

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% (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部カラギーナンの条を次のように改める。

109190

カラギーナン

Carrageenan

本品は紅藻類 (*Phodophyceae*) から抽出し, 精製した炭水化物である。本品は主としてガラクトース及びその硫酸エステルナトリウム塩, カルシウム塩からなる。

性状 本品は白色～淡黄褐色の粉末で, におい及び味はない。

本品は温湯に溶けやすく, 水にやや溶けにくく, エタノール (99.5), アセトン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 1 g を温湯 100 mL に溶かし, 室温まで冷却し, これを試料溶液とする。試料溶液 5 mL にアントロン試液 1 mL を穏やかに加えるとき, 接界面は青色～緑色を呈する。

(2) (1) の試料溶液 25 mL に水 25 mL を加えてよくかき混ぜ, 水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 10 mL を加え, 水浴上で 1 時間加熱する。冷後, 希塩酸を加えて中和した後, 塩化バリウム試液 10 mL を加え, 加熱して放冷するとき, 白色の沈殿を生じる。

pH 本品 1.0 g を少量ずつ温湯 100 mL にかき混ぜながら溶かし, 冷却した液の pH は 7.5～10.5 である。

純度試験

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

(2) ヒ素 本品 2.5 g に硝酸 20 mL を徐々に加えた後, 流動状となるまで弱く加熱する。冷後, 硫酸 5 mL を加え, 褐色の煙が発生しなくなるまで加熱する。冷後, 時々, 硝酸 5 mL ずつを追加して液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後, シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え, 白煙が発生するまで加熱する。冷後, 水を加

えて 25 mL とする。この液 10 mL を検液とし、試験を行うとき、次の標準色より濃くない (2 ppm 以下)。

標準色：本品を用いないで同様に操作した後、この液 10 mL を発生瓶に入れ、ヒ素標準液 2 mL を正確に加え、以下検液の試験と同様に操作する。

乾燥減量 6.0～11.5% (1g, 105°C, 2時間)。

強熱残分 15.5～42.0% (1g, 乾燥物換算)。

貯法 容器 気密容器。

投与経路 経口投与, その他の内用, 一般外用剤。

医薬品添加物各条の部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 0.01 g に水 1 mL 及びアントロン試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は緑色を呈し、徐々に暗緑色に変わる。

(2) 本品 0.01 g 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°C 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 1 g を希水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし、硫酸銅(II)試液 1 mL 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 1 g にメタノール/ジクロロメタン混液 (1 : 1) 50 mL を加えて振り混ぜて溶かし、その 0.5 mL 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 2980 cm^{-1} , 2880 cm^{-1} ;

1760 cm^{-1} 及び 1112 cm^{-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 90.0 g 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 1.0 g にメタノール/ジクロロメタン混液 (1:1) 10 mL 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: 0.005 mol/L 硫酸 2.0 mL に希塩酸 1 mL, 水 45 mL 及び塩化バリウム試液 2 mL 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 1.0 g に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 40 mL 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 20 mL 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 20 mL 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 200 mL とし、ろ過する。ろ液 50 mL をとり試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL, 希硝酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.071% 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g に熱湯 30 mL を加えてよくかき混ぜ、水浴上で 10 分間加熱した後、熱時傾斜してろ過し、残留物を熱湯でよく洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 40 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.096% 以下)。

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

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、磁製るつぼに入れ、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) 10 mL 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 3 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とし、試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 5.0% 以下 (1 g, 105°C , 1 時間)。

強熱残分 0.5% 以下 (1 g)。

定量法

(1) カルボキシメチル基 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、正確に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を加えて溶かし、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/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。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 5.904 mg $C_2H_3O_2$

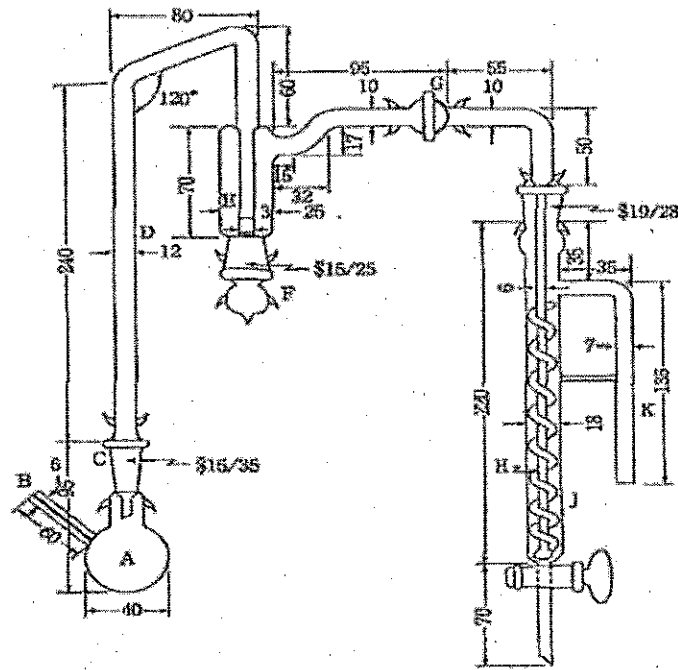
(2) エトキシ基 本品を乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。

