

薬食発第 0331023 号
平成 18 年 3 月 31 日

各都道府県知事 殿

厚生労働省医薬食品局長

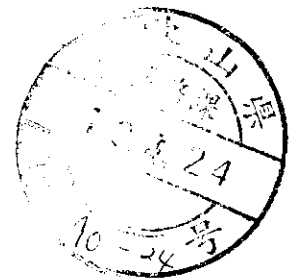
「医薬品添加物規格 1998」の一部改正について

医薬品添加物の規格については、平成 10 年 3 月 4 日付け医薬発第 178 号厚生省医薬安全局長通知「医薬品添加物規格 1998 について」により「医薬品添加物規格 1998」（以下「薬添規」という。）として定められているところであるが、今般、日本薬局方を定める件（平成 18 年厚生労働省告示第 285 号）の公布等に伴い、その一部を別添のとおり改正したので、通知する。ついては、薬添規の一部改正の概要を下記のとおり示すので、別添と併せて御了知の上、貴管下関係業者に対し、周知方よろしく御配慮願いたい。

記

第 1 薬添規の一部改正の要点について

1. 第十五改正日本薬局方の制定に伴い、薬添規の通則を改正したこと。
2. 各条品目の改正については、次のとおりであること。
 - (1) 次の 5 品目について、新たに薬添規に収められたこと。
 - 1) 吸着精製ラノリン
 - 2) シソ油
 - 3) スクラロース
 - 4) ペンタステアリン酸デカグリセリル
 - 5) モノステアリン酸デカグリセリル



(2) 次の21品目について、性状及び品質に関する規定を改めたこと。

- 1) アミノアルキルメタクリレートコポリマーE
- 2) エチルセルロース
- 3) エチルセルロース水分散液
- 4) エリスリトール
- 5) 黄色三二酸化鉄
- 6) カルボキシメチルエチルセルロース
- 7) 還元麦芽糖水アメ
- 8) 乾燥メタクリル酸コポリマーLD
- 9) クエン酸二水素ナトリウム
- 10) 黒酸化鉄
- 11) 三二酸化鉄
- 12) ジメチルポリシロキサン・二酸化ケイ素混合物
- 13) 乳糖造粒物
- 14) 白糖・デンプン球状顆粒
- 15) 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
- 16) 1,2,6-ヘキサントリオール
- 17) ポリオキシエチレンセチルエーテル
- 18) 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
- 19) メタクリル酸コポリマーLD
- 20) モノステアリン酸ソルビタン
- 21) レモン油

第2 施行時期について

本通知は、平成18年4月1日から施行すること。

「医薬品添加物規格 1998」（平成 10 年 3 月 4 日付け医薬発第 178 号厚生省医薬安全局長通知）の一部を次のように改正する。

通則の第 1 項中「医薬品添加物各条の性状の項中において、味、結晶形、溶解性、液性、安定性、吸光度、凝固点、屈折率、脂肪酸の凝固点、旋光度、粘度、比重、沸点及び融点は」を「医薬品添加物各条の規定中、性状の項は」に改める。

通則の第 2 項中「第十四改正」を削り、同項中「第一部通則の第 6 項から第 39 項まで」を「通則の第 6 項、第 8 項から第 11 項まで及び第 13 項から第 43 項まで」に改める。

通則の第 7 項を削る。

一般試験法の部（2）試薬・試液の項アクリル酸メチルの条の次に次の二条を加える。

p-アニシジン C₇H₉NO

本品は、白～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 57～60℃

<スクラロース>

p-アニシジン・フタル酸試液

p-アニシジン 1.23g 及びフタル酸 1.66g を量り、メタノールに溶かし 100mL とする。密栓し、遮光して、冷所に保存する。

<スクラロース>

一般試験法の部（2）試薬・試液の項 0.2mol/L チオ硫酸ナトリウム液の条の次に次の一条を加える。

チモール・硫酸試液

チモール 0.5g に硫酸 5mL を加えて溶かし、エタノール（95）を加えて 100mL とする。

<ペンタステアリン酸デカグリセリル・モノステアリン酸デカグリセリル>

一般試験法の部（2）試薬・試液の項トリニトロベンゼン試液の条の次に次の一条を加える。

トリフェニルホスフィンオキシド C₁₈H₁₅OP

本品は、極わずかに褐色みを帯びた白色の粉末である。

融点 156～158℃

純度試験 溶状 淡褐色，澄明（1g，アセトン 10mL）。

含量 本品を乾燥したものは，トリフェニルホスフィンオキシド（ $C_{18}H_{15}OP$ ）98%以上を含む。

定量法 本品をデシケーター中で減圧下 24 時間乾燥し，その約 10mg を精密に量り，メタノールを加えて溶かし，正確に 100mL とする。この液 1mL を正確に量り，アセトニトリル／水混液（67：33）を加えて正確に 100mL とし，試料溶液とする。試料溶液 20 μ L につき，「スクラロース」の純度試験のトリフェニルホスフィンオキシドの操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，次式により含量を求める。ただし，面積測定範囲は，主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

トリフェニルホスフィンオキシド (%)

$$= \frac{\text{試料溶液のトリフェニルホスフィンオキシドのピーク面積}}{\text{総ピーク面積}} \times 100$$

<スクラロース>

一般試験法の部（2）試薬・試液の項硫酸マンガン（II）五水和物の条の次に次の一条を加える。

15%硫酸・メタノール試液

硫酸 8.2mL を量り，メタノール 20mL に徐々に加え，冷却し，メタノールを加えて 100mL とする。

<スクラロース>

医薬品添加物各条の部に次の五条を加える。

110457

吸着精製ラノリン

Adsorption Refined Lanolin

本品はヒツジ *Ovis aries* Linné (Bovidae) の毛から得た脂肪よう物質を精製したものを活性白土を用いて極性不純物を除去して得られる非極性のラノリンワックスである。

