

「医薬部外品原料規格 2006 について」（平成 18 年 3 月 31 日付け薬食発第 0331030 号厚生労働省医薬食品局長通知）の一部を次のように改正する。

一般試験法の部 8. 液体クロマトグラフ法の条を次のように改める。

## 8. 液体クロマトグラフィー

液体クロマトグラフィーとは、固定相として適当な液体クロマトグラフィー用充てん剤を詰めたカラム中に、移動相として液体を流すことにより、混合物をそれぞれの成分に分離する方法であり、液体試料又は溶媒に可溶性成分に適用でき、確認試験、純度試験及び定量などに用いる。本法は、分離の方法として主として分配クロマトグラフィー、吸着クロマトグラフィー、イオン交換クロマトグラフィー、分子排除クロマトグラフィーが用いられる。イオン交換クロマトグラフィーには専ら陽イオン種、陰イオン種の分析に用いられるイオンクロマトグラフィーを含む。

与えられたカラムに注入された混合物は、各成分に固有の比率  $k$  で、移動相と固定相に分布する。

$$k = \frac{\text{固定相に存在する量}}{\text{移動相に存在する量}}$$

この比率  $k$  は、液体クロマトグラフィーでは質量分布比  $k'$  などと呼ばれる。この比率  $k$  と移動相のカラム通過時間  $t_0$  ( $k=0$  の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間) 及び保持時間  $t_R$  (測定試料の注入時からピークの頂点までの時間) との間には次の関係があるので、同一条件では、保持時間は物質に固有の値となる。

$$t_R = (1+k) \times t_0$$

### 装 置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入部、カラム、検出器及び記録装置からなり、必要に応じて移動相組成制御装置、カラム恒温槽を用いる。分離後に特定成分を誘導体化するポストカラム法では、更に、反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽を用いる。また、イオン交換クロマトグラフィーでは、更に、サプレッサーなどを用いる。

ポンプは、カラム及び連結チューブなどの中を一定流量で移動相を送液できるものである。試料導入部は、一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである。カラムは、一定の大きさにそろえた液体クロマトグラフィー用充てん剤を内面が平滑で不活性な金属などの管に均一に充てんしたものである。なお、充てん剤の代わりに固定相を管壁に保持させたものを用いることもできる。検出器は、通例、紫外及び可視の吸光光度計、示差屈折計、蛍光光度計、電気化学検出器、化学発光検出器、電気伝導度検出器及び質量分析計などがあり、移動相とは異なる試料の性質を検出するものであり、数  $\mu\text{g}$  以下の試料に対して、濃度に比例した信号を出すものである。検出器により得られる信号の強さは、記録装置又はデータ処理装置を用いてクロマトグラム、保持時間又は成分定量値などを記録あるいは出力させることができる。

移動相組成制御装置は、段階的制御（ステップワイズ方式）と濃度勾配制御（グラジエント方式）があり、移動相組成を制御できるものである。カラム恒温槽は、カラムを混合物それぞれの成分の分離に必要とされる一定の温度環境下に置くために用いられる。主として恒温で用いるが、昇温分析にも用いられる。反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽は、目的物の選択的あるいは高感度に検出するために、試料を分離後に特定化合物に誘導体化する。化学反応槽内には移動相と反応試薬の混合部位と反応管をもつ。反応試薬送液用ポンプ、化学反応槽内各部の接液部は耐薬品性の材質を用いる。サプレッサーは、イオン交換膜等により移動相から試料イオンとは逆の電荷を持つイオンを除去し、溶離液の電導度を低下させてイオンクロマトグラフィーの検出感度を高める装置である。

### 操 作 法

装置をあらかじめ調整した後、各条に規定する条件の検出器、カラム、移動相を用い、移動相を一定流量で流し、カラムを規定の温度で平衡にした後、各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液をマイクロシリンジ又は試料バルブを用いて試料導入部より注入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置を用いてクロマトグラムとして記録させる。

