1 mL 及びリンモリブデン酸 n 水和物溶液 (1→10) 1 mL を混和し、試料溶液を静かに加え、60 分間放置するとき、下層に黄緑色の沈殿を生じる。

乾燥減量 5.0% 以下 (1 g, 105°C, 2 時間)。

定量法

(1) ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910 及びマクロゴール 400

(i) 装置

分解瓶：5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20 mm、首部までの高さが 50 mm、高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で、栓は耐熱性樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。

加熱器：厚さ 60～80 mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm、深さ 32 mm の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を $\pm 1^\circ\text{C}$ の範囲で調節できる構造を有するもの。

(ii) 操作法

本品を乾燥し、その約 0.032 g を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 0.065 g、内標準溶液 1.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、加熱器を用い、150°C で 5 分ごとに振り混ぜながら、60 分間加熱し、更に 60 分間加熱を続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が 10 mg 以下のものの上層を試料溶液とする。別にアジピン酸 0.065 g、内標準溶液 1.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり、密栓し、その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル 8 μL を加え、その質量を精密に量り、同様にして定量用ヨードメタン 23 μL を加え、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を標準溶液 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 2 μL につき、次の条件でガスク

ロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン、ヨードエタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Ta} 、 Q_{Tb} 及び Q_{Tc} 並びに標準溶液 (1) の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sc} を求める。

別に定量用マクロゴール 400 約 2 mg を精密に量り、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液 (2) とし、内標準物質のピーク面積に対するヨードエタンのピーク面積の比 Q_{Sb} を求める。

メトキシ基 (CH_3O) の量 (%)

$$= Q_{Ta}/Q_{Sa} \times W_{Sa}/\text{試料の量 (mg)} \times 21.864$$

ヒドロキシプロポキシ基 ($C_3H_7O_2$) の量 (%)

$$= Q_{Tc}/Q_{Sc} \times W_{Sc}/\text{試料の量 (mg)} \times 44.17$$

W_{Sa} : 標準溶液 (1) 中のヨードメタンの量 (mg)

W_{Sc} : 標準溶液 (1) 中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

本品中のマクロゴール 400 の量 (%)

$$= Q_{Tb}/Q_{Sb} \times W_{Sb}/\text{試料の量 (mg)} \times 100$$

W_{Sb} : 定量用マクロゴール 400 の量 (mg)

内標準溶液 *n*-オクタンの *o*-キシレン溶液 (1→50)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 180~250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20% の割合で被覆させたものを充てんする。

カラム温度: 100°C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 内標準物質の保持時間が 6~7 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 2 μL ずつにつき、上記の条件で操作するとき、ヨードメタン、ヨードエタン、ヨウ化イソプロピル及び内標準物質の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

(2) 酸化チタン 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、るつぼに入れ、初めは弱く注意しながら加熱し、徐々に強熱して灰化する。冷後、残留物に無水硫酸ナトリウム 1 g, 水 2 mL 及び硫酸 2 mL を加え、液が黄色澄明になるまで穏やかに加熱する。冷後、るつぼの内容物を薄めた硫酸 (1→4) 20 mL で加温して洗い込み、更に水で数回洗った後、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にチタン標準原液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、チタン標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、薄めた硫酸 (1→2) 10 mL, 薄めたりん酸 (1→2) 10 mL 及び水 50 mL を加えた後、更に過酸化水素試液 5 mL を加え、水

を加えて正確に 100 mL とし、よく振り混ぜ、5 分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 400 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

試料中の酸化チタン (TiO_2) の量 (%)

$$= \text{チタン標準溶液の濃度 (ppm)} \times A_T / A_S \times 1.668 / \text{試料の量 (g)} \times 0.01$$

1.668 : 酸化チタン (TiO_2) の分子量 / チタン (Ti) の原子量

貯法 容 器 気密容器。

投与経路 経口投与。

医薬品添加物各条の部フェニルエチルアルコール変性アルコール (95 vol%) の条を次のように改める。

120009

フェニルエチルアルコール変性アルコール (95 vol%)

Phenylethyl Alcohol Denatured Alcohol (95 vol%)