性状 白色～淡黄色の軟膏様の固体。わずかに特異臭。

確認試験 本品のシクロヘキサン溶液 (1→50) 1mLを注意しながら硫酸2mLの上に層積するとき、接界面は、赤褐色を呈し、硫酸層は緑色の蛍光を発する。

融点 30～38℃ (第3法)。

酸価 0.5以下 (10g)。

ヨウ素価 18～36

本品0.8gを精密に量り、500mLの共栓フラスコに入れ、シクロヘキサン20mLに溶かし、次にハヌス試液25mLを正確に加え、よく振り混ぜる。液が透明にならないときは、更にシクロヘキサンを追加して透明とした後、密栓し、遮光して20～30℃で30分間時々振り混ぜながら放置する。次にヨウ化カリウム溶液 (1→10) 20mL及び水100mLを加えて振り混ぜた後、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う。

$$\text{ヨウ素価} = \frac{(a-b) \times 1.269}{\text{試料の量 (g)}}$$

a：空試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

b：試料の試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

水酸基価 5以下 (5g)。

けん化価 80～110

本品1.5gを精密に量り、200mLのフラスコに入れ、0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液25mL、2-プロパノール20mLを正確に加える。これにすり合わせの還流冷却器又は長さ750mm、内径6mmの空気冷却器をつけて水浴中でしばしば揺り動かしながら3時間加熱し試験を行う。

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)。

乾燥減量 0.5%以下 (5g, 105℃, 1時間)。

強熱残分 0.1%以下 (3g)。

貯法 保存条件 30℃以下で保存する.

容 器 密閉容器.

投与経路 一般外用剤.

シソ油

Perilla Oil

本品はシソ科の植物である *Perilla frutescens Britton* (エゴマ) の種子を圧搾して得た植物油である。

本品は抗酸化剤として天然ビタミン E 0.2% 及びアスコルビン酸微量を加えることができる。

性状 本品は淡黄色の油で、わずかに特有のにおいがあり、味は緩和である。

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する。

本品はエタノール (95) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

屈折率 n_D^{25} : 1.473~1.483

比重 d_{25}^{25} : 0.925~0.933

酸価 0.3 以下。

ただし、溶媒はジエチルエーテル/エタノール (95) 混液 (1:1) 100mL とする。

けん化価 182~202

不けん化物 1.5% 以下。

ヨウ素価 175~205

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 1.0mL を加える (10ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 2.0g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (1ppm 以下)。

貯法 容器 気密容器。

投与経路 経口投与。

スクラロース

Sucralose

トリクロロガラクトスクロース

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ところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 1.0g をメタノール 10mL 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 \rightarrow 20) /アセトニトリル混液 (7:3) を展開溶媒として約 15cm 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 $^{\circ}$ 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 $^{\circ}$ (脱水物に換算したもの, 1.0g, 水, 10mL, 100mm)

pH 本品 2.0g を水 20mL に溶かした液の pH は 3.0~6.0 である。

純度試験

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

(2) 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 1.0mL を加える (10ppm 以下)。

(3) 類縁物質

(i) 他の塩化二糖類 本品 1.0g をメタノール 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL 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 \rightarrow 20) /アセトニトリル混液 (7:3) を展開溶媒として約 15cm 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 $^{\circ}$ 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 2.5g を正確に量り、メタノール 10mL 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 10.0g を量り、水に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液 (1) とする。別に D-マンニトール 10.0g 及び果糖 40.0mg を量り、水に溶かし、正確に 100mL 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 $^{\circ}$ C 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 0.10g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 10mL 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 0.10g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 10mL とする。この液 1mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とする。さらに、この液 1mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL 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。トリフェニルホスフィンオキシドの量は 150ppm 以下である。

トリフェニルホスフィンオキシドの量 (ppm)

$$= \frac{A_T}{A_S} \times \frac{\text{トリフェニルホスフィンオキシドの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm，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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液 (67：33)

流速：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 2.0g を精密に量り、水を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にメタノール 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL 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。

$$\text{メタノールの量 (\%)} = \frac{A_T \times 2 \times 1}{A_S \times \text{本品の採取量 (g)} \times 10}$$

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 2m のガラス管に 150~180 μ m のガスクロマトグラフィー

一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℃付近の一定温度

キャリアガス：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。

強熱残分 0.7%以下 (1g)。

水分 2.0%以下 (1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品の換算した脱水物約1.0gに対応する量を精密に量り, 水に溶かし, 正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り, 水酸化ナトリウム溶液(1→10)10mL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, 0.1mol/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。