(i) 洗浄液 赤リン 1 g を水 100 mL に懸濁させる。

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

(iii) 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 20 mL を入れる。本品を乾燥し、その約 25 mg 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 6 mL 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) 10 mL を入れた 500 mL 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 200 mL 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 1 mL を加える。次にヨウ化カリウム 3 g 及び希硫酸 15 mL 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 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.7510 mg C_2H_5O



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

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キサンタンガムの条を次のように改める。

109058

キサンタンガム

Xanthan Gum

本品は炭水化物をキサントモナス属菌 *Xanthomonas Campestris* を用いて発酵させ、精製した後、乾燥し、粉碎したもので、主としてD-グルコース、D-マンノース、D-グルクロン酸のナトリウム、カリウム及びカルシウム塩からなる多糖類である。

性状 本品は帯黄白色～淡黄褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品は水又は熱湯に溶けやすく、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

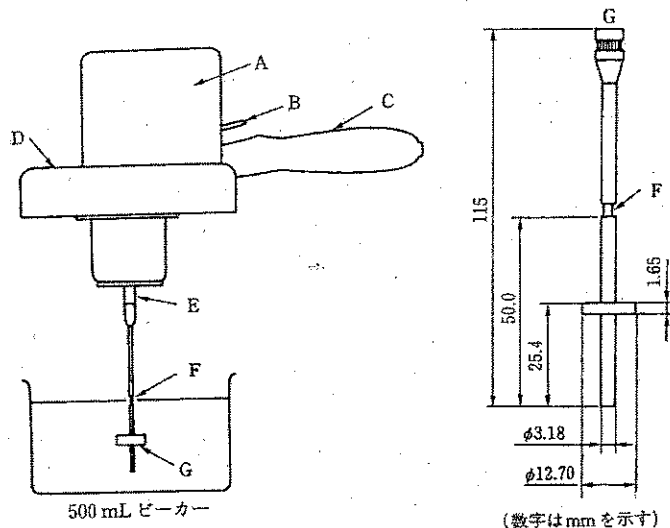
(1) 本品 1g を温湯 100 mL にかき混ぜながら加えるとき、粘稠性のある液となる。

(2) 本品 1.5 g にローカストビーンガム末 1.5 g を加えて混合した後、あらかじめ 80°C に加温した温湯 300 mL 中に激しくかき混ぜながら徐々に加え、60°C で 30 分間かき混ぜた後、放冷して室温とし、更に 2 時間以上放置するとき、堅いゴム状のゲルを形成する。また、本品につき、ローカストビーンガム末を加えないで同様の操作を行うとき、液はやや粘稠性のある液となり、ゲルを形成しない。

粘度

(1) 装置 ブルックフィールド型粘度計を用いる。

ブルックフィールド型粘度計



- | | |
|-------------|------------|
| A : 同期電動機 | E : ジョイント |
| B : クラッチレバー | F : 浸液マーク |
| C : 把手 | G : 3号ローター |
| D : 目盛版 | |

(2) 操作法 本品の換算した乾燥物 3.00 g に対応する量を正確に量り、塩化カリウム 3.00 g と混合し、水 294 g を入れた 500 mL のビーカーに入れ、なるべく気泡が入らないように分散させ、更に 2 時間かき混ぜて溶かした後、気泡を除き、温度 $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に調整し、試料溶液とする。ローター G をジョイント E に取り付け、気泡が付着しないようにして浸液マーク F まで試料溶液中にローターを浸せきし、ローターを毎分 60 回転させる。30 秒後に回転を停止させ、目盛 D を読み取り、換算乗数を乗じる。

3号ローター 換算乗数：20

本品の粘度は $600 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以上である。また、試料溶液の温度を $65 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に調整し、同様の方法で試験する。25°C 及び 65°C における粘度を V_1 及び V_2 とするとき、 V_1/V_2

は 1.02 ~ 1.45 である。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 8.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を熱湯 100 mL によくかき混ぜて溶かすとき、不溶物を認めない。

