

別紙

## 生理处理用品材料规格

## <1. 通 則>

1. 本規格は、「生理処理用品材料規格」という。この略名を「生材規」という。本規格は、一般に用いられる材料成分は第1部に、着色成分については第2部に収載している。
2. 規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日本薬局方の通則及び一般試験法を準用する。日本薬局方とは、薬事法（昭和35年法律第145号）に規定する日本薬局方（以下「日局」という）をいい、医薬部外品原料規格2006とは、平成18年3月31日薬食発第0331030号（以下「外原規」という）をいう。また、日本工業規格とは、工業標準化法（昭和24年法律第185号）に規定する日本工業規格をいう。
3. 各条における材料成分の名称の次に必要があるものについては、別名及びその英名を付記する。
4. 材料成分の適否は、その材料成分各条の規定、通則及び一般試験法の規定によって判定する。
5. 各条の化学名の次の（ ）中に分子式を付記する。原子量は、2004年国際原子量表により、分子量は、小数点第2位までとし、第3位を四捨五入する。
6. 主な計量の単位については、次の記号を用いる。他はSI単位に準じる。

メートル	m	センチメートル	cm	ミリメートル	mm
マイクロメートル	$\mu\text{m}$	ナノメートル	nm	毎センチメートル	$\text{cm}^{-1}$
トン	t	キログラム	kg	グラム	g
ミリグラム	mg	マイクログラム	$\mu\text{g}$	リットル	L
ミリリットル	mL	マイクロリットル	$\mu\text{L}$	平方センチメートル	$\text{cm}^2$
キロパスカル	kPa	モル毎リットル	mol/L		
7. 質量百分率は%、質量対容量百分率はw/v%、容量百分率はvol%及び容量対質量百分率はv/w%を用いる。また、百万分率は、ppmを用い、通例、質量対質量百万分率を示す。
8. 温度の表示は、セルシウス氏法によりアラビア数字の次に℃を付ける。
9. 標準温度は20℃、常温は15～25℃、室温は1～30℃、微温は30～40℃とする。冷所は、別に規定するもののほか、15℃以下の場合とする。冷水は10℃以下、微温湯は30～40℃、温湯は60～70℃、熱湯は約100℃の水とする。加熱した溶媒又は熱溶媒とは、その溶媒の沸点付近の温度に熱したものをいい、加温した溶媒又は温溶媒とは、通例、60～70℃に熱したものをいう。水浴上又は水浴中で加熱するとは、別に規定するもののほか、沸騰した水浴又は約100℃の蒸気浴を用いて加熱することである。

10. 滴数を量るには、20℃において日局「精製水」20滴を滴下するとき、その質量が0.90～1.10gとなるような器具を用いる。

11. 減圧とは、別に規定するもののほか、2.0kPa以下とする。

12. 液性を酸性、アルカリ性又は中性として示した場合は、別に規定するもののほか、リトマス紙を用いて検する。液性を詳しく示すにはpH値を用いる。また、微酸性、弱酸性、強酸性、微アルカリ性、弱アルカリ性、強アルカリ性などと記載したものは、酸性又はアルカリ性の程度の概略を示すものであって、pHの範囲は、次による。

	pHの範囲		pHの範囲
微酸性	約5～約6.5	微アルカリ性	約7.5～約9
弱酸性	約3～約5	弱アルカリ性	約9～約11
強酸性	約3以下	強アルカリ性	約11以上

13. 通則、各条及び一般試験法で用いる色の比較液、試薬・試液、標準液、容量分析用標準液、標準品、計量器及び用器は、別に規定するもののほか、一般試験法に規定するものを用いる。なお、試験に用いる水は、別に規定するもののほか、日局の「精製水」とする。

14. 溶液で、特にその溶媒を示さないものは、水溶液を示す。

15. 溶液の濃度を(1→3)、(1→10)、(1→100)などで示したものは、固体の物質は1g、液状の物質は1mLを溶媒に溶かして全量をそれぞれ3mL、10mL、100mLなどとする割合を示す。また混液を(10:1)又は(5:3:1)などで示したものは、液状物質の10容量と1容量の混液又は5容量と3容量と1容量の混液などを示す。