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

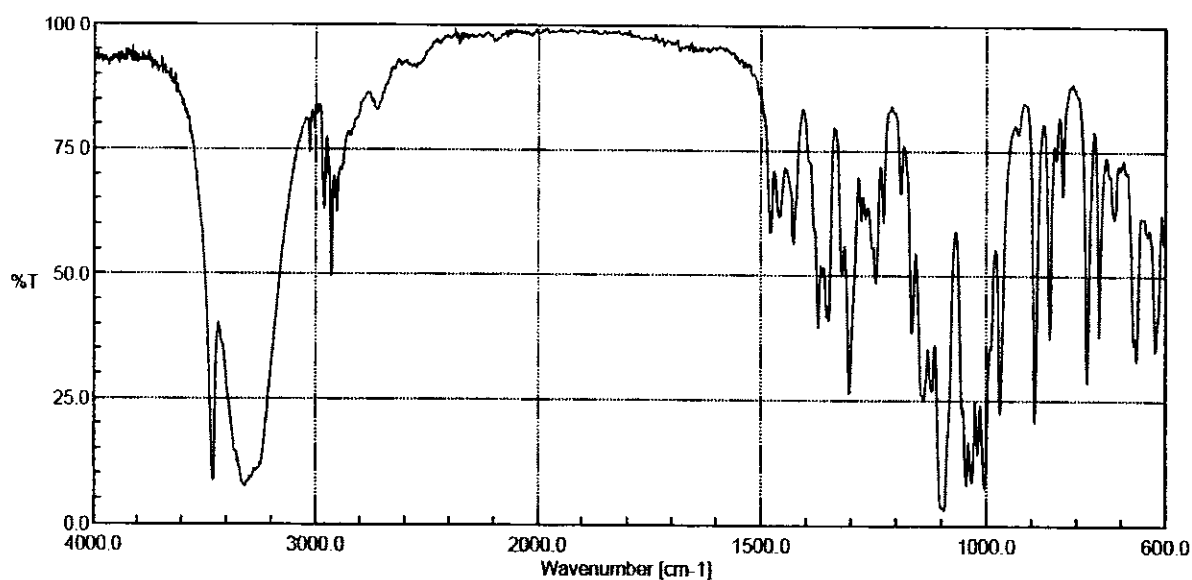
貯法 保存条件 冷所(1~20℃)で保存する。

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

スクラロース



ペンタステアリン酸デカグリセリル

Decaglyceryl Pentastearate

本品は、主としてステアリン酸とデカグリセリンのペンタエステルである。

性状 本品は、白色～微黄色の固体で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験

(1) 本品約 5g に希水酸化カリウム・エタノール試液 50mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 1 時間加熱した後、ほぼ乾固するまでエタノールを留去する。次に薄めた塩酸 (1→10) 50mL を加えてよく振り混ぜ、生じた脂肪酸を石油エーテル/2-ブタノン混液 (7:1) 40mL ずつで 3 回抽出して分離する。この水層をよくかき混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1→9) を加えてほぼ中性にした後、水浴中で減圧下に濃縮する。これに約 40°C のメタノール 20mL を加えてよく振り混ぜた後、冷却してろ過し、ろ液のメタノールを水浴中で留去する。この残留物のメタノール溶液 (1→10) を試料溶液とする。別に、メタノール/グリセリン混液 (9:1) を標準溶液とする。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、アセトン/水混液 (9:1) を展開溶媒として約 15cm 展開した後、薄層板を風乾し、110°C で 10 分間加熱して溶媒を除く。冷後、チモール・硫酸試液を噴霧し、110°C で 20 分間加熱するとき、試料溶液から得たスポットは標準溶液から得たスポットと同位置以下に褐色のスポット又は褐色の帯状のスポットを認める。

(2) (1) で分離して得た石油エーテル/2-ブタノン層を合わせ、溶媒を留去するとき、油状物又は白～黄白色の固体が残る。この残留物 0.1g にジエチルエーテル 5mL を加えて振り混ぜるとき溶ける。

酸価 12 以下。

純度試験

(1) 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)。

(2) ヒ素 本品 0.5g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (4ppm 以下)。

(3) ポリオキシエチレン 本品 1.0g を量り、200mL のフラスコに入れ、希水酸化カリウム・エタノール試液 25mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で時々振り混ぜながら 1 時間煮沸する。次に、水浴上又は減圧下でほぼ乾固するまでエタノールを留去し、薄めた硫酸 (3→100) 20mL を加えて加温しながらよく振り混ぜる。これにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 15mL を加え、よく振り混ぜた後、クロロホルム 10mL を加え、再び振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は、青色を呈さない。

強熱残分 1.5%以下 (1g).

貯法 容 器 密閉容器.

投与経路 経口投与, その他の内用, 一般外用剤, 舌下適用, 直腸膾尿道適用, 齒科外用及び口中用剤, その他の外用.

モノステアリン酸デカグリセリル

Decaglyceryl Monostearate

本品は、主としてステアリン酸とデカグリセリンのモノエステルである。

性状 本品は、微黄色～淡黄色の固体で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験

(1) 本品約 5g に希水酸化カリウム・エタノール試液 50mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 1 時間加熱した後、ほぼ乾固するまでエタノールを留去する。次に薄めた塩酸 (1→10) 50mL を加えてよく振り混ぜ、生じた脂肪酸を石油エーテル/2-ブタノン混液 (7:1) 40mL ずつで 3 回抽出して分離する。この水層をよくかき混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1→9) を加えてほぼ中性にした後、水浴中で減圧下に濃縮する。これに約 40℃ のメタノール 20mL を加えてよく振り混ぜた後、冷却してろ過し、ろ液のメタノールを水浴中で留去する。この残留物のメタノール溶液 (1→10) を試料溶液とする。別に、メタノール/グリセリン混液 (9:1) を標準溶液とする。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、アセトン/水混液 (9:1) を展開溶媒として約 15cm 展開した後、薄層板を風乾し、110℃ で 10 分間加熱して溶媒を除く。冷後、チモール・硫酸試液を噴霧し、110℃ で 20 分間加熱するとき、試料溶液から得たスポットは標準溶液から得たスポットと同位置以下に褐色のスポット又は褐色の帯状のスポットを認める。

(2) (1) で分離して得た石油エーテル/2-ブタノン層を合わせ、溶媒を留去するとき、油状物又は白～黄白色の固体が残る。この残留物 0.1g にジエチルエーテル 5mL を加えて振り混ぜるとき溶ける。

酸価 12 以下。

純度試験

(1) 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)。

(2) ヒ素 本品 0.5g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (4ppm 以下)。

(3) ポリオキシエチレン 本品 1.0g を量り、200mL のフラスコに入れ、希水酸化カリウム・エタノール試液 25mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で時々振り混ぜながら 1 時間煮沸する。次に、水浴上又は減圧下でほぼ乾固するまでエタノールを留去し、薄めた硫酸 (3→100) 20mL を加えて加温しながらよく振り混ぜる。これにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 15mL を加え、よく振り混ぜた後、クロロホルム 10mL を加え、再び振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は、青色を呈さない。

強熱残分 1.5%以下 (1g).

貯法 容 器 密閉容器.

投与経路 経口投与, その他の内用, 一般外用剤, 舌下適用, 直腸腔尿道適用, 歯科外用及び口中用剤, その他の外用.