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

(3) ヒ素 本品 2.5 g を分解フラスコにとり、硝酸 20 mL を加え、流動状となるまで穏やかに加熱する。冷後、硫酸 5 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。必要ならば、冷後、更に硝酸 5 mL を加えて加熱する。この操作を液が無色 ~ 淡黄色となるまで繰り返す。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とする。この液 5 mL を検液とし、試験を行う。ただし、比較液はヒ素標準液 5.0 mL を分解フラスコにとり、硝酸 20 mL を加え、以下、試料と同様に操作する (2 ppm 以下)。

乾燥減量 15.0 % 以下 (2 g, 105°C, 3 時間)。

灰分 5.5 ~ 16.0 %

ピルビン酸含量 本品 0.6 g をとり、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 20 mL を正確に加え、その質量を精密に量り、還流冷却器を付けて水浴上で 3 時間加熱する。冷後、フラスコ内容物の質量を還流前の質量に水で補正する。この液 2 mL を正確に量り、2,4-ジニトロフェニルヒドラジンの 2 mol/L 塩酸試液溶液 (1→200) 1 mL を正確に加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、酢酸エチル 5 mL ずつで 2 回抽出する。酢酸エチル抽出液を合わせ、炭酸ナトリウム溶液 (1→10) 5 mL ずつで 3 回抽出する。全抽出液を合わせ、炭酸ナトリウム溶液 (1→10) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にピルビン酸 0.30 g をとり、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、2,4-ジニトロフェニルヒドラジンの 2 mol/L 塩酸試液溶液 (1→200) 1 mL を正確に加え、以下試料溶液と同様に操作し、比較液とする。これらの液につき、水を対照とし、波長 375 nm における吸光度を測定するとき、試料溶液の吸光度は比較液の吸光度より大きい。

貯法 容器 密閉容器。

投与経路 経口投与、一般外用剤、殺虫剤。

医薬品添加物各条の部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 0.1 g に希硫酸 10 mL 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 5 g を精密に量り，水約 70 mL を加えて 5 分間煮沸する。冷後，水を加えて 100 mL とし，よくかき混ぜた後，ろ過する。初めのろ液約 10 mL を除き，次のろ液 40 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ~ 110°C で 1 時間乾燥するとき，その量は 15 mg 以下である。

(2) 重金属 本品 1.0 g を磁製皿にとり，薄めた塩酸 (1→2) 20 mL を加え，加温して溶かし，1 mL になるまで蒸発濃縮した後，王水 6 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する。残留物に 6 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし，分液漏斗に移す。磁製皿は 6 mol/L 塩酸試液 5 mL 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 40 mL で 2 回，次にジエチルエーテル 20 mL 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ンモニウム 0.2 g 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 4 mL を加えてよく振り混ぜ，必要があればろ過し，水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液は鉛標準液 3.0 mL をとり，薄めた塩酸 (1→2) 20 mL を加え，以下検液と同様に操作する (30 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.2 g に薄めた塩酸 (1→2) 30 mL を加え，加温して溶かし，水浴上で蒸発濃縮し，約 5 mL とする。この液に温湯 5 mL を加えてろ過し，残留物は温湯 5 mL 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 (10 ppm 以下)。ただし，中和操作及び薄めた塩酸 (1→2) 5 mL の添加を省略する。また酸性塩化スズ(II)試液の代わりに，塩化スズ(II)二水和物の塩酸溶液 (35→100) を用いる。標準色の調製は，塩化スズ(II)二水和物の塩酸溶液 (35→100) を用いて日局に準じて操作する。

乾燥減量 1.0% 以下 (2g, シリカゲル, 4時間) .

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を磁製のるつぼに入れ, その質量を精密に量り, 900°C で 2 時間強熱する. 冷後, 塩酸 5 mL を加え, 水浴上で加温して溶かす. 冷後, るつぼの内容物をヨウ素瓶に移し, 更に水 25 mL で洗い込む. ヨウ化カリウム 3 g を加え, 密栓し, 暗所で 15 分間放置した後, 水 100 mL を加え, 遊離したヨウ素を 0.1 mol/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 3 mL 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.

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 7.985 mg Fe_2O_3

四三酸化鉄 (Fe_3O_4) の量 (%) = 三二酸化鉄 (Fe_2O_3) の量 (%) \times 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部結晶セルロース・カルメロースナトリウムの条を次のように改める。

120002

結晶セルロース・カルメロースナトリウム

Microcrystalline Cellulose · Carmellose Sodium

本品は容易に微分散するように結晶セルロース (日局) とカルメロースナトリウム (日局) を混合したものである。

本品は定量するとき, 換算した乾燥物に対し, 80% 以上の結晶セルロース及び表示量の 75~125% に対応するカルメロースナトリウムを含む。

本品にはカルメロースナトリウムの含量 (%) 及びその水分散液の粘度 (mPa·s) を表示すると共に, 粘度を試験するときの水分散液の濃度 (%) を表示する。

