

医薬品添加物各条のエチルセルロース水分散液の条を次のように改める。

120313

エチルセルロース水分散液

Ethylcellulose Aqueous Dispersion

本品はエチルセルロースを主成分とする水懸濁剤であり、エチルセルロースの微細な粒子 (0.1~0.3 μm) からなる水系高分子分散体で、「エチルセルロース」、セタノール (日局) 及びラウリル硫酸ナトリウム (日局) の混合物である。

本品の固形分濃度は 28~32% であり、定量するとき、エチルセルロース 24.5~29.5% を含むほか、セタノール ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}\text{O}$: 242.44) 1.7~3.3% 及びラウリル硫酸ナトリウム ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$: 288.38) 0.9~1.7% を含む。

本品は殺菌剤として過酸化水素 (30) (H_2O_2 : 34.01) を含むことができ、その量は 50ppm 以下である。

性状 本品はやや粘稠な白色~灰白色の乳濁液で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はない。

本品を常温で放置するとき、水とエチルセルロースの微細な粒子は分離しない。

確認試験

(1) 本品 0.03 g に水 1mL 及びアントロン試液 2mL を加えて振り混ぜるとき、液は緑色を呈し、徐々に暗緑色~暗緑褐色に変わる。

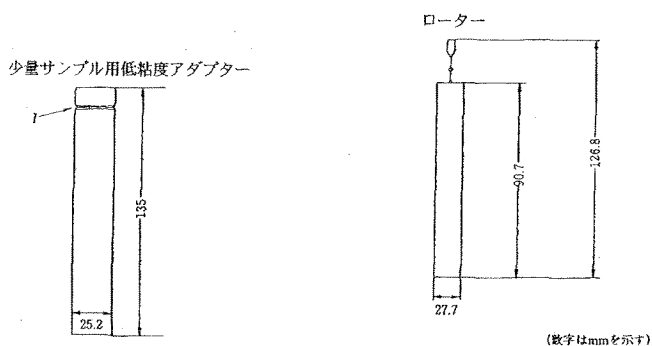
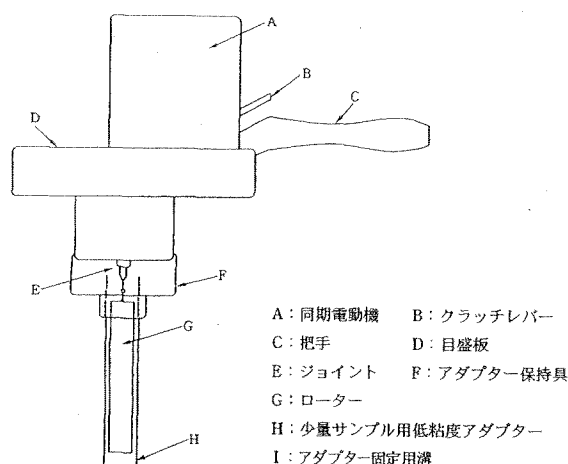
(2) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

粘度

(1) 装置 ブルックフィールド型回転粘度計を用いる。

(2) 操作法 本品をかき混ぜ、少量サンプル用低粘度アダプターにその約 20mL を入れ、試料溶液とする。ローターをジョイントに取り付けた後、アダプター保持具を取り付け、試料の入った少量サンプル用低粘度アダプターをアダプター固定用溝まで押し込み、固定する。ただし、試料溶液の温度は $25 \pm 2^\circ\text{C}$ とする。ローターの回転数は毎分 3~30 回転とし、フルスケールの 10~90% に表示されるように設定する。30 秒間回転後、目盛を読みとり、回転数に応じた換算乗数を乗じて粘度を求めるとき、 $150\text{mPa} \cdot \text{s}$ 以下である。

ブルックフィールド型回転粘度計



pH 4.0~7.0

乾燥減量 本品約 5mL を質量既知のペトリ皿あるいはアルミニウムの皿にとり、その質量を精密に量る。ペトリ皿又はアルミニウム皿には予め 110°C で 3 時間乾燥した海砂 10g をとり、その質量を精密に量る。更に本品約 5mL を加え、その質量を精密に量る。次に 60°C で恒量になるまで乾燥し、デシケーター（シリカゲル）中で放冷した後、その質量を精密に量るとき、その減量は 68~72% である。

