

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

乳糖造粒物

新	旧
<p>確認試験</p> <p><u>(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。</u></p> <p><u>(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。</u></p> <p><u>(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。</u></p> <p><u>(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。</u></p>	<p>確認試験</p> <p><u>(1) 定量法 (1) で得た上澄液の蒸発残留物につき、ヒドロキシプロピルセルロース (日局) の確認試験を準用する。</u></p> <p><u>(2) 定量法 (2) で得た沈殿乾燥物につき、乳糖 (日局) の確認試験を準用する。</u></p>
<p>定量法</p> <p><u>(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</u></p>	<p>定量法</p> <p><u>(1) ヒドロキシプロピルセルロース 本品を乾燥し、その約 10g を精密に量り、共栓付き遠心沈殿管に入れ、エタノール (99.5) 50mL 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、上澄液を 200mL のフ</u></p>

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°C 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°C で 2 時間乾燥し、その質量を精密に量る (W_3)。

ヒドロキシプロピルセルロースの量 (%)

$$= \text{[式・略]}$$

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 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、アンモニア試薬 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、 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 、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 ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} \cdot \text{H}_2\text{O}$) の量 (%)

$$= \text{[式・略]}$$

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 $[\alpha]_D^{20}$

52.5 : 乳糖の比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$

ラスコに移す。残った沈殿にエタノール (99.5) 50mL を加えて再び約 30 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離を行い。上澄液を先の 200mL のフラスコに移す。この操作を更に 1 回繰り返す。合わせた上澄液を 40~50°C 減圧下で蒸発乾固し、残留物を 80°C で 2 時間乾燥し、その質量を精密に量る。

ヒドロキシプロピルセルロースの量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥物質量 (g)}}{\text{試料採取量 (g)}} \times 100$$

(2) 乳糖 定量法 (1) で得られた沈殿物を風乾した後、80°C で恒量になるまで乾燥し、デシケータ (シリカゲル) 中で放冷し、その質量を精密に量る。

乳糖 ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} \cdot \text{H}_2\text{O}$) の量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥物質量 (g)}}{\text{試料採取量 (g)}} \times 100$$

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

白糖・デンプン球状顆粒

新	旧
<p>基原</p> <p>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。</p> <p>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。</p> <p>本品は使用されているデンプンの別を表示する。</p>	<p>基原</p> <p>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。</p> <p>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。</p>
<p>確認試験</p> <p><u>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。</u></p> <p><u>（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）2μL 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</u></p>	<p>確認試験</p> <p><u>（1）定量法で得たる液につき、精製白糖（日局）の確認試験を準用する。</u></p> <p><u>（2）定量法で得た残留物をエタノール（95）30mL で洗い、105℃で 2 時間乾燥した乾燥物につき、コムギデンプン（日局）の確認試験を準用する。</u></p>

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)から得た主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℃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。

<p>(6) (5) ののり状の液 1mL に薄めたヨウ素試液 (1→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。</p>	
---	--

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

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

新	旧
<p>確認試験</p> <p>(2) 本品 0.1g をろつぼにとり、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<u>黄色～黄赤色</u>を呈する。</p>	<p>確認試験</p> <p>(2) 本品 0.1g をろつぼにとり、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<u>黄色</u>を呈する。</p>

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

1, 2, 6-ヘキサントリオール

新	旧
<p>性状</p> <p>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。</p> <p>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。</p> <p>本品は、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。</p>	<p>性状</p> <p>本品は微黄色～帯褐色澄明の粘稠な液で、わずかに特異なおいがあり、味は苦い。</p> <p>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し、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。</p> <p>本品の水溶液（3→10）のpHは4.5～8.0である。</p>
<p>確認試験</p> <p>（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 <u>3390cm⁻¹～3320cm⁻¹</u>、2940cm⁻¹、<u>1458cm⁻¹</u>及び1057cm⁻¹付近に吸収を認める。</p>	<p>確認試験</p> <p>（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 <u>3350cm⁻¹</u>、2940cm⁻¹、<u>1480cm⁻¹</u>及び1057cm⁻¹付近に吸収を認める。</p>
<p>比重</p> <p><u>d₂₀²⁰ : 1.096～1.114（第1法）</u></p>	<p>比重</p> <p><u>d₂₅²⁵ : 1.105～1.122</u></p>
<p>水分</p> <p>1.0%以下（2g、<u>容量滴定法</u>、直接滴定）。</p>	<p>水分</p> <p>1.0%以下（2g、直接滴定）。</p>
<p>定量法</p> <p>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。</p> <p>0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1mL = <u>22.36mg</u> C₆H₁₄O₃</p>	<p>定量法</p> <p>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。</p> <p>0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1mL = <u>22.362mg</u> C₆H₁₄O₃</p>