性状 本品は白色~帯黄白色の粉末で, におい及び味はない。

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。

本品に水を加えるとき, 一部溶解し懸濁液となる。

確認試験

(1) 本品 1 mg にリン酸 1 mL を加え, 水浴上で 30 分間加熱する. 次にカテコールのリン酸溶液 (1→500) 4 mL を加えて 30 分間加熱するとき, 液は赤色を呈する。

(2) 本品 6.0 g をとり, 水 300 mL を加え, ホモジナイザーで毎分 18000 回転で 5 分間かき混ぜるとき, 液は白色不透明な分散懸濁状を呈し, 放置しても分離沈降を認めない。

(3) (2) の懸濁液を塩化アルミニウム(Ⅲ)六水和物溶液 (1→10) に数滴滴加するとき、液滴は白色不透明の粒状となり、放置しても分散しない。

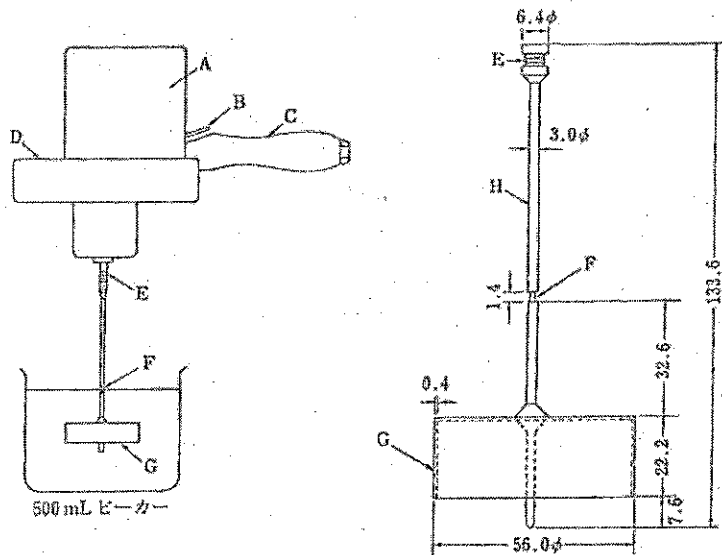
粘度

(1) 装置 ブルックフィールド型粘度計を用いる。

(2) 操作法 表示濃度に従い、本品の換算した乾燥物につき、懸濁液 400 g に対応する量を正確に量り、あらかじめ水約 200 g を入れた 500 mL のホモジナイザー用コップに入れ、更に水を加えて内容物の質量を 400 g とする。毎分 18000 回転に調整できるホモジナイザーを用い、初めに毎分約 5000 回転で 15 秒間かき混ぜる。次に 5 秒間で回転数を毎分 18000 回転に上げ、正確に 2 分間かき混ぜる。ホモジナイザーの回転を止めた後、直ちに分散懸濁液を 500 mL のビーカーに移し、試料溶液とする。ローター H をジョイント E に取り付け、気泡が付着しないように注意して浸液マーク F まで試料溶液中にローターを浸せきする。ただし、試料溶液の温度は 20℃ とする。ホモジナイザーの回転を停止してから 60 秒後に、ローターを毎分 20 回転の速度で 30 秒間回転後、目盛 D を読みとり、換算乗数を乗ずる。粘度は表示粘度の 60 ~ 140 % である。

1号ローター 換算乗数：5

ブルックフィールド型粘度計



(数字はmmを示す)

- | | | |
|-------------|-----------|----------------|
| A : 同期電動機 | D : 目盛板 | G : ローター |
| B : クラッチレバー | E : ジョイント | H : 1号ローター |
| C : 把手 | F : 浸液マーク | (500 mPa·s 未満) |

pH 本品 1.0 g をとり、少量ずつ温湯 100 mL にかき混ぜながら加えて懸濁させ、冷却

した液の pH は 6.0 ~ 8.0 である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g をとり、水 45 mL を加え、よくかき混ぜた後、硝酸 3 mL を加え、更に水を加えて 50 mL とする。この液を約 3000 回転で 5 分間遠心分離した後、その分離液を必要ならばろ過し、初めのろ液 10 mL を捨て、次のろ液 10 mL をとる。この液に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.00 mL を加える (0.355 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、水 45 mL を加え、よくかき混ぜた後、塩酸 4 mL を加え、更に水を加えて 50 mL とする。この液を約 3000 回転で 5 分間遠心分離した後、その分離液を必要ならばろ過し、初めのろ液 10 mL を捨て、次のろ液 10 mL をとる。この液に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.00 mL を加える (0.480 % 以下)。