定量法

(1) エチルセルロース 本品を乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。

試液

(1) 洗浄液 赤リン 1g を水 100mL に懸濁させる。

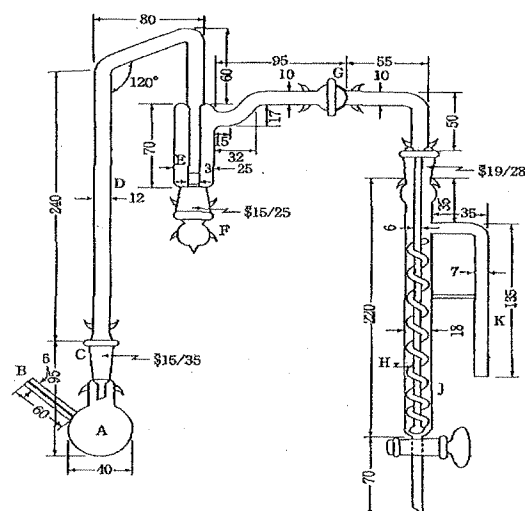
(2) 吸収液 酢酸カリウム 15g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9 : 1) 150mL に溶かし、その 145mL を量り、臭素 5mL を加える。用時製する。

操作法

ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また、吸接管 J に吸収液約 20mL を入れる。本品を乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石とヨ

ウ化水素酸約 6mL を加える。A のすり合わせ連結部 C をヨウ化水素酸 1 滴でぬらして空冷部 D に接続し、更に球面すり合わせ連結部 G を適当なシリコン樹脂をつけて連結し、装置を組み立てる。ガス導入管 B より窒素又は二酸化炭素を通じ、適当な調節器を用いて E 中に出る気泡が 1 秒につき 2 個程度になるように調節する。A を油浴に浸し、浴の温度が 20 ~ 30 分後、150°C になるように加熱し、更に同温度で 60 分間煮沸する。油浴を外し、ガスを通したまま放冷し、冷後、G を取り外し、J の内容物を酢酸ナトリウム三水和物溶液 (1 → 5) 10mL を入れた 500mL の共栓三角フラスコに流し出し、水で数回洗い込み、更に水を加えて約 200mL とする。振り混ぜながら臭素の赤色が消えるまでギ酸を滴加した後、更に 1mL を加える。次にヨウ化カリウム 3g 及び希硫酸 15mL を加え、栓をして軽く振り混ぜ、5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1mol/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 1mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL = 0.7510mg OC_2H_5
 エチルセルロースのエトキシ基含有率は表示値を用いる。



数字はmmを示す

- | | |
|--------------|----------------|
| A : 分解フラスコ | F : ガラス栓 |
| B : ガス導入管 | G : 球面すり合わせ連結部 |
| C : すり合わせ連結部 | H : ガス導管 |
| D : 空冷部 | J : 吸収管 |
| E : ガス洗浄部 | K : 排ガス管 |

エトキシ基定量装置

(2) ラウリル硫酸ナトリウム 本品約 10g を精密に量り、1-ブタノール 6mL 及び水を加えてよくかき混ぜて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にラウリル硫酸ナトリウム (日局) 約 0.15g を精密に量り、1-ブタノール 6mL 及び水を加えてよくかき混ぜて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10mL ずつを正確に量り、それぞれに酸性メチレンブルー試液 25mL 及びクロロホルム 15mL を加え、0.004mol/L 臭化セチルトリメチルアンモニウム液で滴定する。滴定は初め 1mL ずつを加え、毎回栓をして激しく振り混ぜた後、静置する。二層の分離が早くなるに従い、毎回の滴定量を減らし、終点近くでは注意しながら 1 滴ずつ滴加する。ただし、滴定の終点は白色の背景を用い、両層の青色が同一となったときとする。

0.004mol/L 臭化セチルトリメチルアンモニウム液の標定

$$\frac{\text{ラウリル硫酸ナトリウム (mg)}}{0.004\text{mol/L臭化セチルトリメチルアンモニウム液 (mL)}} = \frac{A \times B}{C \times 100} = K$$

A: 標準溶液中のラウリル硫酸ナトリウムの量 (mg)

B: 滴定に用いた標準溶液の量 (mL)