クロマトグラム上のピーク相互の保持時間とそれぞれのピーク幅との関係は、分離度  $R_s$  として次の式で定義される。分離度は、必要ならば各条に規定する。

$$R_s = \frac{2 \times (t_{R2} - t_{R1})}{1.70 \times (W_{h2} + W_{h1})}$$

$t_{R1}$ ,  $t_{R2}$ : 分離度測定に用いる二つの物質の保持時間。ただし、 $t_{R1} < t_{R2}$

$W_{h1}$ ,  $W_{h2}$ : それぞれのピーク高さの midpoint におけるピーク幅

ただし、 $t_{R1}$ ,  $t_{R2}$ ,  $W_{h1}$ ,  $W_{h2}$  は同じ単位を用いる。

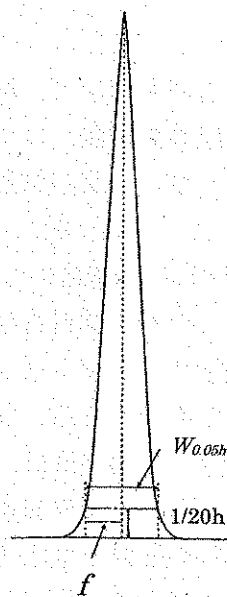
クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すシンメトリー係数  $S$  として次の式で定義される。シンメトリー係数  $S$  は、必要ならば、各条に規定する。

$$S = \frac{W_{0.05h}}{2 \times f}$$

$W_{0.05h}$ : ピークの基線からピーク高さの 1/20 の高さにおけるピーク幅

$f$ :  $W_{0.05h}$  のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したときのピークの立ち上がり側の距離

ただし、 $W_{0.05h}$  と  $f$  は同じ単位を用いる。



確認試験は、試料と標準試料の保持時間が一致すること又は試料に標準試料を添加しても保持時間が変化せずピーク幅が広がらないことで行う。

純度試験は、通例、試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法又は面積百分率法により試験を行う。試料の異性体比は面積百分率法により求める。

面積百分率法 クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める。ただし、正確な組成比を得るためには、混在物の検出感度に基づくピーク面積の補正を行う。

定量はピーク高さ又はピーク面積を用いて行う。

## 第 1 法 絶対検量線法

標準被検成分を段階的にとり、標準溶液を調製し、この一定量ずつを正確に注入する。得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク高さ又はピーク面積、横軸に標準被検成分量をとって、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。別に、各条に規定する方法で試料溶液を調製する。次に、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を用いて被検成分量を求める。

各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で液体クロマトグラフィーを行い、被検成分量を求める。この方法は全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う。必要ならば、あらかじめ標準溶液の規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムのピークを測定し、その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる。

## 第 2 法 内標準法

内標準法においては、一般に、被検成分になるべく近い保持時間を持ち、いずれのピークとも完全に分離する、安定な物質を内標準物質として選ぶ。各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する。この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量、又は内標準物質に対する標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、検量線を用いて被検成分量を求める。

各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。

## ピーク測定法

通例、データ処理装置を用いて自動積分法でピーク高さ又はピーク面積として測定する。

注意：標準被検成分、内標準物質、試験に用いる試薬・試液は測定の影響となるピークを認めないものを用いる。

各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充てん剤の粒径、カラム温度、移動相の

組成比及び流量は、規定された溶出順序、分離度、シンメトリー係数及び相対標準偏差（変動係数）が得られる範囲内で一部変更することができる。

一般試験法の部 13. ガスクロマトグラフ法の条を次のように改める。

### 13. ガスクロマトグラフィー

ガスクロマトグラフィーとは、適当な固定相を用いて作られた分離管（カラム）と、移動相として気体（キャリアーガス）を用い、試料を気体状態で展開させて、それぞれの成分の固定相に対する保持力の差を利用して分離する方法である。本法は、気体、液体又は固体試料に適用でき、確認試験、純度試験又は定量などに用いる。

#### 装 置

通例、キャリアーガス導入部及び流量制御装置、試料導入装置、カラム、カラム恒温槽、検出器及び記録装置からなる。また、高分子試料を扱う際には熱分解用試料導入装置を用いる。