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

(4) ヒ素 本品 1.0 g を白金製、石英製又は磁製のろつぼにとる。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) 10 mL 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。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かす。これを検液とし、試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) でんぷん 確認試験 (2) の懸濁液にヨウ素試液 3 mL を加えるとき、液は青色～青紫色を呈しない。

乾燥減量 8.0 % 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

強熱残分 3.5 % 以下 (2 g)。

定量法

(1) 結晶セルロース 本品約 3 g を精密に量り、希塩酸 30 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 15 分間加熱する。冷後、質量既知のガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、残留物を温湯で洗い、洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで洗い、ガラスろ過器を 105°C で 4 時間乾燥して質量を精密に量り、残留物の質量を計算する。次にその約 0.125 g を精密に量り、約 25 mL の水を加え、更に 1/12 mol/L ニクロム酸カリウム液 50 mL を正確に加えて混合する。硫酸 100 mL を徐々に加えた後、沸騰し始めるまで加熱する。冷後、水を加えて正確に 250 mL とする。この液 50 mL を正確に量り、0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II)液で滴定する(電位差滴定法)。同様な方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II)液 1 mL = 0.6755 mg セルロース

(2) カルメロースナトリウム 本品約 2 g を精密に量り、酢酸 (100) 75 mL を加え、還流冷却器を付け、130°C の油浴中で 2 時間加熱する。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-

ジオキサン液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL

= 30.653 mg カルメロースナトリウム

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部結晶セルロース（粒）の条を次のように改める。

110913

結晶セルロース（粒）

Microcrystalline Cellulose Spheres

本品は、 α -セルロースを鉍酸で部分的に解重合し精製したものを、水で造粒し粒としたものである。

性状 本品は白色～帯黄白色の粒で、におい及び味はない。

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 1 mg にリン酸 1 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱する。次にカテコールのリン酸溶液（1→500）4 mL を加えて 30 分間加熱するとき、液は赤色を呈する。

（2）塩化亜鉛 20 g 及びヨウ化カリウム 6.5 g を水 10.5 mL に溶かし、ヨウ素 0.5 g を加えて 15 分間振り混ぜる。この液 2 mL 中に本品約 50 mg を時計皿上で分散するとき、分散物は青紫色を呈する。

（3）本品 30 g に水 270 mL を加え、高速度（毎分 18000 回転）で 5 分間混ぜた後、その 100 mL を 100 mL のメスシリンダーに入れ、3 時間放置するとき、液は白色不透明で、気泡のない分散状を呈し、液の分離を認めない。

pH 本品 5.0 g に新たに煮沸し冷却した水 40 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、遠心分離して得た上澄液の pH は 5.5～7.0 である。

純度試験

（1）水可溶物 本品 5.0 g に水 80 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、ろ紙を用いてろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 40 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物を 105℃ で 1 時間乾燥するとき、その量は 4.0 mg 以下である。

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

（3）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。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1→50）10 mL を加えた後、過

酸化水素 (30) 1.5 mL を加え、点火して燃焼させる (2 ppm 以下)。

(4) でんぷん 確認試験(3) で得た液 20 mL にヨウ素試液 2～3 滴を加えるとき、液は青色～青紫色を呈しない。

乾燥減量 7.0% 以下 (1g, 105°C, 3 時間)。

強熱残分 0.05% 以下 (2g)。

粒度 本品 10.0 g を正確に量り、140 号 (106 μm) ふるいを用いて製剤の粒度の試験法に準じて試験を行うとき、140 号 (106 μm) ふるいを通過するものは全量の 5% 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

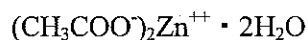
投与経路 経口投与。

医薬品添加物各条の部酢酸亜鉛の条を次のように改める。

107756

酢酸亜鉛

Zinc Acetate



$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O} : 219.50$

本品は定量するとき、酢酸亜鉛 ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 99.0% 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、わずかに酢酸 (31) のにおいがある。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、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) は亜鉛塩及び酢酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 g に水 20 mL 及び酢酸 (31) 0.2 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.009% 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.008% 以下)。

(4) 硝酸塩 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし、インジゴカルミン試液 2 滴及び硫酸 10 mL を加えるとき、液は 10 分間持続する青色を呈する。

(5) アンモニウム 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 2.0 mL を用いる (0.002% 以下)。

(6) 重金属 本品 1.0 g をネスラー管にとり、水 10 mL に溶かし、シアン化カリウム試液 20 mL を加え、よく振り混ぜ、硫化ナトリウム試液 2 滴を加え、5 分間後に白紙を背景として上方から観察するとき、次の比較液より濃くない (10 ppm 以下)。