C: 標準溶液に対する 0.004mol/L 臭化セチルトリメチルアンモニウム液の消費量 (mL)

$$\text{本品中のラウリル硫酸ナトリウムの量 (\%)} = \frac{D \times K \times 10}{E \times F}$$

D: 試料溶液に対する 0.004mol/L 臭化セチルトリメチルアンモニウム液の消費量 (mL)

E: 滴定に用いた試料溶液の量 (mL)

F: 試料採取量 (g)

(3) セタノール セタノール約 0.04g を精密に量り、アセトンに溶かし、正確に 20mL とする。この液 2, 3 及び 4mL を正確に量り、それぞれに内標準溶液 5mL を正確に加え、振り混ぜた後、アセトンを加えてそれぞれ 10mL とし、よく振り混ぜ、標準溶液とする。これらの液 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い、セタノールの量と内標準物質のピーク面積に対するセタノールのピーク面積の比の検量線を作成する。次に本品約 0.25g を精密に量り、内標準溶液 5mL を正確に加え、振り混ぜた後、アセトンを加えて 10mL とし、よく振り混ぜる。この液 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い、内標準物質のピーク面積に対するセタノールのピーク面積の比を求め、検量線により本品中のセタノール含量 (%) を求める。

内標準溶液 *n*-エイコサンのアセトン溶液 (1 \rightarrow 1000)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3mm, 長さ約 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ジメチルシリコーンポリマーをシラン処理した 150~180 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10%の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 220 $^{\circ}$ 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 10~12 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、セタノール、内標準物質の順に流出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

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エリスリトールの条を次のように改める。

120316

エリスリトール

Erythritol

本品を乾燥したものは定量するとき、エリスリトール ($C_4H_{10}O_4$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は甘く冷感がある。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (3→10) の pH は 5.0~7.0 である。

確認試験 本品を乾燥し、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 3250cm^{-1} 、 2970cm^{-1} 、 2910cm^{-1} 、 1416cm^{-1} 、 1256cm^{-1} 、 1081cm^{-1} 、及び 1055cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 119~122°C

純度試験

(1) 溶状 本品 2.0g を水 10mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 2.0g をとり、試験を行う。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.30mL を加える (0.005%以下)。

(3) 硫酸塩 本品 4.0g をとり、試験を行う。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.50mL を加える (0.006%以下)。

(4) 重金属 本品 4.0g 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 2.0mL を加える (5ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、第1法により検液を調製し、試験を行う (2ppm 以下)。

(6) 窒素 本品約 2g を精密に量り、窒素定量法により試験を行うとき、窒素 (N: 14.01) の量は 0.01%以下である。

(7) 糖類 本品 5.0g を水 15mL に溶かし、希塩酸 4mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する。冷後、メチルオレンジ試液 2 滴を加え、液がだいたい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後、水を加えて 50mL とする。この液 10mL をとり、水 10mL 及びフェーリング試液 40mL を加え、3 分間穏やかに煮沸した後、放置し、酸化第一銅を沈殿させる。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い、洗液は先のガラスろ過器でろ過する。フラスコ内の沈殿を硫酸鉄 (III) 試液 20mL に溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80°C に加熱し、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定するとき、その消費量は 1.0mL 以下である。

乾燥減量 0.5%以下 (2g, 105°C, 4 時間)。

強熱残分 0.10%以下 (1g).

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、過ヨウ素酸カリウム試液 50mL を正確に加え、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム 2.5g を加え、直ちに密栓してよく振り混ぜ、暗所に 5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1mol/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 3mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL = 2.035mg $C_4H_{10}O_4$

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黄色三二酸化鉄の条を次のように改める。

109059

黄色三二酸化鉄

Yellow Ferric Oxide

本品は定量するとき、換算した強熱物に対し三二酸化鉄 (Fe_2O_3) 98.0%以上を含む。

性状 本品は黄色～帯褐黄色の粉末で、においはない。

本品は水にほとんど溶けない。

本品は加温した塩酸に溶ける。

確認試験 「三二酸化鉄」の確認試験を準用する。

純度試験 「三二酸化鉄」の純度試験 (1), (2) 及び (3) を準用する。

強熱減量 10.0～13.0%以下 (2g, 900°C, 2時間)。

定量法 「三二酸化鉄」の定量法を準用する。

貯法 容器 密閉容器。

投与経路 経口投与, 一般外用剤。

医薬品添加物各条のカルボキシメチルエチルセルロースの条を次のように改める。

101246

カルボキシメチルエチルセルロース

Carboxymethylethylcellulose

本品はセルロースのカルボキシメチル及びエチルの混合エーテルである。

本品を乾燥したものは定量するとき、カルボキシメチル基 ($-\text{CH}_2\text{COOH}$: 59.04) 8.9～14.9%及びエトキシ基 ($-\text{OC}_2\text{H}_5$: 45.06) 32.5～43.0%を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で、におい及び味はない。