本品はエタノール (日局) に、 β -フェニルエチルアルコールを加えて変性したものである。

本品はエタノール (C_2H_6O) 95.13 ~ 95.63 vol% を含む (15°C における比重法による)。

本品は定量するとき、 β -フェニルエチルアルコール ($C_8H_{10}O$) 0.1575 ~ 0.1925 w/v% を含む。

性状 本品は無色澄明の液で、特異なおい及びやくような味がある。

本品は水又はジエチルエーテルと混和する。

本品は燃えやすく、点火するとき、淡青色の炎をあげて燃える。

本品は揮発性である。

確認試験

(1) 本品 1 mL にヨウ素試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、淡黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品 1 mL に酢酸 (100) 1 mL 及び硫酸 3 滴を加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

(3) 本品 600 mL を水浴上で約 2 mL になるまで加熱するとき、残留物はバラのような特異な香気がある。残留物に水酸化カリウム 0.5 g を加え、小火炎で静かに煮沸するとき、スチレンのようなにおいを発する。

比重 d_{15}^{15} : 0.814 ~ 0.816

定量法 β -フェニルエチルアルコール 本品を試料溶液とし、別に β -フェニルエチルアルコール標準品約 0.175 g を精密に量り、エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液の β -フェニルエチルアルコールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、 β -フェニルエチルアルコールの量を求める。

$$\beta\text{-フェニルエチルアルコールの量 (mg)} = M_S \times A_T / A_S$$

M_S : β -フェニルエチルアルコール標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 0.53 mm, 長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を厚さ 1 μ m で被覆する。

カラム温度: 150 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: β -フェニルエチルアルコールの保持時間が約 12 分になるように調整する。

スプリット比: 1:20

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 1 μ L につき、上記の条件で操作するとき、 β -フェニルエチルアルコールの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 25000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 1 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、 β -フェニルエチルアルコールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して、火気を避けて保存する。

容器 気密容器。

投与経路 一般外用剤、舌下適用。

医薬品添加物各条の部フェニルエチルアルコール変性アルコール (99 vol%) の条を次のように改める。

120010

フェニルエチルアルコール変性アルコール (99 vol%)

Phenylethyl Alcohol Denatured Alcohol (99 vol%)

本品は無水エタノール（日局）に、 β -フェニルエチルアルコールを加えて変性したものである。

本品はエタノール（ C_2H_6O ）99.05～99.86 vol% を含む（15℃における比重法による）。

本品は定量するとき、 β -フェニルエチルアルコール（ $C_8H_{10}O$ ）0.1575～0.1925 w/v% を含む。

性状 本品は無色澄明の液で、特異なおいがある。

本品は水又はジエチルエーテルと混和する。

本品は燃えやすく、点火するとき、淡青色の炎をあげて燃える。

本品は揮発性である。

確認試験

(1) 本品 1 mL にヨウ素試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、淡黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品 1 mL に酢酸（100）1 mL 及び硫酸 3 滴を加えて加熱するとき、酢酸エチルのおいを発する。

(3) 本品 600 mL を水浴上で約 2 mL になるまで加熱するとき、残留物はバラのような特異な香気がある。残留物に水酸化カリウム 0.5 g を加え、小火炎で静かに煮沸するとき、スチレンのおいを発する。

比重 d_{15}^{15} : 0.795～0.799

定量法 β -フェニルエチルアルコール 本品を試料溶液とし、別に β -フェニルエチルアルコール標準品約 0.175 g を精密に量り、エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液の β -フェニルエチルアルコールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、 β -フェニルエチルアルコールの量を求める。

$$\beta\text{-フェニルエチルアルコールの量 (mg)} = M_S \times A_T / A_S$$

$$M_S : \beta\text{-フェニルエチルアルコール標準品の秤取量 (mg)}$$

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.53 mm、長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を厚さ 1 μ m で被覆する。

カラム温度：150℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量： β -フェニルエチルアルコールの保持時間が約 12 分になるように調整する。

スプリット比：1 : 20

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，β-フェニルエチルアルコールの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 25000 段以上，1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，β-フェニルエチルアルコールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して，火気を避けて保存する。

容器 気密容器。

投与経路 一般外用剤。

医薬品添加物各条の部粉糖の条を次のように改める。

109287

粉 糖

Powdered Sucrose

本品は精製白糖（日局）に固結防止のためトウモロコシデンプン（日局）を添加し，粉砕したものである。

本品を乾燥したものは定量するとき，ショ糖（ $C_{12}H_{22}O_{11}$ ：342.30）96.0～99.0% 及びトウモロコシデンプン 1.0～4.0% を含む。