医薬品添加物各条のアミノアルキルメタクリレートコポリマーE の条を次のように改める。

109215

アミノアルキルメタクリレートコポリマー E

Aminoalkyl Methacrylate Copolymer E

本品はメタクリル酸メチルとメタクリル酸ブチル及びメタクリル酸ジメチルアミノエチルの共重合体である。

本品を乾燥したものは定量するとき、窒素 (N : 14.01) 4.0~6.0%を含む。

性状 本品は淡黄色の樹脂よりの粒又は白色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品はメタノール、エタノール (95)、アセトン又はジエチルエーテルに溶解やすく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、その 0.1g に 1mol/L 塩酸試液 10mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性にするとき、白色の樹脂よりの物質を生じる。

(2) 本品を 2-プロパノール/アセトン混液 (3 : 2) 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 2960cm^{-1} 、 2820cm^{-1} 、 2770cm^{-1} 、 1730cm^{-1} 、 1457cm^{-1} 及び 1147cm^{-1} 付近に吸収を認める。

粘度 本品を粉末とし、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、 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で粘度測定法第 1 法により試験を行うとき、その値は $2.5 \sim 5.5\text{mm}^2/\text{s}$ である。

純度試験

(1) 溶状 本品を粉末とし、その 0.5g に 1mol/L 塩酸試液 20mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品を粉末とし、その 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)。

(3) ヒ素 本品を粉末とし、その 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)。

(4) メタクリル酸メチルとメタクリル酸ブチル及びメタクリル酸ジメチルアミノエチル 本品 1.0g を精密に量り、アセトン 8mL を加え、振り混ぜて溶かした後、アセトンを加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にメタクリル酸メチル 0.01g とメタクリル酸ブチル 0.01g 及びメタクリル酸ジメチルアミノエチル 0.02g を精密に量り、アセトンを加えて溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $1\mu\text{L}$ 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とき、試料溶液から得たメタクリル酸メチル

とメタクリル酸ブチル及びメタクリル酸ジメチルアミノエチルのピーク高さは標準溶液から得たメタクリル酸メチルとメタクリル酸ブチル及びメタクリル酸ジメチルアミノエチルのピーク高さ以下である。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm, 長さ 2m のステンレス管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 をシラン処理した 180~300 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20% の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：90 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量：窒素, メタクリル酸メチルの保持時間が約 3 分に, メタクリル酸ブチルの保持時間が約 7 分に, メタクリル酸ジメチルアミノエチルの保持時間が約 20 分になる一定流量

検出感度：標準溶液から得たメタクリル酸メチルのピーク高さが約 2cm にメタクリル酸ブチルのピーク高さが約 2cm にメタクリル酸ジメチルアミノエチルが約 1cm になるように調整する。

乾燥減量 2.0%以下 (1g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.2%以下 (1g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2g を精密に量り, 窒素定量法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL=0.1401mg 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エチルセルロースの条を次のように改める。

102258

エチルセルロース

Ethylcellulose

本品はセルロースのエチルエーテルである。本品を乾燥したものは定量するとき、エトキシ基 ($-OC_2H_5$: 45.06) 46.5~51.0%を含む。

本品はその粘度の上限及び下限をミリパスカル秒 (mPa・s) 単位で名称に付記する。

性状 本品は白色～帯黄白色の無晶性の粉末又は粒で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はクロロホルムにやや溶けやすく、水又はグリセリンにほとんど溶けない。

本品にトルエンを加えるとき、澄明又はわずかに白濁した粘性の液となる。

本品にエタノール (95) を加えるとき、わずかに白濁又は白濁した粘性の液となる。

本品 1g に熱湯 100mL を加え、振り混ぜて懸濁し、室温に冷却した後、新たに煮沸し、冷却した水を加えて 100mL とした液は中性である。

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～暗緑褐色に変わる。

(2) 本品 5g をとり、トルエンとエタノール (95) それぞれ質量比で (4:1) になるように混合した液 95g を加えて溶かすとき、微黄色の澄明な液となる。

粘度 本品の換算した乾燥物 5.000g に対応する量を正確に量り、トルエンとエタノール (95) をそれぞれ質量比で (4:1) になるように混合した液 100mL を加え、振り混ぜて溶かした後、トルエンとエタノール (95) をそれぞれ質量比で (4:1) になるように混合した液を加えて 100.0g とし、必要ならば遠心分離してあわを除き、 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で粘度測定法第 2 法によって試験を行うとき、名称に付記した範囲内である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.20g をとり、温湯 20mL を加えてよくかき混ぜた後、希硝酸 5mL を加え、1~2 分間煮沸し、冷後、ろ過し、水 10mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて 50mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.45mL を加える (0.080% 以下)。

(2) 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 4.0mL を加える (40ppm 以下)。

(3) 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)。

乾燥減量 2.0% 以下 (1g, 105°C , 1 時間)。

強熱残分 0.40% 以下 (1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.015g を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。

試 液

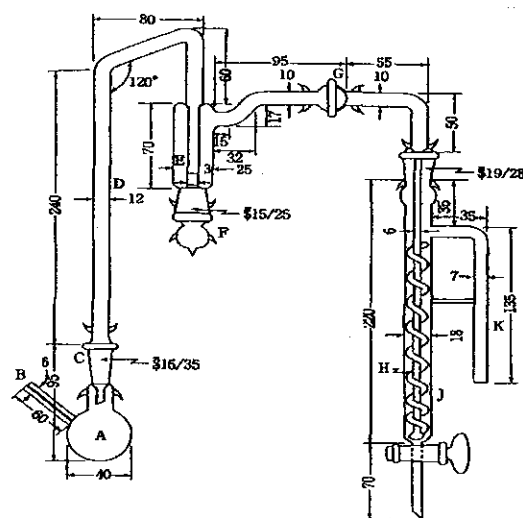
(1) 洗浄液 赤リン 1g を水 100mL に懸濁させる。

(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 0.015g 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 : 吸接管 |
| 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、歯科外用及び口中用。

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 ($0.1\sim 0.3\ \mu\text{m}$) 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。