本品は水又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

本品にメタノール/ジクロロメタン混液 (1 : 1) を加えるとき、澄明又はわずかに混濁した粘性の液となる。

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01g に水 1mL 及びアントロン試液 2mL を加えて振り混ぜるとき、液は緑色を呈し、徐々に暗緑色に変わる。

(2) 本品 0.01g 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プ酸試液を付けたガラス棒をその小試験管にコルク栓で固定し、125℃の油浴中で 5～6 分間加熱するとき、クロモトロープ酸試液は赤紫色を呈する。

(3) 本品 1g を希水酸化ナトリウム試液 20mL に溶かし、硫酸銅 (II) 試液 1mL を加えて振り混ぜるとき、淡青色の綿状沈殿を生じる。

(4) 本品 1g にメタノール/ジクロロメタン混液 (1 : 1) 50mL を加えて振り混ぜて溶かし、その 0.5mL をとり、窓板に薄く塗り付け、熱風で溶媒を去って薄膜とし、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 2980cm^{-1} 、 2880cm^{-1} 、 1760cm^{-1} 及び 1112cm^{-1} 付近に吸収を認める。

粘度 本品を乾燥し、その 10.00 g をとり、メタノールとジクロロメタンをそれぞれ質量比で 50%となるように混合した液 90.0g を加え、栓をして 40 分間絶えず振り混ぜて試料を溶かし、 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で粘度測定法第 1 法により試験を行うとき、本品の粘度は $20 \sim 70\text{mm}^2/\text{S}$ である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0g にメタノール/ジクロロメタン混液 (1 : 1) 10mL を加えて溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。また、混濁することがあっても、その混濁は次の比較液より濃くない。

比較液 : 0.005mol/L 硫酸 2.0mL に希塩酸 1mL、水 45mL 及び塩化バリウム試液 2mL を加えて混和し、10 分間放置した後、振り混ぜて用いる。

(2) 塩化物 本品 1.0g に 0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液 40mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後、その赤色が消えるまで激しくかき混ぜながら希硝酸を滴加する。更にかき混ぜながら希硝酸 20mL を加える。生じたゲル状の沈殿が粒子状になるまで水浴上でかき混ぜながら加熱し、冷後、遠心分離する。上澄液をとり、沈殿を水 20mL ずつで 3 回洗い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、水を加えて 200mL とし、ろ過する。ろ液 50mL をとり試験を行う。比較液は 0.01mol/L 塩酸 0.50mL に 0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液 10mL、希硝酸 7mL 及び水を加えて 50mL とする (0.071%以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5g に熱湯 30mL 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 100mL とし、試料溶液とする。試料溶液 40mL をとり、希塩酸 1mL 及び水を加えて 50mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005mol/L 硫酸 0.40mL に希塩酸 1mL 及び水を加えて 50mL とする (0.096%以下)。

(4) 重金属 本品 2.0g 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 2.0mL を加える (10ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、磁製るつぼ入れ、これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→10) 10mL を加え、エタノール (95) に点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3mL を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とし、試験を行う (2ppm 以下)。

乾燥減量 5.0%以下 (1g, 105°C, 1時間)。

強熱残分 0.5%以下 (1g)。

定量法

(1) カルボキシメチル基 本品を乾燥し、その約 1g を精密に量り、正確に 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 50mL を加えて溶かし、過量の水酸化ナトリウムを 0.05mol/L 硫酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL=5.904mg ($-\text{CH}_2\text{COOH}$)