キャリアーガス導入部及び流量制御装置は、キャリアーガスを一定流量でカラムに送るもので、通例、調圧弁、流量調節弁及び圧力計などで構成される。試料導入装置は、マイクロシリンジを用いて一定量の試料を正確に再現性よくキャリアーガス流路中に導入するための装置である。通例、カラムには、固定相に適当な粒度の吸着性担体又は適当な粒度の不活性担体を液相で被覆したものを中空管内に充填した分離管（パックドカラム）又は微小径の中空管の内壁に適当な固定相を塗布又は化学結合させた分離管（キャピラリーカラム）を用いる。キャピラリーカラムには、不活性な金属、ガラス又は石英などの中空構造の管が用いられる。カラム恒温槽は、必要な長さのカラムを収容できる体積があり、カラム温度を一定の温度に保つための温度制御機構を持つものである。検出器は、カラムで分離された成分を検出するもので、水素炎イオン化検出器、熱伝導度検出器、アルカリ熱イオン化検出器、炎光光度検出器、質量分析計、光イオン化検出器、電子捕獲検出器などがある。検出器によっては燃焼ガス、助燃ガス及び付加ガスなどの導入装置並びに流量制御装置を必要とするものがある。記録装置は検出器により得られる信号の強さを記録するものである。

なお、キャピラリーカラムを用いるときは試料導入装置に分割導入（スプリット）方式及び非分割導入（全量注入、スプリットレス）方式がある。気体試料を扱う際にはヘッドスペース用試料導入装置、濃縮再加熱導入装置等も用いる。

#### 操 作 法

別に規定するもののほか、次の方法により、装置をあらかじめ調整した後、各条に規定する操作条件の検出器、カラム及びキャリアーガスを用い、キャリアーガスを一定流量で流し、カラムを規定の温度で平衡にした後、各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を試料導入装置を用いて系内に注入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置を用いてクロマトグラムとして記録する。

#### 確認試験及び純度試験

確認試験は、試料の被検成分と標準被検成分の保持時間が一致すること又は試料に標準被検成分を添加しても、試料の被検成分のピークの形状が崩れないことによって確認を行う。

純度試験は、通例、試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法又は面積百分率法により試験を行う。別に規定するもののほか、試料の異性体比は面積百分率法により求める。面積百分率法は、クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を100とし、それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める。(注1)

#### 定量法

通例、内標準法によるが、適当な内標準物質が得られない場合は絶対検量線法による。定量結果に対して被検成分以外の成分の影響が無視できない場合は標準添加法による。

(1) 内標準法 内標準法においては、一般に、被検成分になるべく近い保持時間を持ち、いずれのピークとも完全に分離する安定な物質を内標準物質として選ぶ。原料各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検試料を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する。この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量又は内標準物質質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。

次に、各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録し、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、検量線を用いて被検成分量を求める。

各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で測定を行い被検成分量を求める。(注2)

(2) 絶対検量線法 標準被検試料を段階的にとり、標準溶液を調製し、この一定量ずつを正確に再現性よく注入する。得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ、横軸に標準被検成分量をとる、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に、各条に規定する方法で試料溶液を調製する。次に検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録し、被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し、検量線を用いて被検成分量を求める。

各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で測定を行い被検成分量を求める。この方法は、全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う。(注3)

(3) 標準添加法 試料溶液から4個以上の一定量の液を正確にとる。このうちの1個を除き、採取した液に、被検成分の標準溶液を被検成分の濃度が段階的に異なるように正確に加える。これらの液及び先に除いた1個の液をそれぞれ正確に一定量に希釈し、それぞれ試料溶液とする。この液の一定量ずつを正確に再現性よく注入して得られたクロマトグラムから、それぞれのピーク面積又はピーク高さを求める。それぞれの試料溶液に、加えられた被検成分の濃度を算出し、横軸に標準溶液の添加による被検成分の増加量、縦軸に面積又は高さをとる、グラフにそれぞれの値をプロットし、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原

点との距離から被検成分量を求める。なお、内標準物質を加えて、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求めて、同様に操作して被検成分量を求める方法もある。(注4)

(4) 面積百分率法 クロマトグラムから得られた各成分のピーク面積の総和を100とし、それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める。ただし、正確な定量値を得るためには、検出器の感度に基づく各成分のピーク面積の補正を行う必要がある。また、各条には計算対象となるピークの溶出時間帯、最小面積等を記載することが望ましい。

#### ピーク測定法

通例、データ処理装置を用いて自動積分法でピーク高さ又はピーク面積として測定する。

注意：標準被検試料、内標準物質、試験に用いる試薬・試液は測定妨げとなる物質を含まないものを用いる。

なお、各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充てん剤の粒径、固定相の濃度、カラム温度、キャリアーガスの流量は、規定された流出順序、分離度、シンメトリー係数(注5)及び相対標準偏差(変動係数)が得られる範囲内で一部変更することができる。またヘッドスペース用試料導入装置及びその操作条件は、規定の方法以上の精度が得られる範囲内で変更することができる。

