

- 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)

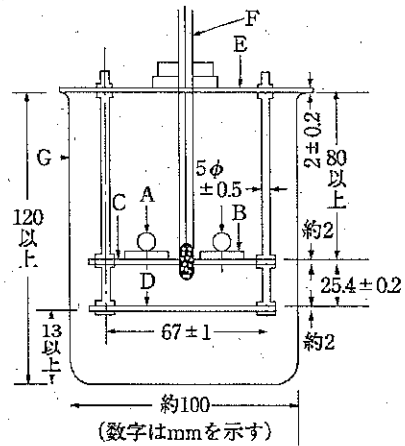


図1

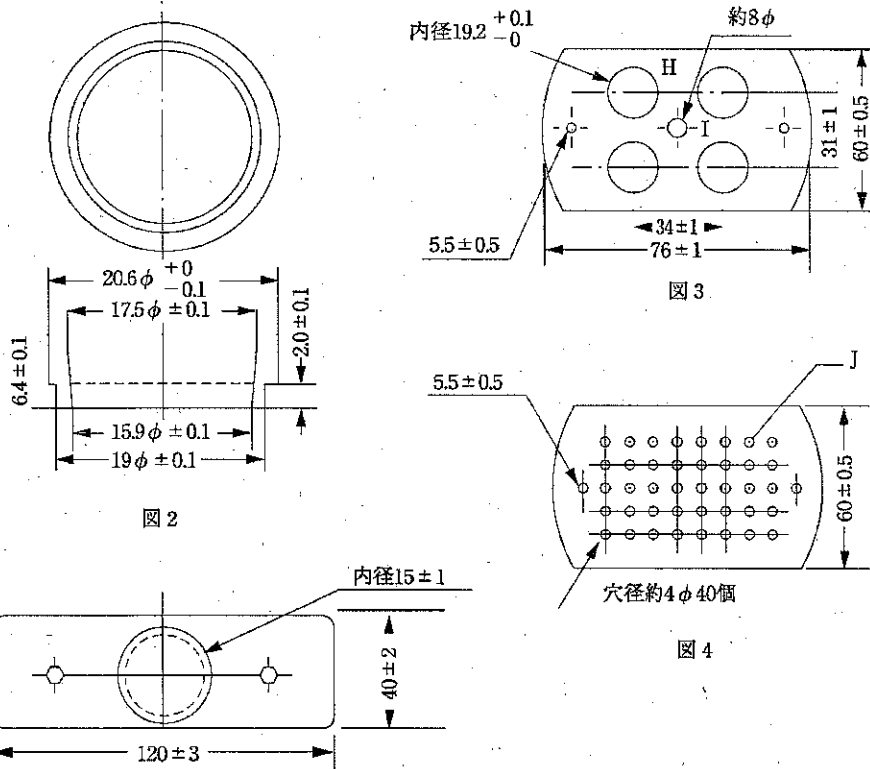


図2

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 ± 0.5 °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。

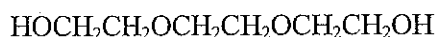
投与経路 一般外用剤、経口投与。

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 を加えるとき、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 (2g, 直接滴定)。

強熱残分 0.10% 以下 (1g)。

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 (1 g, 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_D 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 (-OC₃H₆OH : 75.09) 4.0～7.5% を含むほか、酸化チタン (TiO₂ : 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 をろつばにとり、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 ±1°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 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2$) 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, 薄めたリン酸 (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 ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$) 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 ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}$) 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、スチレンようなおいを発する。

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（C₂H₆O）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（C₈H₁₀O）0.1575～0.1925 w/v% を含む。

性状 本品は無色澄明の液で、特異なにおいがある。

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、スチレンようなにおいを発する。

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 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 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 のフェ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 μm 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 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。

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，カラメルのにおいを発して，かさ高い炭化物となる。

（2）本品 0.1 g 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 及びフェーリング試液 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 $^{\circ}$ C，2時間）。

粉末度試験 本品 5.0 g をとり，100号（150 μ m）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 0.2 g 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} , $1200\text{ cm}^{-1} \sim 1000\text{ cm}^{-1}$ 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 $6.0 \sim 8.0$ 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。

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、 $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_m(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_n\text{H}$ 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1.5 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°C

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，

エチレンオキシドの平均付加モル数は約35である。

性状 本品は微黄色～黄色の粘稠性の液若しくはワセリン様又はろう様の物質で、わずかに特異なにおいがある。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール(95)と混和する。

確認試験

(1) 本品を必要ならば加温して融解し、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により試験を行い、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0.1gに希水酸化カリウム・エタノール試液10mLを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水5mLを加えて溶かし、酢酸(100)を滴加するとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品0.5gに水10mLを加え、加温して溶かし、冷後、臭素試液5滴を加えるとき、試液の色は消える。

粘度 650～850 mPa·s (第1法, 25℃)。

比重 d_{25}^{25} : 1.05～1.06

酸価 2.0以下。

けん化価 60～75

水酸基価 65～80

ヨウ素価 25～35

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) **エチレンオキシド及び1,4-ジオキサン** 本品約1gを精密に量り、バイアルに入れ、水1mLを正確に加え、直ちに密栓する。バイアルを振り混ぜて内容物を均一化し、70℃で45分間加温した後、内容物を試料溶液とする。別に0.1mg/mLエチレンオキシド標準液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、エチレンオキシド原液(2μg/mL)とする。また、1,4-ジオキサン1.00gを正確に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、1,4-ジオキサン原液(0.1mg/mL)とする。本品約1gを精密に量り、バイアルに入れ、エチレンオキシド原液(2μg/mL)及び1,4-ジオキサン原液(0.1mg/mL)0.5mLずつを正確に加え、直ちに密栓する。バイアルを振り混ぜて内容物を均一化し、70℃で45分間加温した後、内容物を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれのバイアル内の気相部分のガス1mL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、それぞれの液のエチレンオキシドのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 、並びに1,4-ジオキサンのピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。次式によりエチレンオキシド及び