性状 本品は白色の粉末で，においはなく，味は甘い。

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水に大部分が溶け，少量の不溶物を認める。

確認試験

（1）本品 1g を加熱するとき，融解してふくれ上がり，カラメルのおおいを發して，かさ高い炭化物となる。

（2）本品 0.1g に希硫酸 2 mL を加えて煮沸し，水酸化ナトリウム試液 4 mL 及びフーリング試液 3 mL を加えて沸騰するまで加熱するとき，赤色～暗赤色の沈殿を生じる。

（3）本品 1g に水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する。ろ紙上の沈殿にヨウ素試液を加えるとき，暗青紫色を呈する。

乾燥減量 2.0% 以下（1g，105°C，2時間）。

粉末度試験 本品 5.0g をとり，100号（150 μm）ふるいに入れ，柔らかい刷毛で軽くこすりながらふるい分けるとき，ふるいの上の残留物は 0.2g 以下である。

定量法

(1) ショ糖 本品を乾燥し、その約 13 g を精密に量り、水 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜる。これをガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、水約 30 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて正確に 200 mL とする。この液につき、旋光度測定法により $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 、層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する。

$$\text{ショ糖含量 (\%)} = \frac{\text{本品の} [\alpha]_D^{20}}{66.5} \times 100$$

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{M}$$

α : 偏光面を回転した角度

M : 試料の量 (g) $\times 1/200$

66.5 : ショ糖の比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$

(2) トウモロコシデンプン 本品を乾燥し、その約 10 g を精密に量り、水 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜる。これを質量既知のガラスろ過器 (G4) を用いてろ取し、残留物を水 10 mL ずつで 5 回洗った後、 105°C で 1 時間乾燥し、その質量を精密に量る。

$$\text{トウモロコシデンプンの量 (\%)} = \frac{\text{乾燥物の量 (g)}}{\text{試料の量 (g)}} \times 100$$

貯法 容 器 密閉容器。

投与経路 経口投与。

医薬品添加物各条の部ポリエチレンテレフタレートセパレータの条を次のように改める。

109881

ポリエチレンテレフタレートセパレータ

Polyethyleneterephthalate Separator

本品はポリエチレンテレフタレートフィルムの片面に離型剤としてジメチルポリシロキサン系樹脂を均一に塗工処理したものである。

性状 本品は光沢を帯びた透明又は半透明なフィルムで、においはない。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の離型剤表面上に水を 1 滴落とすとき、その水は本品中にしみこまず、水滴状を保つ。

(2) 本品の離型剤表面をスパチュラーで軽くこすって得られた粉末につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960 cm^{-1} , 1260 cm^{-1} , 1200 cm^{-1} ~ 1000 cm^{-1} 及び 800 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品の離型剤処理をしていない面をナイフで削って得られた粉末につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960 cm^{-1} , 1720 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} , 1100 cm^{-1} , 1020 cm^{-1} 及び 725 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

形状試験 本品の長さ約 500 mm につき、JIS B7503 に適合する 0.01 mm 目盛りダイヤルゲージ (接触面: 径 5 mm 接触圧力: 80 g) を用い、長さの方向にほぼ同じ間隔をおいて本品の厚さを 3 箇所測定するとき、平均値は $0.075 \pm 0.005\text{ mm}$ である。

貯法 容器 密閉容器。

投与経路 経皮。

医薬品添加物各条の部ポリオキシエチレン (42) ポリオキシプロピレン (67) グリコールの条を次のように改める。

109109

ポリオキシエチレン (42) ポリオキシプロピレン (67) グリコール

Polyoxyethylene (42) Polyoxypropylene (67) Glycol

本品は水にプロピレンオキシドを付加重合させて得られるポリプロピレングリコールにエチレンオキシドを付加重合したもので、 $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_m(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ で表され、プロピレンオキシド及びエチレンオキシドの平均重合度は、それぞれ約 67 及び約 42 である。

性状 本品は無色～白色のワセリンのような固体で、わずかに特異なおいがあり、味はない。

本品は水、メタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品の水溶液 (1→40) の pH は 6.0 ~ 8.0 である。