(注1) 正確な組成比を得るためには、混在物の検出感度に基づくピーク面積の補正を行うとよい。また、算定対象となるクロマトグラム上のピークの要件(保持時間、最小ピーク面積、検出感度等)の詳細を各条に記載することが望ましい。

(注2) 通例、標準溶液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、その相対標準偏差(変動係数)を求めて再現性を確かめることが望ましい。

(注3) 通例、標準溶液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積又はピーク高さを求め、その相対標準偏差(変動係数)を求めて再現性を確かめることが望ましい。

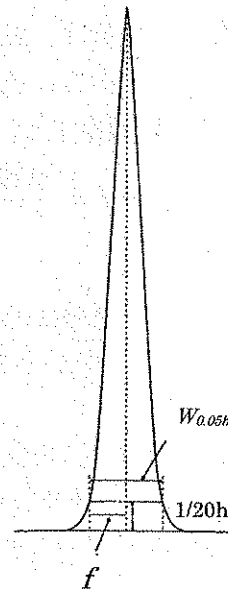
(注4) 通例、標準溶液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積又はピーク高さあるいはそれらの内標準物質との比を求め、その相対標準偏差(変動係数)を求めて再現性を確かめることが望ましい。なお、本法は、絶対検量線法あるいは内標準法で被検成分の検量線を作成するとき、検量線が、原点を通る直線であるときに正確な値が得られる。また、全測定操作を厳密に一定の条件に保って行うことが望ましい。

(注5) クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すもので、シンメトリー係数  $S$  として次の式で定義される。

$$S = \frac{W_{0.05h}}{2 \times f}$$

$W_{0.05h}$ : ピークの基線からピーク高さの 1/20 の高さにおけるピーク幅

$f$ :  $W_{0.05h}$  のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したときのピークの立ち上がり側の距離. ただし,  $W_{0.05h}$  と  $f$  は同じ単位を用いる.



一般試験法の部 5 4. 薄層クロマトグラフ法の条を次のように改める。

#### 5 4. 薄層クロマトグラフィー

薄層クロマトグラフィーとは、適当な固定相で作られた薄層を用い、混合物を移動相（展開溶媒）で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認試験、純度試験又は定量などに用いる。

##### 薄層の種類

一般に、固定相はシリカゲルを用いるが、このほかアルミナ、セルロース、ケイソウ土、ケイ酸マグネシウム、ポリアミド、オクタデシルシリル化シリカゲルなども使用される。更にこれらに蛍光指示薬を混入させて使用することもある。支持体には、通常ガラスが用いられるが、適当なプラスチックを用いることもできる。

薄層板は湿気を避けて保存する。活性が低下した場合には、105～120℃の間の一定温度で1時間程度加熱、乾燥した後、乾燥剤を入れた気密容器内で冷却して使用する。

##### 操作法

別に規定するもののほか、あらかじめ展開用容器の内壁に沿ってろ紙を巻き、ろ紙を展開溶媒で潤し、更に展開溶媒を約 10mm の深さに入れ、展開用容器を密閉し、常温で約 1 時間放置しておく。

薄層板の下端から約 20mm の高さの位置を原線とし、左右両側から少なくとも 10mm 以上離し、原線上に各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を、マイクロピペットまたは毛細管などを用いて、約 10mm 以上の適当な間隔でできるだけ小さな円形状（直径 2～6 mm）にスポットし、風乾する。試料及び標準物質の溶媒には対象成分が溶解でき、かつ揮発性が高い溶媒が望ましい。先の展開用容器に、試料等をスポットした薄層を器壁に触れないよう