比較液：鉛標準液 1.0 mL に水 10 mL 及びシアン化カリウム試液 20 mL を加え、よく振り混ぜ、硫化ナトリウム試液 1 滴を加える。

(7) 鉄 本品 2.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、A 法により試験を行う。比較液には鉄標準液 1.0 mL を加える (5 ppm 以下)。

(8) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 2.0 g に水 120 mL 及びアンモニア試液 10 mL を加えて溶かし、硫化水素試液を加えて沈殿を完結させ、水を加えて正確に 200 mL としてよく振り混ぜ、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 100 mL を正確に量り、硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し、更に強熱するとき、残留物は 5.0 mg 以下である。

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

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水 80 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する (指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 2.1950 mg $C_4H_6O_4Zn \cdot 2H_2O$

貯法 容器 気密容器。

投与経路 皮下注射。

医薬品添加物各条の部ジエチレングリコールの条の次に次の一条を加える。

102470

ジェランガム

Gellan Gum

ジェラン多糖類

本品は炭水化物をスフィンゴモナス属菌 *Sphingomonas elodea* を用いて発酵させ、精製した後、乾燥し、粉碎したもので、主として D-グルコース、L-ラムノース、D-

グルクロン酸のカリウム塩からなる多糖類である。

本品を乾燥したものを定量するとき、ジェランガム 85.0～103.0% を含む。

性状 本品は類白色の粉末である。

本品は熱湯に溶けにくく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は、水を加えるとき、膨潤する。

確認試験

(1) 本品 1g に水 100 mL を加えて 2 時間かき混ぜて溶かす。この液の少量をピペットにとり、塩化カルシウム溶液 (1→10) に加えるとき、線状のゲルが直ちに生じる。

(2) (1) で得られた液 90 mL に塩化ナトリウム 0.5 g を加え、この液をかき混ぜながら、80℃ に加熱し、1 分間保った後、室温まで放冷するとき、ゲルを生じる。

純度試験

(1) 鉛 本品 5.0g を白金るつぼにとり、少量の硫酸を加え、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強く加熱し、時々揺り動かしながら、なるべく低温で内容物が灰化するまで加熱する。冷後、少量の硫酸を加え、白煙が生じなくなるまで徐々に加熱する。次に、恒量になるまで 500±50℃ で強熱する。残留物に少量の薄めた硝酸 (1→150) を加えて溶かし、更に薄めた硝酸 (1→150) を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別に鉛標準液 1.0 mL を正確に量り、薄めた硝酸 (1→150) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である (2 ppm 以下)。

使用ガス：

可燃性ガス：アセチレン

支燃性ガス：空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

(2) ヒ素 本品 0.67g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (3 ppm 以下)。

(3) 総窒素 本品約 0.1g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

0.025 mol/L 硫酸 1 mL = 0.700 mg N

窒素 (N : 14.01) の量は 2.5% 以下である。

乾燥減量 8.0% 以下 (1g, 105℃, 2.5 時間)。

灰分 4.0～16.0% (2g, 乾燥物換算, 生薬試験法の灰分の項を準用する)。

定量法 あらかじめクロマトグラフィー用ケイソウ土約 1g を精密に量り、ガラスろ過器 (G3) に加えて均一になるように広げ、105℃ で 5 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、水 50 mL を加えて水浴中でよくかき混ぜて溶解し、60～70℃ に加温した 2-プロパノール 200 mL を加えてよくかき混ぜた後、一夜放置する。得られた沈殿を薄めた 2-プロパノール

ル (39→50) を用いて、先のガラスろ過器 (G3) でろ過する。残留物を 20 mL の薄めた 2-プロパノール (39→50) で 3 回洗った後、10 mL の薄めた 2-プロパノール (39→50) で 2 回洗う。このガラスろ過器 (G3) を 105°C で一夜乾燥した後、質量を精密に量る。次式によりジェランガムの量を求める。

$$\text{ジェランガムの量 (\%)} = M_T / M_S \times 100$$

M_T : 残留物の質量 (g)

M_S : 本品の秤取量 (g)

貯法 容器 密閉容器。

投与経路 耳鼻科用剤。

医薬品添加物各条の部脂環族飽和炭化水素樹脂の条を次のように改める。

109992

脂環族飽和炭化水素樹脂

Alicyclic Saturated Hydrocarbon Resin

本品は石油ナフサを高温で分解して得られる不飽和炭化水素を重合した分子量 1200 ~ 1400 の淡黄色の熱可塑性樹脂に、水素を付加させて脂環構造とした水素化樹脂である。

性状 本品は無色透明のガラス状の粒及び塊又は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はジエチルエーテル又はヘキサンに溶けやすく、水又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、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 2920 cm^{-1} 、2850 cm^{-1} 、1445 cm^{-1} 及び 1375 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