(2) エトキシ基 本品を乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。

試液

(1) 洗浄液 赤リン 1g を水 100mL に懸濁させる。

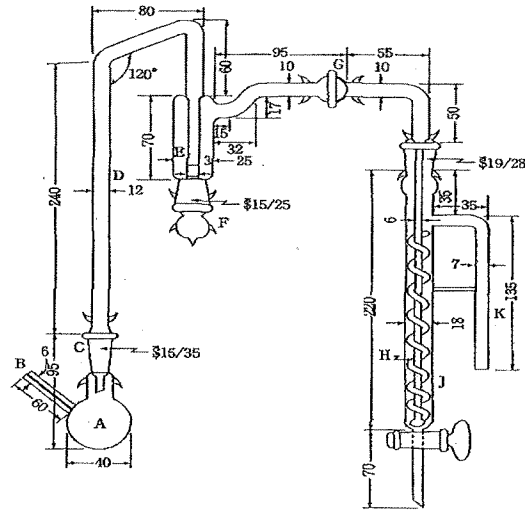
(2) 吸収液 酢酸カリウム 15g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9:1) 150mL に溶かし、その 145mL を量り、臭素 5mL を加える。用時製する。

操作法

ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また、吸収管 J に吸収液約 20mL を入れる。本品を乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石とヨウ化水素酸約 6mL を加える。A のすり合わせ連結部 C をヨウ化水素酸 1 滴でぬらして空冷部 D に接続し、更に球面すり合わせ連結部 G を適当なシリコン樹脂をつけて連結し、装置を組み立てる。ガス導入管 B より窒素又は二酸化炭素を通じ、適当な調節器を用いて E 中に出る気泡が 1 秒につき 2 個程度になるように調節する。A を油浴に浸し、浴の温度が

20~30 分後、150°Cになるように加熱し、更に同温度で 60 分間煮沸する。油浴を外し、ガスを通したまま放冷し、冷後、G を取り外し、J の内容物を酢酸ナトリウム三水和物溶液 (1 → 5) 10mL を入れた 500mL の共栓三角フラスコに流し出し、水で数回洗い込み、更に水を加えて約 200mL とする。振り混ぜながら臭素の赤色が消えるまでギ酸を滴加した後、更に 1mL を加える。次にヨウ化カリウム 3g 及び希硫酸 15mL を加え、栓をして軽く振り混ぜ、5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1mol/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 1mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL = 0.7510mg OC_2H_5



数字はmmを示す

- | | |
|--------------|----------------|
| A : 分解フラスコ | F : ガラス栓 |
| B : ガス導入管 | G : 球面すり合わせ連結部 |
| C : すり合わせ連結部 | H : ガス導管 |
| D : 空冷部 | J : 吸収管 |
| E : ガス洗浄部 | K : 排ガス管 |

メトキシ基定量装置

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還元麦芽糖水アメの条を次のように改める。

103319

還元麦芽糖水アメ

Hydrogenated Maltose Starch Syrup

本品はデンプンに水を加えて加熱し、のり化する。これにアミラーゼを加えて加水分解し、精製したものを還元し、更に精製濃縮したものである。

本品は主としてマルチトール、D-ソルビトール及びオリゴ糖アルコールからなる。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、マルチトール ($C_{12}H_{24}O_{11}$: 344.32) として75.0~80.0%を含む。

性状 本品は無色澄明の液で、においはなく、味は甘い。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1→5) 3mLに塩化鉄(III) 試液1mL及び水酸化ナトリウム試液1.5mLを加え、これを激しく振り混ぜるとき、液は褐色を呈し、更に水酸化ナトリウム試液を追加しても沈殿を生じない。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 2mLに冷却しながらアントロンの酢酸エチル溶液 (1→50) 2mL及び硫酸4mLを加えた後、80°Cで15分間加熱するとき、液の色は緑色~濃青色を呈する。

純度試験

(1) 遊離酸 本品5.0gをとり、新たに煮沸し冷却した水50mLに溶かし、フェノールフタレイン試液1滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mLを加えて振り混ぜるとき、液の色は30秒間以上持続する赤色を呈する。

(2) 重金属 本品5.0g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2.5mLを加える (5ppm以下)。

(3) ヒ素 本品1.0gをとり、第1法により検液を調製し、試験を行う (2ppm以下)。

(4) ニッケル 本品の水溶液 (1→10) 5mLにジメチルグリオキシム試液3滴及びアンモニア試液3滴を加えて5分間放置するとき、赤色を呈しない。

(5) 還元糖 本品1.0gをフラスコにとり、水25mLに溶かし、フェーリング試液40mLを加え、3分間穏やかに煮沸した後、放置して酸化第一銅を沈殿させる。上澄液をガラスろ過器 (G4) でろ過し、フラスコ内の沈殿は洗液がアルカリ性を示さなくなるまで温湯で洗い、洗液はガラスろ過器でろ過する。次にフラスコ内の沈殿に硫酸鉄(III) 試液20mLを加えて溶かし、これを先のガラスろ過器でろ過し、水で洗い、洗液はろ液に合わせ、80°Cに加熱し、0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定するとき、その消費量は1.7mL以下である。