に入れ、容器を密閉し、常温で展開を行う。

展開溶媒の先端が原線から 100mm の距離まで上昇したとき、薄層板を取り出し、直ちに溶媒の先端の位置に印を付け、風乾する。各条に規定する方法によって、それぞれのスポットの位置及び色などを調べる。色を調べる場合には、自然光下で、必要ならば、紫外線（主波長 254nm）下で比較観察する。物質の移動比  $Rf$  値又は  $Rs$  値は次の式によって求める。

$$Rf = \frac{\text{原線からスポットの中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$

$$Rs = \frac{\text{原線から試料溶液のスポットの中心まで距離}}{\text{原線から標準溶液のスポットの中心までの距離}}$$

#### 確認試験

別に規定するもののほか、物質の確認は、 $Rf$  値の場合には、同時に展開した標準物質と試料のスポットの  $Rf$  値の一致及び色調の一致により行い、 $Rs$  値の場合には、同時に展開した標準物質と試料のスポットから求めた  $Rs$  値と各条の  $Rs$  値との一致及び色調の一致により行う。

#### 定 量

展開後分離した物質を薄層とともに薄層板からかきとり、適当な溶媒で抽出した後、吸光度測定法などの適当な方法で定量する。あるいは、かきとらずにスポットの面積の比較、又はデンストメーターなどを利用してスポットの強さを比較し定量する。各条において、スポットを適当な方法で呈色した後、比較する場合には、できるだけ均一に指示薬を塗布して、塗りむらがないように注意する。

一般試験法の部 5 7. 比旋光度測定法の条を次のように改める。

### 5 7. 旋光度測定法

旋光度測定法とは、試料の旋光度を旋光計によって測定する方法である。

旋光度は、光学的活性物質又はその溶液が偏光面を回転する角度である。旋光度は旋光度の能力を示す量であり、溶液の濃度と層長とに比例し、また、温度と波長との影響をうける。旋光の性質は、偏光の進行方向に向きあって、偏光面を右に回転するものを右旋性、左に回転するものを左旋性とし、偏光面を回転する角度を示す数字の前に、それぞれ、記号+又は-をつけて示す。例えば、 $+20^\circ$  は右に  $20^\circ$ 、 $-20^\circ$  は左に  $20^\circ$  回転することを意味する。

旋光度  $\alpha_x^t$  とは、特定の単色光 X（波長又は名称で記載する）を用い、温度  $t^\circ\text{C}$  で測定したときの旋光度を意味し、その測定は、別に規定するもののほか、温度は  $20^\circ\text{C}$ 、層長は 100mm、光線はナトリウムスペクトルの D 線で行う。

旋光度は、 $[\alpha]_x^t$  で表し、次の式で計算される。



$$[\alpha]_x^t = \frac{100\alpha}{l \times c}$$

$t$  : 測定時の温度

$x$  : 用いたスペクトルの特定の単色光の波長又は名称 (ナトリウムスペクトルの D 線を用いたときは, D と記載する.)

$\alpha$  : 偏光面を回転した角度

$l$  : 試料の層長, すなわち, 測定に用いた測定管の長さ (mm)

$c$  : 試料溶液 1 mL 中に存在する試料の g 数, 試料が液状の場合でそのまま用いたときは, その比重

## 操 作 法

別に規定するもののほか, 光線は, ナトリウムスペクトルの D 線を用い, 温度 20°C で旋光計を用いて測定する.

各条で, 例えば,  $[\alpha]_D^{20} : +52.2 \sim +52.5^\circ$  (乾燥後, 10g, アンモニア試液 0.2mL 及び水 100mL, 200mm) とは, 本品を乾燥減量の項で規定する条件で乾燥し, その約 10g を精密に量り, アンモニア試液 0.2mL 及び水を加えて溶かし, 正確に 100mL とし, この液について層長 200mm で測定するとき, 旋光度が  $+52.2 \sim +52.5^\circ$  であることを示す.

一般試験法の部 6 1. フッ素試験法の条第 2 法 (イオン電極法) の項を次のように改める.

## 6 1. フッ素試験法

### 第 2 法 (イオン電極法)

#### 装 置

フッ素イオン電極と高入力抵抗電圧計 (0.1mV 単位まで読みとり可能なもの) からなる.

#### 操作方法

(1) フッ素標準溶液の調製 フッ素標準原液を各条で規定する操作に従い処理し, 規定の緩衝液で希釈して複数の濃度水準のフッ素標準溶液とする.

(2) 試料溶液の調製 試料を各条の規定する方法に従い処理し, 各条の規定する緩衝液で希釈し試料溶液とする.