軟化点 90 ~ 125°C

(1) 装置 図 1 ~ 5 に示すものを用いる。

A : 鋼球 (径 9.5 mm, 質量 3.5 g)

B : 環 (黄銅製で、その概略は図 2 による)

C : 環の支持板 (金属製で、その概略は図 3 による)

D : 底板 (その概略は図 4 による。対流孔 J を 40 個もつ)

E : 定置板 (その概略は図 5 による)

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

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

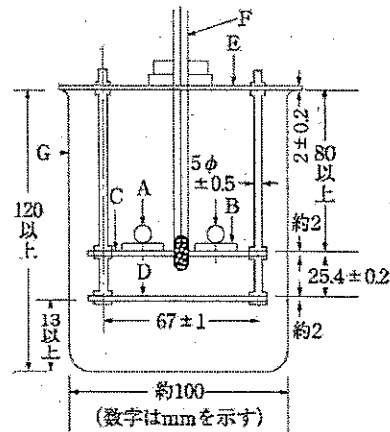


図1

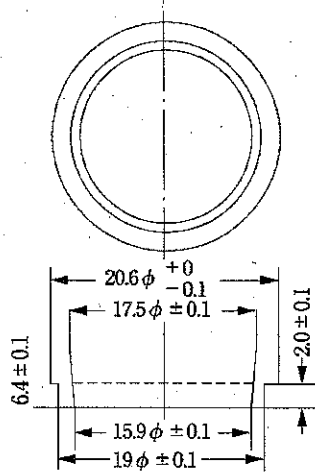


図2

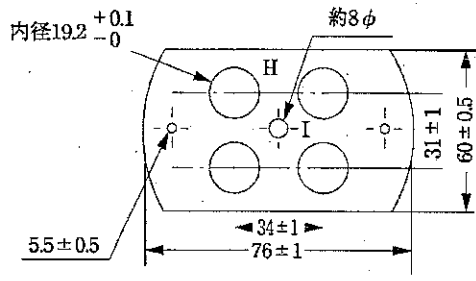


図3

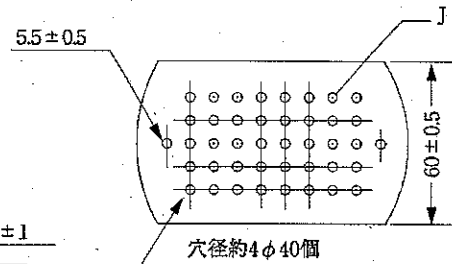


図4

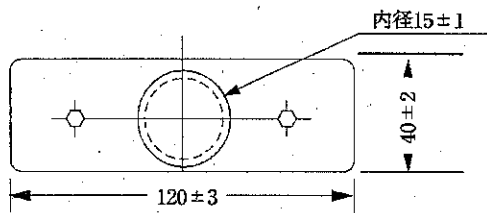


図5

(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。

純度試験

(1) 重金属 本品の粉末1.0 gをとり、第4法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(20 ppm以下)。

(2) ニッケル 本品5.0 gを石英又は磁製のろつぼに量り、初めは注意して弱く加熱し、炭化した後、強熱して灰化する(500 ± 20 °C)。冷後、塩酸1 mLを加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物を希塩酸3 mLに溶かした後、水7 mLを加える。次に臭素試液1 mL及びクエン酸一水和物溶液(1→5)1 mLを加えた後、アンモニア試液5 mLを加えてアルカリ性とし、流水中で冷却する。この液にジメチルグリオキシム試液1 mLを加え、更に水を加えて20 mLとし、検液とする。検液を5分間放置するとき、その液の呈する色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩酸1 mLを水浴上で蒸発乾固した後、ニッケル標準液1 mL及び希塩酸3 mLを加え、更に水6 mLを加える。以下検液の調製法と同様に操作し、水を加えて20 mLとした後、5分間放置する。

(3) 塩素化合物 本品0.30 gを磁製のろつぼにとり、炭酸カルシウム0.7 gを加えてよく混ぜた後、弱く加熱して灰化する。冷後、残留物を希硝酸20 mLに溶かし、ろ過し、ろ液に水を加えて50 mLとする。この液に硝酸銀試液0.5 mLを加えた液の混濁は次の比較液より濃くない(0.083%以下)。

比較液：炭酸カルシウム0.7 gを希硝酸20 mLに溶かし、ろ過する。残留物を水15 mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、0.01 mol/L塩酸0.70 mL及び水を加えて50 mLとし、硝酸銀試液0.5 mLを加える。

(4) 低重合物 本品を乳鉢にて細かく粉砕し、この約10 gを精密に量り、メタノール10 mLを加え、還流冷却器を付け、時々振り混ぜながら水浴上で1時間加熱した後、冷所に1時間静置する。上澄液を質量既知のフラスコに移し、約50 °Cで溶媒を留去した後、デシケーター(減圧)で20時間乾燥するとき、その量は1.2%以下である。