凝固点: $28 \sim 34^\circ\text{C}$

確認試験 本品 0.2 g にリン酸 1.5 mL を加えて加熱する。発生するガスを水 1 mL , ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液 2 滴及びジエタノールアミン 1 滴の混液中に通じるとき、液はだいたい色～赤紫色を呈し、直ちに暗褐色に変わる。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 5.0 g に中和エタノール 20 mL を加え、加温して溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g を水に溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 25 mg ずつを精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25 % 以下である。

$$\text{エチレングリコールの量 (mg)} = M_a \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/5$$

$$\text{ジエチレングリコールの量 (mg)} = M_b \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/5$$

M_a : エチレングリコールの秤取量 (mg)

M_b : ジエチレングリコールの秤取量 (mg)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m の管にガスクロマトグラフィー用 D-ソルビトールを 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 12% の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 165 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素又はヘリウム

流量: ジエチレングリコールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度: 標準溶液 2 μ L から得たジエチレングリコールのピーク高さがフルスケールの約 80% になるように調整する。

平均分子量試験 無水フタル酸 42 g をとり、新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え、強く振り混ぜて溶かした後、16 時間以上放置する。この液 25 mL を正確に量り、約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ、これに本品約 25 g を精密に量って加え、密栓し、これを丈夫な布で包み、あらかじめ 98 \pm 2 $^{\circ}$ C に

加熱した水浴中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする。98±2℃で30分間保った後、水浴から瓶を取り出し、室温になるまで空気中で放冷する。次に0.5 mol/L水酸化ナトリウム液50 mLを正確に加え、更にフェノールフタレインのピリジン溶液(1→100)5滴を加え、この液につき、0.5 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

$$\text{平均分子量} = \text{試料の量 (g)} \times 4000 / (a-b)$$

ただし、 a ：空試験における0.5 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

b ：試料の試験における0.5 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

平均分子量は5200～6300である。

水分 3.0%以下 (5g, 直接滴定)

強熱残分 0.30%以下 (3g)

貯法 容 器 気密容器。

投与経路 一般外用剤, 歯科外用及び口中用。

医薬品添加物各条の部ポリオキシエチレン(54)ポリオキシプロピレン(39)グリコールの条を次のように改める。

109110

ポリオキシエチレン (54) ポリオキシプロピレン (39) グリコール

Polyoxyethylene (54) Polyoxypropylene (39) Glycol

本品は水にプロピレンオキシドを付加重合させて得られるポリプロピレングリコールにエチレンオキシドを付加重合したもので、 $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_m(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ で表され、プロピレンオキシド及びエチレンオキシドの平均重合度は、それぞれ約39及び約54である。

性状 本品は白色のワセリンのような固体で、わずかに特異なおいがあり、味はない。

本品は水、メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品の水溶液(1→40)のpHは6.0～8.0である。

凝固点：36～44℃

確認試験

(1) 本品0.2gにリン酸1.5mLを加えて加熱する。発生するガスを水1mL、ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液2滴及びジエタノールアミン1滴の混液中

に通じるとき、液はだいたい色～赤紫色を呈し、直ちに暗褐色に変わる。

(2) 本品を加温溶解し塗布して被膜を形成させたものにつき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3460 cm^{-1} 、 2880 cm^{-1} 、 1467 cm^{-1} 、 1373 cm^{-1} 及び 1111 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 5.0 g に中和エタノール 20 mL を加え、加温して溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g を水に溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 25 mg ずつを精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $2\text{ }\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である。

$$\text{エチレングリコールの量 (mg)} = M_a \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/5$$

$$\text{ジエチレングリコールの量 (mg)} = M_b \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/5$$

M_a : エチレングリコールの秤取量 (mg)

M_b : ジエチレングリコールの秤取量 (mg)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm 、長さ約 1.5 m の管にガスクロマトグラフィー用 D-ソルビトールを $150\sim 180\text{ }\mu\text{m}$ のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 12% の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 165°C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素又はヘリウム

流量: ジエチレングリコールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 $2\text{ }\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：標準溶液 2 μ L から得たジエチレングリコールのピーク高さがフルスケールの約 80% になるように調整する。