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

ポリオキシエチレンセチルエーテル

新	旧
<p>純度試験</p> <p>(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第3法により検液を調製し、<u>試験を行う</u> (2ppm 以下).</p>	<p>純度試験</p> <p>(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第3法により検液を調製し、<u>装置 B を用いる方法により試験を行う</u> (2ppm 以下).</p>
<p>純度試験</p> <p>(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 AmL 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 BmL 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、<u>必要ならば加温して溶かす</u>。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 CmL 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。</p> <p>酸化エチレン (C_2H_4O) の量</p> $=0.441 \times f \times \left(\frac{A-B}{W_1} - \frac{C}{W_2} \right)$ <p>$f=0.1\text{mol/L}$ 塩酸・メタノール液のファクター</p>	<p>純度試験</p> <p>(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 AmL 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 BmL とする。別に本品約 25g (W_2) を精密に量り、メタノール 50mL を加えて溶かした液を 0.1mol/L 塩酸・メタノール液で滴定し、その消費量を CmL 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。</p> <p>酸化エチレン (C_2H_4O) の量</p> $=0.441 \times f \times \left(\frac{A-B}{W_1} - \frac{C}{W_2} \right)$ <p>$f=0.1\text{mol/L}$ 塩酸・メタノール液のファクター</p>

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

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

新	旧
<p>確認試験</p> <p>(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 <u>3450cm⁻¹</u>、<u>2890cm⁻¹</u>、<u>1468cm⁻¹</u>、<u>1345cm⁻¹</u> 及び <u>1113cm⁻¹</u> 付近に吸収を認める。</p>	<p>確認試験</p> <p>(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 <u>3440cm⁻¹</u>、<u>2880cm⁻¹</u> 及び <u>1107cm⁻¹</u> 付近に吸収を認める。</p>
<p>純度試験</p> <p>(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、第3法により検液を調製し、<u>試験を行う</u> (2ppm 以下)。</p>	<p>純度試験</p> <p>(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、第3法により検液を調製し、<u>装置 B を用いる方法により試験を行う</u> (2ppm 以下)。</p>
<p>水分 3.0%以下 (5g, <u>容量滴定法</u>, 直接滴定)。</p>	<p>水分 3.0%以下 (5g, 直接滴定)。</p>

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

メタクリル酸コポリマー LD

新	旧
<p>確認試験</p> <p>(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。</p>	<p>確認試験</p> <p>(2) 本品 10g にクエン酸トリエチルを 0.3g 加えた物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。</p>
<p>純度試験</p> <p>(2) ヒ素 本品 2.0g をとり、第 3 法により検液を調製し、<u>試験を行う</u> (1ppm 以下)。</p>	<p>純度試験</p> <p>(2) ヒ素 本品 2.0g をとり、第 3 法により検液を調製し、<u>装置 B を用いる方法により試験を行う</u> (1ppm 以下)。</p>

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

モノステアリン酸ソルビタン

新	旧
<p>酸価 13.0 以下.</p> <p>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, <u>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.</u></p> <p>酸価 = $\frac{0.1\text{mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量} \times 5.611}{\text{試料の量 (g)}}$</p>	<p>酸価 13.0 以下.</p>
<p>純度試験</p> <p>(2) ヒ素 本品 1.0g をとり, 第 3 法により検液を調製し, <u>試験を行う</u> (2ppm 以下).</p>	<p>純度試験</p> <p>(2) ヒ素 本品 1.0g をとり, 第 3 法により検液を調製し, <u>装置 B を用いる方法により試験を行う</u> (2ppm 以下).</p>

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

レモン油

新	旧
<p>基原</p> <p>本品はレモン <i>Citrus medica</i> Linné 及び <u><i>Citrus limon</i> (L.) Burm.f. (<i>Rutaceae</i>)</u> の新鮮な果皮を圧搾して得た精油である。</p>	<p>基原</p> <p>本品はレモン <i>Citrus medica</i> Linné (<i>Rutaceae</i>) の新鮮な果皮を圧搾して得た精油である。</p>