水分 25.0%以下 (0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.02%以下 (5g)。

定量法 本品の換算した脱水物約1gに相当する量を精密に量り、内標準溶液10mLを正確に

加え、更に水を加えて溶かし、正確に 100mL とし、試料溶液とする。別に定量用マルチトールを乾燥（減圧・0.67kPa 以下、80℃、3 時間）し、その約 1g を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加え、更に水を加えて溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するマルチトールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

マルチトール ($C_{12}H_{24}O_{11}$) の量 (mg)

$$= \text{定量用マルチトールの量 (mg)} \times Q_T / Q_S$$

内標準溶液 プロピレングリコール 5g に水を加えて混和し、50mL とする。

操作条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径約8mm、長さ30～50cmのステンレス管に5～10 μ mの液体クロマトグラフィー用ポリスチレンにスルホン酸基を結合させた強酸性イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水

流量：マルチトールの保持時間が約17分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液10 μ Lにつき、上記条件で操作するとき、マルチトール、内標準物質の順に溶出し、その分離度が1.5以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

投与経路 経口投与、一般外用剤、歯科外用及び口中用。

医薬品添加物各条の乾燥メタクリル酸コポリマーLD の条を次のように改める。

120320

乾燥メタクリル酸コポリマー LD

Dried Methacrylic Acid Copolymer LD

本品は「メタクリル酸コポリマーLD」を乾燥し、粉末としたものである。

本品を乾燥したものは定量するとき、メタクリル酸 ($C_4H_6O_2$: 86.09) 46.0~51.0%を含む。

性状 本品は白色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品はメタノール、エタノール (99.5) 又は2-プロパノールに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 200mg に水 7mL を加えて激しく振り混ぜた後、この液 0.5mL をとり、希水酸化ナトリウム試液 5mL を加えて振り混ぜるとき、澄明な粘性の液となる。次に希塩酸 1mL を加えるとき、白色の樹脂よりの沈殿を生じる。

(2) 本品を2-プロパノール/水混液 (33:1) に溶かし、この溶液を窓板に薄く塗り付け、溶媒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 2980cm^{-1} 、 1734cm^{-1} 、 1700cm^{-1} 、 1473cm^{-1} 、 1449cm^{-1} 、 1383cm^{-1} 及び 1178cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品 1g に水 20mL を加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5mL をとり、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 3mL を加えてよく振り混ぜ、更にクロロホルム 10mL を加え、振り混ぜて静置するとき、クロロホルム層は淡青色を呈する。

(4) 本品 5g に水/メタノール混液 (1:1) 30mL を加え、室温で約 2 時間かけて溶かす。この溶液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 0.1mL にメチレンブルー試液 0.1mL 及び希硫酸 2mL を加え、更にジクロロメタン 2mL を加え、振り混ぜて静置するとき、ジクロロメタン層は濃青色を呈する。

粘度 本品を乾燥し、その 10.00g を正確に量り、メタノール 80mL を加えてよく振り混ぜて溶かした後、メタノールを加えて正確に 100mL とした液につき、粘度測定法第 1 法により試験を行うとき、 $15\sim 45\text{mm}^2/\text{s}$ である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0g 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 2.0mL を加える (20ppm 以下)。

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

(3) メタクリル酸及びアクリル酸エチル 本品約 1g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、過塩素酸ナトリウム試液 5mL が正確に入ったビーカーにかき混ぜながら滴加し、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にメタクリル酸約 0.01g 及びアクリル酸エチル約 0.01g を精密に量り、1-ブタノール 5mL に溶か

し、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、過塩素酸ナトリウム試液 5mL が正確に入ったビーカーにかき混ぜながら滴加し、上澄液を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行うとき、試料溶液から得たメタクリル酸とアクリル酸エチルのピークの面積は、各々の標準溶液のピーク面積より小さい。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：200nm）

カラム：内径 4.6mm、長さ 12cm のステンレス管に 7 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：20 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH2 のリン酸溶液/メタノール混液（4：1）

