

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°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 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 (—CH₂COOH)

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

試液

(1) 洗浄液 赤リン 1g を水 100mL に懸濁させる。

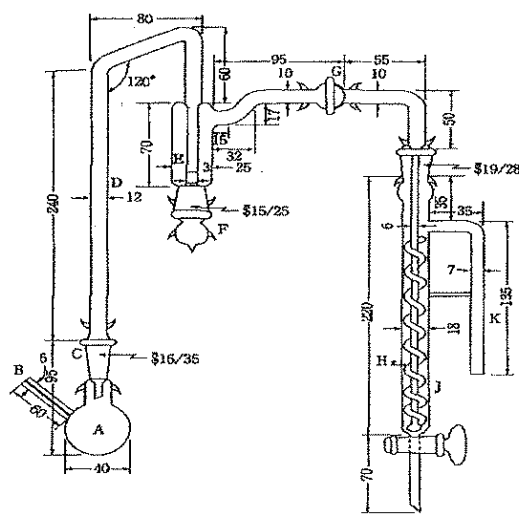
(2) 吸収液 酢酸カリウム 15g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9:1) 150mL に溶かし、その 145mL を量り、臭素 5mL を加える。用時製する。

操作法

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

20～30 分後、150℃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 : ガス罅管 |
| 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てんする。

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 C₄H₆O₂

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℃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℃, 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 直腸膣尿道適用。

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°C 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 (%) $\times 0.9666$

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℃ 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ンモニウム 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℃, 2 時間)。

定量法 本品を 900℃ 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 95～1100 mm^2/s （第1法、25℃）。

（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℃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℃、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 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（ W_1 ）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（ 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)

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、直ちにだいた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。