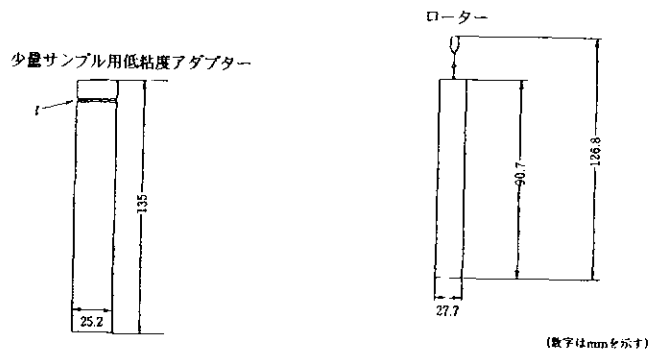
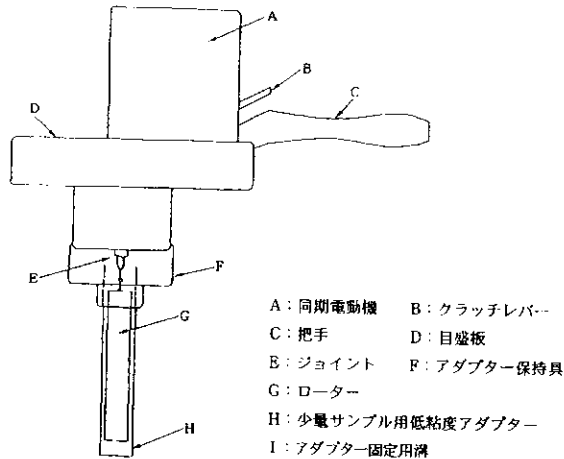
(2) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

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、150mPa·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、デンシケーター（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。

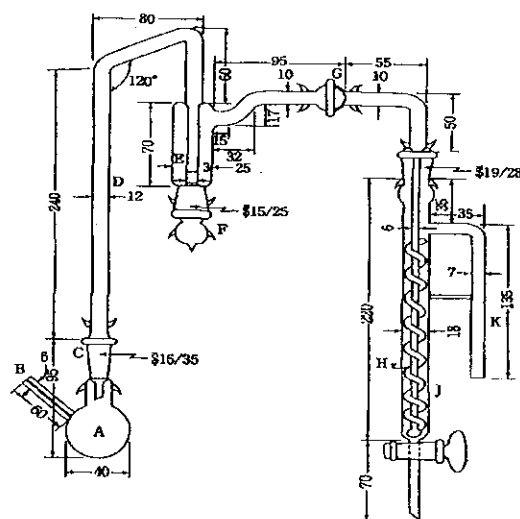
(2) 吸収液 酢酸カリウム 15g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9 : 1) 150mL に溶かし、その 145mL を量り、臭素 5mL を加える。用時製する。

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℃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℃, 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。

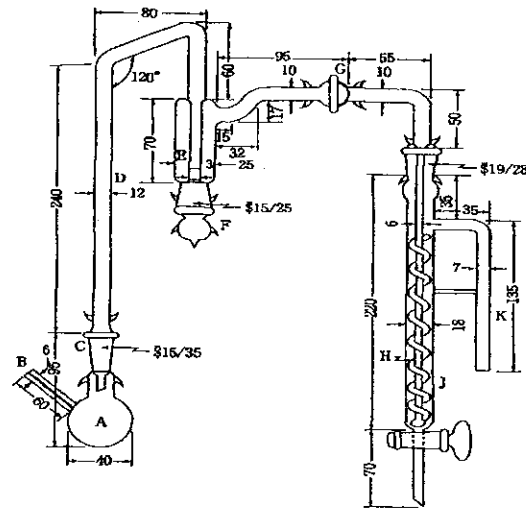
(2) 吸収液 酢酸カリウム 15g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9:1) 150mL に溶かし、その 145mL を量り、臭素 5mL を加える。用時製する。

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、吸尿管 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℃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°C，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填する。

カラム温度：50°C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

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

貯法 容 器 気密容器。

投与経路 経口投与，一般外用剤，舌下適用，その他の外用，殺虫剤。

医薬品添加物各条のジメチルポリシロキサン・二酸化ケイ素混合物の条を次のように改める。

005228

ジメチルポリシロキサン・二酸化ケイ素混合物

Polydimethylsiloxane・Silicon Dioxide Mixture

シリコーン樹脂

本品は主としてジメチルポリシロキサンからなり、二酸化ケイ素を含む。

性状 本品は無色～淡灰色の透明又は半透明の液である。

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 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 2960cm^{-1} 、 1261cm^{-1} 、 1093cm^{-1} 、 1022cm^{-1} 及び 800cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

（1）抽出物試験 本品約 45g をとり、ヘキサン 600mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離管に分取し、遠心分離する。上澄液を分取し、水浴上でヘキサンを減圧留去して得た粘性の液を検液とし、次の試験を行う。

（i）屈折率 n_D^{25} : 1.400～1.410

（ii）粘度 $95\sim 1100\text{mm}^2/\text{s}$ （第1法、 25°C ）。

（iii）比重 d_{25}^{25} : 0.96～1.02

（2）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）。

（3）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）。

（4）二酸化ケイ素 本品約 2g を質量既知の遠心分離管に精密に量り、ヘキサン約 40mL を加え、かき混ぜてよく分散させた後、毎分 10000 回転で 30 分間遠心分離する。上澄液を静かに傾斜して取り除き、沈殿物にヘキサン約 40mL を加え、激しくかき混ぜてよく分散させた後、再び前と同様に遠心分離する。上澄液を傾斜して取り除き、残留物を 110°C で 2 時間乾燥するとき、その量は 3.0～7.0% である。