流量：メタクリル酸の保持時間が約 3 分にアクリル酸エチルの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10mL とする。

この液 20 μ L から得たメタクリル酸及びアクリル酸エチルのピーク面積が標準溶液のメタクリル酸及びアクリル酸エチルのピーク面積の 18～22%になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メタクリル酸、アクリル酸エチルの順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メタクリル酸及びアクリル酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

乾燥減量 5.0%以下（1g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間）。

強熱残分 0.40%以下（1g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、2-プロパノール/水混液（3：2）100mL に溶かし、0.5mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.5mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL=43.04mg $C_4H_6O_2$

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クエン酸二水素ナトリウムの条を次のように改める。

110175

クエン酸二水素ナトリウム

Monobasic Sodium Citrate

本品を乾燥したものを定量するとき、クエン酸二水素ナトリウム ($C_6H_7NaO_7$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は無色の結晶性の粉末で、においはなく、酸味がある。

本品は水に溶けやすく、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 本品の水溶液 (1→20) はクエン酸塩及びナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0g を水 20mL に溶かした液の pH は 3.1~4.1 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0g を水 20mL に溶かすとき、液は無色ほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.6g をとり、試験を行う。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.25mL を加える (0.015%以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5g をとり、試験を行う。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.50mL を加える (0.048%以下)。

(4) 酒石酸塩 本品 1.0g に水 2mL、酢酸カリウム試液 1mL 及び酢酸 (31) 1mL を加え、ガラス棒で内壁をこするとき、結晶性の沈殿を生じない。

(5) シュウ酸塩 本品 1.0g に水 5mL を加えて溶かし、エタノール (95) 4mL 及び塩化カルシウム試液 0.2mL を加え、1時間放置するとき、液は澄明である。

(6) 重金属 本品 2.5g 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 2.5mL を加える (10ppm 以下)。

(7) ヒ素 本品 1.0g をとり、第1法により検液を調製し、試験を行う (2ppm 以下)。

(8) 硫酸呈色物 本品 0.5g をとり、試験を行う。ただし、90°Cで1時間加熱する。液の色は色の比較液 K より濃くない。

乾燥減量 1.0%以下 (1g, 110°C, 5時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.18g を精密に量り、水 25mL に溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2~3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 10.71mg $C_6H_7NaO_7$

貯法 容器 密閉容器。

投与経路 直腸腔尿道適用。

医薬品添加物各条の黒酸化鉄の条を次のように改める。

109024

黒酸化鉄

Black Iron Oxide

黒色酸化鉄，マグネタイト

本品は主として四三酸化鉄 (Fe_3O_4 : 231.53) からなる。

本品を乾燥したものは定量するとき，四三酸化鉄 (Fe_3O_4) 90.0%以上を含む。

性状 本品は黒色の粉末で，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。

本品は過量の塩酸又は硫酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1g に希硫酸 10mL を加え，加熱して溶かし，冷却した液は第二鉄塩の定性反応 (3) を呈する。

(2) (1) の液にヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，青色の沈殿を生じ，希塩酸を追加しても沈殿は溶けない。

純度試験

(1) 水可溶物 本品約 5g を精密に量り，水約 70mL を加えて 5 分間煮沸する。冷後，水を加えて 100mL とし，よくかき混ぜた後，ろ過する。初めのろ液約 10mL を除き，次のろ液 40mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105～110℃で 1 時間乾燥するとき，その量は 15mg 以下である。

(2) 重金属 本品 1.0g を磁製皿にとり，薄めた塩酸 (1→2) 20mL を加え，加温して溶かし，1mL になるまで蒸発濃縮した後，王水 6mL を加え，水浴上で蒸発乾固する。残留物に 6mol/L 塩酸試液 5mL を加えて溶かし，分液漏斗に移す。磁製皿は 6mol/L 塩酸試液 5mL ずつで 2 回洗い，洗液は分液漏斗に合わせ，ジエチルエーテル 40mL で 2 回，次にジエチルエーテル 20mL で振り混ぜた後，静置し，分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシアニモニウム 0.2g を加えて溶かし，水浴上で 10 分間加熱した後，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液が薄い紅色を呈するまでアンモニア水 (28) を加える。冷後，液が無色となるまで希酢酸を滴加し，次いで希酢酸 4mL を加えてよく振り混ぜ，必要があればろ過し，水を加えて 50mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液は鉛標準液 3.0mL をとり，薄めた塩酸 (1→2) 20mL を加え，以下検液と同様に操作する (30ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.2g に薄めた塩酸 (1→2) 30mL を加え，加温して溶かし，水浴上で蒸発濃縮し，約 5mL とする。この液に温湯 5mL を加えてろ過し，残留物は温湯 5mL ずつで 3 回洗う。洗液はろ液に合わせ検液とし，試験を行う (10ppm 以下)。ただし，中和操作及び薄めた塩酸 (1→2) 5mL の添加を省略する。また酸性塩化第一スズ試液の代わりに，塩