強熱残分 0.10%以下(2g)。

貯法 容器 密閉容器。

投与経路 一般外用剤、その他の外用。

医薬品添加物各条の部脂肪族炭化水素樹脂の条を次のように改める。

120265

脂肪族炭化水素樹脂

Aliphatic Hydrocarbon Resin

本品はナフサを高温で分解して得られる 1,3-ペンタジエンを主成分とする C_5 留分を共重合した樹脂である。

性状 本品は淡黄色又は淡褐色の粒状又は板状の固体で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はヘキサンに溶けやすく、水又はエタノール (99.5) 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臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960 cm^{-1} 、 2930 cm^{-1} 、 2870 cm^{-1} 、 1457 cm^{-1} 、 1375 cm^{-1} 及び 968 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

比重 d_{20}^{20} : 0.950 ~ 0.990

軟化点 60 ~ 90°C

(1) 装置 図1~5に示すものを用いる。

A : 鋼球 (径 9.5 mm, 質量 3.5 g)

B : 環 (黄銅製で、その概略は図2による)

C : 環の支持板 (金属製で、その概略は図3による)

D : 底板 (その概略は図4による。対流孔 J を 40 個もつ)

E : 定置板 (その概略は図5による)

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

G : ビーカー

H : 環の支持孔

I : 温度計の水銀球の入り穴

J : 対流孔 (径約 4 mm)

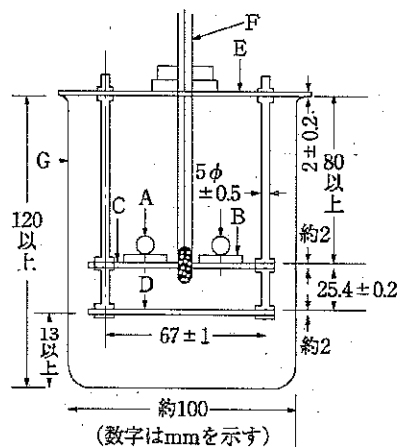


図1

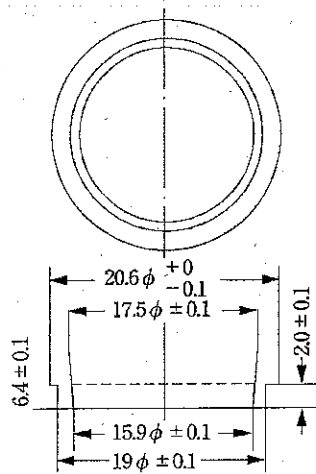


図 2

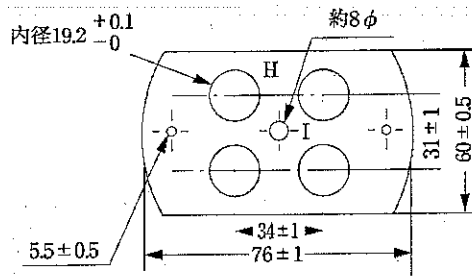


図 3

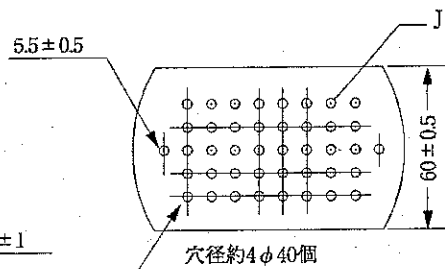


図 4

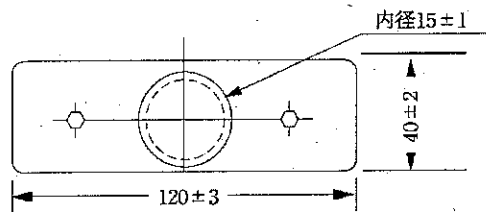


図 5

(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。次にビーカー G に、新たに煮沸して冷却した水を深さ 90 mm 以上となるまで入れ、水温を予想した軟化点の約 60°C 以下の温度に保つ。B 中の試料の表面中央に鋼球 A を載せ、この B を支持孔 H にはめる。次に B の上面から水面までの距離を 50 ± 2 mm とし、15～20 分間放置した後、加熱を始める。バーナーの炎は、ビーカーの底の中央と縁の中間に均等に当たるようにする。注意しながら 3 分間加熱した後、1 分間に 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 以下。

純度試験 重金属 本品の粉末 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)。

強熱残分 0.10% 以下 (1 g)。

貯法 容器 密閉容器。

投与経路 一般外用剤、その他の外用剤。