平均分子量試験 無水フタル酸 42 g をとり、新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え、強く振り混ぜて溶かした後、16 時間以上放置する。この液 25 mL を正確に量り、約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ、これに本品約 25 g を精密に量って加え、密栓し、これを丈夫な布で包み、あらかじめ $98 \pm 2^\circ\text{C}$ に加熱した水浴中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする。 $98 \pm 2^\circ\text{C}$ で 30 分間保った後、水浴から瓶を取り出し、室温になるまで空気中で放冷する。次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え、更にフェノールフタレインのピリジン溶液 (1 \rightarrow 100) 5 滴を加え、この液につき、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

$$\text{平均分子量} = \text{試料の量 (g)} \times 4000 / (a - b)$$

ただし、 a ：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

b ：試料の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

平均分子量は 4200 ~ 5100 である。

水分 3.0% 以下 (5 g, 直接滴定)。

強熱残分 0.30% 以下 (3 g)。

貯法 容器 気密容器。

投与経路 一般外用剤、歯科外用及び口中用。

医薬品添加物各条の部ポリオキシエチレン (196) ポリオキシプロピレン (67) グリコールの条を次のように改める。

109111

ポリオキシエチレン (196) ポリオキシプロピレン (67) グリコール

Polyoxyethylene (196) Polyoxypropylene (67) Glycol

本品は水にプロピレンオキシドを付加重合させて得られるポリプロピレングリコールにエチレンオキシドを付加重合したもので、 $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_m(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ で表され、プロピレンオキシド及びエチレンオキシドの平均重合度は、それぞれ約 67 及び約 196 である。

性状 本品は白色の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがあり、味はない。

本品は水、メタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品の水溶液 (1→40) の pH は 5.0～7.5 である。

凝固点：50～62℃

確認試験

(1) 本品 0.2 g にリン酸 1.5 mL を加えて加熱する。発生するガスを水 1 mL、ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液 2 滴及びジエタノールアミン 1 滴の混液中に通じるとき、液はだいたい色～赤紫色を呈し、直ちに暗褐色に変わる。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3450 cm^{-1} 、 2890 cm^{-1} 、 1468 cm^{-1} 、 1345 cm^{-1} 及び 1113 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 5.0 g に中和エタノール 20 mL を加え、加温して溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は淡赤色である。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g をメタノールに加温して溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 25 mg ずつを精密に量り、メタノールに加温して溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である。

$$\text{エチレングリコールの量 (mg)} = M_a \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/5$$

$$\text{ジエチレングリコールの量 (mg)} = M_b \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/5$$

M_a : エチレングリコールの秤取量 (mg)

M_b : ジエチレングリコールの秤取量 (mg)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 2 mm、長さ 2.5 m のガラス管に 150～180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体 (平均孔径 0.011 μm 、表面積 500～550 m^2/g) を充てんする。

カラム温度：230℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ジエチレングリコールの保持時間が約7分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：標準溶液 2 μL から得たジエチレングリコールのピーク高さがフルスケールの約25%になるように調整する。

平均分子量試験 無水フタル酸 42 g をとり、新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え、強く振り混ぜて溶かした後、16 時間以上放置する。この液 25 mL を正確に量り、約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ、これに本品約 25 g を精密に量って加え、密栓し、これを丈夫な布で包み、あらかじめ $98 \pm 2^\circ\text{C}$ に加熱した水浴中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする。 $98 \pm 2^\circ\text{C}$ で 30 分間保った後、水浴から瓶を取り出し、室温になるまで空気中で放冷する。次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え、更にフェノールブタレインのピリジン溶液 (1→100) 5 滴を加え、この液につき、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

$$\text{平均分子量} = \text{試料の量 (g)} \times 4000 / (a - b)$$

ただし、 a ：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

b ：試料の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

平均分子量は 10000 ~ 15000 である。

水分 3.0% 以下 (5 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.3% 以下 (3 g)

貯法 容器 気密容器

投与経路 一般外用剤

医薬品添加物各条の部ポリオキシエチレンラノリンアルコールエーテル (5 E.O.) の条の次に次の一条を加える。

105345

ポリオキシシル 35 ヒマシ油

Polyoxyl 35 Caster Oil

本品はヒマシ油にエチレンオキシドを付加重合させて得た非イオン界面活性剤で、