化スズ(Ⅱ)の塩酸溶液(35→100)を用いる。標準色の調製は、塩化スズ(Ⅱ)の塩酸溶液(35→100)を用いて日局に準じ操作する。

乾燥減量 1.0%以下(2g, シリカゲル, 4時間)。

定量法 本品約0.2gをヨウ素瓶に精密に量り、塩酸5mLを加えて溶かし、水25mL及びヨウ化カリウム3gを加え、密栓し、暗所で15分間放置した後、水100mLを加え、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液3mLを加え、生じた青色が脱色するときとする。同様な方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=7.985mg Fe_2O_3

四三酸化鉄(Fe_3O_4)の量(%) = 三二酸化鉄(Fe_2O_3)の量(%) × 0.9666

貯法 容器 密閉容器。

投与経路 経口投与, 一般外用剤。

医薬品添加物各条の三二酸化鉄の条を次のように改める。

103104

三二酸化鉄

Red Ferric Oxide

本品を乾燥したものは定量するとき、三二酸化鉄 (Fe_2O_3) 98.0%以上を含む。

性状 本品は赤色～赤褐色又は暗赤紫色の粉末で、においはない。

本品は水にほとんど溶けない。

本品は加温した塩酸に溶ける。

確認試験 本品 1g に薄めた塩酸 (1→2) 10mL を加え、加温して溶かした液は、第二鉄塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 水可溶物 本品 5.0g に水 200mL を加えて 5 分間煮沸し、冷後、水を加えて 250mL とした後、ろ過し、初めのろ液 50mL を除き、次のろ液 100mL をとり、水浴上で蒸発乾固し、残留物を 110°C で 2 時間乾燥するとき、その量は 15mg 以下である。

(2) 重金属 本品 1.0g を磁製皿にとり、薄めた塩酸 (1→2) 20mL を加え、加温して溶かし、1mL になるまで蒸発濃縮した後、王水 6mL を加え水浴上で蒸発乾固する。残留物に 6mol/L 塩酸試液 5mL を加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿は 6mol/L 塩酸試液 5mL ずつで 2 回洗い、洗液は分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル 40mL で 2 回、次にジエチルエーテル 20mL で振り混ぜた後静置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシアニモニウム 0.1g を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が薄い紅色を呈するまでアンモニア水 (28) を加える。冷後、液が無色となるまで希酢酸を滴加し、次いで希酢酸 4mL を加えてよく振り混ぜ、必要があればろ過し、水を加えて 50mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は磁製皿に鉛標準液 3.0mL をとり、薄めた塩酸 (1→2) 20mL を加え、以下検液と同様に操作する (30ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0g に薄めた塩酸 (1→2) 30mL を加え、加温して溶かし、水浴上で蒸発濃縮し、約 5mL をする。この液に温湯 5mL を加えてろ過し、残留物を温湯 5mL ずつで 3 回洗う。洗液はろ液に合わせ検液とし、試験を行う (2ppm 以下)。ただし、中和操作及び薄めた塩酸 (1→2) 5mL の添加を省略する。また、酸性塩化第一スズ試液の代わりに、塩化スズ (II) の塩酸溶液 (35→100) を用いる。標準色の調製は、塩化スズ (II) の塩酸溶液 (35→100) を用いて日局に準じ操作する。

強熱減量 2.0%以下 (2g, 900°C, 2 時間)。

定量法 本品を 900°C で 2 時間乾燥し、その約 0.2g をヨウ素瓶に精密に量り、塩酸 5mL を加え、水浴上で加温して溶かし、水 25mL 及びヨウ化カリウム 3g を加え、密栓し、暗所で 15 分間放置した後、水 100mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