乾燥減量 2.0%以下（1g、 150°C 、24 時間）。

貯法 容器 気密容器。

投与経路 経口投与、一般外用剤。

医薬品添加物各条の乳糖造粒物の条を次のように改める。

120048

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。

本品は水に溶解やすく、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 5g を共栓付き遠心沈殿管に入れ、エタノール (99.5) 30mL 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 20mL を水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 10mL 加え、振り混ぜて溶かし、これを試料溶液とする。試料溶液 2mL にアントロン試液 1mL 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) 10mL 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) 40mL 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 1g 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 1.0g を熱湯 20mL 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 8g 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) 40mL 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 (W₁) を算出する。上澄液約 20mL 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 (W₂)、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 (W₃)。

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

W : 試料採取量 (g)

W₁ : 加えたエタノール (99.5) の質量 (g)

W₂ : 上澄液の秤取量 (g)

W₃ : 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 10g を精密に量り, 50°C に加温した水 80mL を加えて振り混ぜた後, 放冷する。冷後, アンモニア試液 0.2mL を加え, 30 分間放置する。次に水を加えて正確に 100mL とする。この液につき, 旋光度測定法により, 20±1°C, 層長 100mm で旋光度 α_D を測定し, 以下の式により乳糖の含量を求める。

乳糖 (C₁₂H₂₂O₁₁ · H₂O) の量 (%)

$$= \left(\frac{\alpha \times 100}{W} - \frac{\text{定量法 (I) より得られたヒドロキシプロピルセルロース含量 (\%) \times (-24.8)}{100} \right) \times \frac{100}{52.5}$$

W : 試料採取量 (g)

α : 偏光面を回転した角度

-24.8 : ヒドロキシプロピルセルロースの比旋光度 [α]_D²⁰

52.5 : 乳糖の比旋光度 [α]_D²⁰

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白糖・デンプン球状顆粒の条を次のように改める。

111970

白糖・デンプン球状顆粒

Sucrose Starch Spheres

本品は精製白糖（日局）及びトウモロコシデンプン（日局）又はバレイショデンプン（日局）の造粒物である。

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）62.5～91.5%を含む。

本品は使用されているデンプンの別を表示する。

性状 本品は白色の球状顆粒で、においはなく、味はやや甘い。

確認試験

表示に基づき、使用されているデンプンがトウモロコシデンプンであるとき、確認試験（1）、（2）、（3）、（5）及び（6）を試験し、また使用されているデンプンがバレイショデンプンであるとき、確認試験（1）、（2）、（4）、（5）及び（6）を試験する。

（1）定量法で得たる液 0.13mL 及び白糖 10mg ずつに薄めたメタノール（3→5）をそれぞれ加えて 20mL とし、試料溶液及び標準溶液（a）とする。別にブドウ糖、乳糖一水和物、果糖及び白糖 10mg ずつに薄めたメタノール（3→5）を加えて 20mL とし、標準溶液（b）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（a）及び（b）2 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し、完全に乾燥させる。次に 1,2-ジクロロエタン/酢酸（100）/メタノール/水混液（10：5：3：2）を展開溶媒として約 15cm 展開し、薄層板を温風乾燥し、直ちに新しい展開溶媒で展開を繰り返した後、薄層板を温風乾燥する。これにチモール 0.5g をエタノール（95）/硫酸混液（19：1）100mL に溶かした液を均等に噴霧した後、130℃で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポットは標準溶液（a）から得たスポットと同様の位置、色及び大きさである。また、標準溶液（b）から得た 4 つのスポットはそれぞれ明確に識別できる。

（2）定量法で得たる液 7mL に水を加えて 100mL とする。この液 5mL をとり、新たに調製した硫酸銅（II）試液 0.15mL 及び新たに調製した 2mol/L 水酸化ナトリウム試液 2mL を加えるとき、液は青色澄明で、煮沸後も変わらない。この溶液に希塩酸 4mL を加えて煮沸し、2mol/L 水酸化ナトリウム試液 4mL を加えるとき、直ちにだいだい色の沈殿を生じる。

（3）定量法で得た残留物をエタノール（95）30mL で洗い、105℃で 2 時間乾燥し、水/グリセリン混液（1：1）を加え光学顕微鏡を用いて検鏡するとき、通例、直径 2～23 μ m の不規則な多面角の粒又は 25～35 μ m の不規則な円形又は球形の粒を認める。へそは、明瞭な空洞又は 2～5 つの放射状の裂け目となり、同心性の筋はない。交叉した偏光プリズム間では、へそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

（4）定量法で得た残留物をエタノール（95）30mL で洗い、105℃で 2 時間乾燥し、水/

グリセリン混液(1:1)を加え光学顕微鏡を用いて検鏡するとき、通例、直径30~100 μ m、しばしば100 μ m以上の大きさで形が不ぞろいの卵球形又は西洋ナシ形の粒又は10~35 μ mの大きさの円形の粒を認める。まれに、2~4個の粒から成る複粒を認める。卵球形又は西洋ナシ形の粒には偏心性のへそがあり、円形の粒には非中心性又はわずかに偏心性のへそがある。すべての粒子は顕著な層紋を認める。交叉した偏光プリズム間では、へそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

(5) 定量法で得た残留物をエタノール(95)30mLで洗い、105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その1gに水50mLを加えて1分間煮沸し、放冷するとき、薄く白濁したのり状の液となる。

(6) (5)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1 \rightarrow 10)0.05mLを加えるとき、だいたい赤色~暗青紫色を呈し、加熱するとき、消える。

乾燥減量 5.0%以下(10g, 105 $^{\circ}$ C, 4時間)。

定量法 本品を粉末とした後、乾燥し、その約10gを精密に量り、水50mL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30mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて正確に100mLとする。