(3) 定量操作 フッ素標準溶液 20mL ずつをそれぞれのプラスチック製ビーカーに量り, 気泡が混入しないようにかき混ぜながら, 電極を浸し, 電位を読みとる. この操作を数回行い, 各濃度での電位が安定したら, その電位を最終値とする. 片対数方眼紙の対数軸にフッ素濃度 (ppm) をとり, 均等軸に電位をとり, フッ素標準溶液のそれぞれの濃度と読みとった電位とをプロットし, 検量線を作成する. 検量線は使用の都度作成する.

試料溶液 20mL について, 電極を浸し, 気泡が混入しないようにかき混ぜながら, 電位が安定した時点で読みとり, 検量線から試料溶液のフッ素濃度を求める.

一般試験法の部 70. 融点測定法の条第 4 法の項の次に次の一項を加える。

## 70. 融点測定法

### 第 5 法

試料を注意しながらできるだけ低温で融解し、これを泡が入らないように注意しながら両端の開いた長さ約 120mm の毛細管中に吸い上げ、約 10mm の高さとする。毛細管から試料が流出しないように保ち、毛細管を少し傾げるか、もしくは加温して上昇させて試料をずらした後に小炎で毛細管の一端を封じた後、試料を封じた一端にもどす（固化してしまう試料は適度に加温して一端に戻す）。10℃以下で 24 時間放置するか、又は少なくとも 2 時間以上氷冷した後、試料の位置が水銀球の中央外側にくるようにゴム輪で温度計（浸線付き又は全没式）に取付け、水を入れた 250mL のビーカーに入れ、試料の上端を水面下 10mm の位置に保つ。水を絶えずかき混ぜながら加温し、予想した融点より 5℃低い温度に達したとき、1 分間に 1℃上がるように加温を続ける。試料が透明になり濁りを認めなくなったときの温度を融点とする。

一般試験法の部 79. 試薬・試液の条エタノールの項を次のように改める。  
エタノール エタノール(95)を見よ。

一般試験法の部 79. 試薬・試液の条エタノールの項の次に次の一項を加える。  
エタノール (95)  $C_2H_5OH$  [K8102, エチルアルコール, 特級]

一般試験法の部 79. 試薬・試液の条クリスタルバイオレットの項の次に次の一項を加える。  
クリスタルバイオレット・酢酸(100)試液 クリスタルバイオレット 50mg を酢酸(100)100mL に溶かす。

一般試験法の部 79. 試薬・試液の条クリスタルバイオレット・氷酢酸試液の項を次のように改める。  
クリスタルバイオレット・氷酢酸試液 クリスタルバイオレット・酢酸(100)試液を見よ。

一般試験法の部 79. 試薬・試液の条コンゴレッド試液の項の次に次の一項を加える。  
酢酸 (100)  $CH_3COOH$  [K8355, 酢酸, 特級]

一般試験法の部79. 試薬・試液の条酢酸, 氷の項を次のように改める。  
酢酸, 氷 酢酸 (100) を見よ.

一般試験法の部79. 試薬・試液の条重クロム酸カリウムの項を次のように改める。  
重クロム酸カリウム 二クロム酸カリウムを見よ.

一般試験法の部79. 試薬・試液の条重クロム酸カリウム試液の項を次のように改める。  
重クロム酸カリウム試液 二クロム酸カリウム試液を見よ.

一般試験法の部79. 試薬・試液の条硝酸二アンモニウムセリウム (IV) の項の次に次の二項を加える。

硝酸パラジウム  $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$  [K9069:1957]

硝酸パラジウム試液 硝酸パラジウム 0.108g に硝酸 (1→2) 10mL を加え, 水を加えて正確に 500mL とする. この溶液 20mL を正確にとり, 水を加えて正確に 200mL とする.

一般試験法の部79. 試薬・試液の条鉛試験法用クエン酸アンモニウム試液の項の次に次の二項を加える。

二クロム酸カリウム  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  [K8517, 二クロム酸カリウム, 特級]

二クロム酸カリウム試液 二クロム酸カリウム 7.5g に水を加えて溶かし, 100mL とする.

一般試験法の部79. 試薬・試液の条レゾルシン試液の項の次に次の一項を加える。  
ろ紙繊維 無灰ろ紙を細かくちぎり, 小型の三角フラスコに入れ, 水を少量加えて栓をし, 激しく振り混ぜるか,あるいは加熱,沸騰させてかゆ状にする. 一回の使用量はろ紙 (5種A, 15cm) 1枚の4分の1程度.