この液につき、旋光度測定法により20 \pm 1 $^{\circ}$ C、層長100mmで旋光度 α_D を測定し、以下の式によりシヨ糖の含量を求める。

$$\text{シヨ糖含量 (\%)} = \frac{\alpha}{66.5} \times 100$$

α : 偏光面を回転した角度。

W : 試料の量 (g) \times 1/100

66.5 : シヨ糖の比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$

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

本品はヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910（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、ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910 由来のメトキシ基（ $-OCH_3$: 31.03）17.0～19.0%、ヒドロキシプロコキシ基（ $-OC_3H_6OH$: 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 1.5g に熱湯 100mL を加え、かき混ぜながら室温に冷却し、ろ過し、ろ液 5mL にアントロン試液 8mL 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 0.1g をろつぽにとり、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 1mL 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 50mL とし、ろ過する。ろ液 2mL に L-アスコルビン酸溶液（1→10）1mL 及びジアンチピリルメタン試液 2mL を加えるとき、液は黄色～黄赤色を呈する。

（3）本品 0.05g にジエチルエーテル 2mL 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 2mL、塩化バリウム試液 1mL 及びリンモリブデン酸 *n* 水和物溶液（1→10）1mL 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（1g, 105℃, 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：5mL 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 20mm、首部までの高さが 50mm、高さ約 30mm までの容積が 2mL で、栓は耐熱性樹脂製、内径又はシールはフッ素樹脂製のもの。

加熱器：厚さ 60～80mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6mm、深さ 32mm 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) 操作法

本品を乾燥し、その約 0.032g を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 0.065g、内標準溶液 1.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL 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℃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 10mg 以下のものの上層を試料溶液とする。別にアジピン酸 0.065g、内標準溶液 1.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL 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 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 23 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 (1) とする。試料溶液及び標準溶液 (1) 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、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 2mg 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 (%)

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

ヒドロキシプロコキシ基 ($C_3H_7O_2$) の量 (%)

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

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 (%)

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

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 \rightarrow 50)

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 3m 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てんする。

カラム温度：100℃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) 2μL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0.1g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1g、水2mL及び硫酸2mL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) 20mL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100mLとし、試料溶液とする。別にチタン標準原液10mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、チタン標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り、薄めた硫酸(1→2) 10mL、薄めたリン酸(1→2) 10mL及び水50mLを加えた後、更に過酸化水素試液5mLを加え、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400nm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(TiO₂)の量(%)

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

1.668：酸化チタン(TiO₂)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1,2,6-ヘキサントリオールの条を次のように改める。

100038

1, 2, 6-ヘキサントリオール

1,2,6-Hexanetriol

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、1,2,6-ヘキサントリオール($C_6H_{14}O_3$)95.0%以上を含む。

性状 本品は無色～淡黄色澄明の粘稠な液で、わずかに特異なおいがある。

本品は水、メタノール、エタノール(99.5)又はアセトンと混和する。

本品は、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1mL にオキシシ・バナジウム試液 2mL を加え、よく振り混ぜた後、80℃の水浴中で5分間加熱するとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 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 3390cm^{-1} ～ 3320cm^{-1} 、 2940cm^{-1} 、 1458cm^{-1} 及び 1057cm^{-1} 付近に吸収を認める。

屈折率 n_D^{25} : 1.470～1.485

比重 d_{20}^{20} : 1.096～1.114 (第1法)

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5g をエタノール(99.5)に溶かし、10mL とするとき、液は澄明で、その液の色は色の比較液Cより濃くない。

(2) 塩化物 本品 1.0g をとり、試験を行う。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.30mL を加える(0.011%以下)。

(3) 硫酸塩 本品 2.0g をとり、試験を行う。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.40mL を加える(0.010%以下)。

(4) 重金属 本品 2.0g 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(10ppm以下)。

水分 1.0%以下(2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.05%以下(10g)。

定量法 本品約 0.25g を精密に量り、以下油脂試験法の水酸基価を準用する。

0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1mL = 22.36mg $C_6H_{14}O_3$

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ポリオキシエチレンセチルエーテルの条を次のように改める。

008806

ポリオキシエチレンセチルエーテル

Polyoxyethylene Cetyl Ether

本品はセタノールに酸化エチレンを付加重合して得られ、酸化エチレンの平均付加モル数は2, 5.5, 7, 10, 15, 20, 23, 25, 30及び40である。

性状 本品は白色～微黄色のワセリンよう又はろう状の物質である。

本品はエタノール(99.5)に極めて溶けやすいものからやや溶けやすいものがあり、水にやや溶けにくいものからほとんど溶けないものがある。

確認試験

(1) 本品0.5gに水10mL及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液5mLを加えてよく振り混ぜ、更にクロロホルム5mLを加え、振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層は青色を呈する。

(2) 本品0.5gに水10mLを加えて振り混ぜ、臭素試液5滴を加えるとき、試液の色は消えない。

酸価 3以下。

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) 酸化エチレン 本品約25g(W_1)を精密に量り、共栓瓶に入れ、濃モルホリン試液50mLを加え、密栓して振り混ぜ、必要ならば加温して溶かし、30℃で一夜放置する。この液に無水酢酸20mLを加えて振り混ぜた後、15分間室温に放置し、試料溶液とする。試料溶液を0.1mol/L塩酸・メタノール液で滴定し、その消費量をA mLとする。同様の方法で空試験を行い、0.1mol/L塩酸・メタノール液の消費量をB mLとする。別に本品約25g(W_2)を精密に量り、メタノール50mLを加え、必要ならば加温して溶かす。この液を0.1mol/L塩酸・メタノール液で滴定し、その消費量をC mLとする(電位差滴定法)。酸化エチレンの量は0.02%以下である。

$$\text{酸化エチレン (C}_2\text{H}_4\text{O) の量 (\%)} = 0.441 \times f \times \left(\frac{A-B}{W_1} - \frac{C}{W_2} \right)$$

$f=0.1\text{mol/L}$ 塩酸・メタノール液のファクター

乾燥減量 3.0%以下(5g, 105℃, 1時間)。

強熱残分 0.20%以下(1g)。

貯法 容器 気密容器。

投与経路 一般外用剤, 直腸腔尿道適用。

医薬品添加物各条の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 0.2g にリン酸 1.5mL を加えて加熱する。発生するガスを水 1mL、ペント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 3450cm^{-1} 、 2890cm^{-1} 、 1468cm^{-1} 、 1345cm^{-1} 及び 1113cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

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

（2）酸 本品 5.0g に中和エタノール 20mL 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 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20mL を加えるとき、液の色は淡赤色である。

（3）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）。

（4）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）。

（5）エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0g をメタノールに加温して溶かし、正確に 20mL 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 25mg ずつを精密に量り、メタノールに加温して溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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.

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

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

W_a : ガスクロマトグラフィー用エチレングリコールの秤取量 (mg)

W_b : ガスクロマトグラフィー用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 2mm, 長さ 2.5m 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°C 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 42g をとり, 新たに蒸留したピリジン 300mL を正確に量って入れた 1L 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 25mL を正確に量り, 約 200mL の耐圧共栓瓶に入れ, これに本品約 25g 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°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°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 0.5mol/L 水酸化ナトリウム液 50mL 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, 0.5mol/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 0.5mol/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 0.5mol/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 (5g, 容量滴定法, 直接滴定).

強熱残分 0.3%以下 (3g).

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メタクリル酸コポリマーLDの条を次のように改める。

108617

メタクリル酸コポリマー LD

Methacrylic Acid Copolymer LD

本品はメタクリル酸とアクリル酸エチルの、ポリソルベート 80（日局）及びラウリル硫酸ナトリウム（日局）水溶液中で得られた共重合体の乳濁液である。

本品は定量するとき、メタクリル酸（ $C_4H_6O_2$ ：86.09）11.5～15.5%を含む。

性状 本品は白色の乳濁液で、特異なおいがあり、わずかに酸味がある。

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

本品は水に均等に分散する。

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 0.5mL に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 10g 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 $2980cm^{-1}$ 、 $1735cm^{-1}$ 、 $1700cm^{-1}$ 、 $1470cm^{-1}$ 、 $1448cm^{-1}$ 、 $1385cm^{-1}$ 及び $1180cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

（3）本品 5mL に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。

粘度 3～15mm²/s（第1法，20℃）。

pH 2.1～3.1

比重 d_{20}^{20} ：1.055～1.080

純度試験

（1）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）。

（2）ヒ素 本品 2.0g をとり、第3法により検液を調製し、試験を行う（1ppm 以下）。

（3）アクリル酸エチル 本品 1.0g を精密に量り、アセトン 8mL を加え、振り混ぜて溶かした後、アセトンを加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にアクリル酸エチル 0.01g を精密に量り、アセトンに溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1μL 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とき、試料溶液から得たアクリル酸エチルのピーク高さは標準溶液から得たアクリル酸エチルのピーク高さ以下である。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm, 長さ 2m のガラス管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 をシラン処理した 180~300 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20% の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：70℃付近の一定温度

キャリアーガス及び流量：窒素, アクリル酸エチルの保持時間が約 3.5 分になる一定流量

検出感度：標準溶液から得たアクリル酸エチルのピーク高さが約 2cm になるように調整する。

蒸発蒸留物 本品約 1g を精密に量り, 水浴上で蒸発乾固した後, 残留物を 105℃で 4 時間乾燥するとき, 残留物の量は 27.0~33.0% である。

強熱残分 0.10% 以下 (2g)。

定量法 本品約 1g を精密に量り, エタノール (95) 20mL を加え, 加温して溶かし, 冷後, 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 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 = 8.609mg $C_4H_6O_2$

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モノステアリン酸ソルビタンの条を次のように改める。

102129

モノステアリン酸ソルビタン

Sorbitan Monostearate

ソルビタンモノステアレート

本品は無水ソルビトールの水酸基をステアリン酸でエステル化したモノステアレートである。

性状 本品は白色～淡褐色のろうよの塊、薄片又は粉末で、わずかに特異なおい及び味がある。

本品は温エタノール（95）に溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、エタノール（95）に極めて溶けにくく、水又はメタノールにほとんど溶けない。

確認試験

（1）本品 0.5g にエタノール（95）5mL 及び希硫酸 5mL を加え、水浴上で 30 分間加熱する。これを冷却するとき、白色～黄白色の固体を析出する。この固体を分離して除いた液 2mL をとり、新たに製したカテコール溶液（1→10）2mL を加えて振り混ぜ、更に硫酸 5mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤色～赤褐色を呈する。

（2）（1）で得た固体にジエチルエーテル 5mL を加えて振り混ぜるとき、溶ける。

酸価 13.0 以下。

本品約 10g を精密に量り、エタノール 100mL を加え加温して溶かし、フェノールフタレイン試液数滴を加え、0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で 30 秒間持続する赤色を呈するまで滴定する。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。使用するエタノールには、使用前にフェノールフタレイン試液を指示薬として、30 秒間持続する淡赤色を呈するまで 0.1mol/L 水酸化カリウム液を加える。

$$\text{酸価} = \frac{0.1\text{mol/L水酸化カリウム・エタノール液の消費量} \times 5.611}{\text{試料の量 (g)}}$$

けん化価 145～156

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）。

水分 2.0%以下（1g、直接滴定）。

強熱残分 0.5%以下（2g）。

貯法 容器 気密容器。

投与経路 一般外用剤、舌下適用、直腸膣尿道適用、歯科外用及び口中用。

医薬品添加物各条のレモン油の条を次のように改める。

103826

レモン油

Lemon Oil

本品はレモン *Citrus medica* Linné 及び *Citrus limon* (L.) Burm.f. (*Rutaceae*) の新鮮な果皮を圧搾して得た精油である。

性状 本品は淡黄色の液で、特異なおいがあり、味はやや苦い。

本品 1mL はエタノール (95) 12mL に澄明又はほとんど澄明に溶ける。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +52~+77°

比重 d_{20}^{20} : 0.845~0.867

純度試験

(1) 変敗 本品はテレピン油ようのにおいが無い。

(2) 重金属 本品 1.0mL 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 4.0mL を加える (40ppm 以下)。

貯法 保存条件 なるべく全満して保存する。

容 器 気密容器。

投与経路 経口投与。