16. 質量を「精密に量る」とは、量るべき最小位を考慮し、0.1mg、0.01mg又は0.001mgまで量ることを意味し、また、質量を「正確に量る」とは、指示された数値の質量をそのけた数まで量ることを意味する。

17. 材料成分の試験において、nけたの数値を得るには、通例、(n+1)けたまで数値を求めた後、(n+1)けた目の数値を四捨五入する。

18. 材料成分の試験は、別に規定するもののほか、常温で行い、操作直後に観察するものとする。ただし、温度の影響のあるものの判定は、標準温度における状態を基準とする。

19. 性状とは材料成分の色、形状、においを参考として記載したものである。性状の項において例えば、白色と記載したものは白色又はほとんど白色を示すものである。色調を試験するには、別に規定するもののほか、固形のものはその1gを白紙上又は白紙上に置いた時計皿にとり、観察する。液状の物質は、内径15mmの無色の試験管に入れ、白色の背景を用い、液層30mmとして観

察する。「においがいい」と記載したものは、においがいいか又は、ほとんどにおいがいいかを示すものである。においの試験は、別に規定するもののほか、その約 1g 又は約 1mL を 100mL のビーカーにとって試験を行う。

20. 確認試験は、材料成分中に含有されている特有成分などを、その特性に基づいて確認するために必要な試験である。
21. 示性値は、材料成分の性質を試験するものであり、通例、その物性、状態及び組成の幅を規定するものである。
22. 純度試験は、材料成分中の混在物を試験するために行うもので、材料成分各条の他の試験項目とともに、材料成分の純度を規定する試験でもあり、通例、その混在物の種類及びその量の限度を規定する。この試験の対象となる混在物は、その材料成分を製造する過程又は保存の間に混在を予想されるもの、又は有害な混在物例えば重金属、ヒ素などである。なお、材料成分のけい光試験において、「著しいけい光」とは、発するけい光がけい光標準品より強く、部分的にある程度の広がりを持つものをいう。
23. 材料成分の試験において、材料成分が溶媒に「溶ける」又は「混和する」とは、澄明に溶けるか又は任意の割合で澄明に混和することを示し、繊維などを認めないか又は認めても極めてわずかである。
24. 材料成分の試験において、「浸す」、「浸出する」、「冷浸する」とは、特にその溶媒を示さないものは、水に少なくとも 5 分間、材料を浸すことをいう。
25. 乾燥又は強熱するとき、恒量とは、引き続き更に 1 時間乾燥又は強熱するとき、前後の秤量差が前回に量った乾燥物又は強熱した残留物の質量の 0.10%以下であることを示す。ただし、秤量差が、化学はかりを用いたときは 0.5mg 以下、セミマイクロ化学はかりを用いたとき 0.05mg 以下、マイクロ化学はかりを用いたとき 0.005mg 以下の場合は無視しうる量とし、恒量とみなす。
26. 試料の採取量における「約」は、規定された量の $\pm 10\%$ の範囲である。
27. 材料成分規格に規定する試験法は、その材料の特性に基づいて選択することができる。
28. 材料成分規格に規定する試験法に代わる方法で、それが規定の方法以上の正確さと精密さがある場合は、その方法を用いることができる。ただし、その結果について疑いのある場合は、規定の方法で最終の判定を行う。

## < 2. 一般試験法 >

1. アクリル残存モノマー試験法
2. 液体クロマトグラフィー
3. 塩化物試験法
4. 炎色反応試験法 — 金属塩
5. 灰分試験法
6. ガスクロマトグラフィー
7. 乾燥減量試験法
8. 吸光度測定法
9. 強熱残分試験法
10. けん化価測定法
11. 原子吸光光度法
12. 酸価測定法
13. 重金属試験法
14. 赤外吸収スペクトル測定法
15. 定性反応試験法
16. 粘度測定法
17. pH 測定法
18. 比重及び密度測定法
19. ヒ素試験法
20. 融点測定法
21. 硫酸呈色物試験法
22. 標準液、標準品・試薬・試液及び計量器・用器

## 1. アクリル残存モノマー試験法

アクリル残存モノマー試験法とは、主としてアクリル系試料中の二重結合を持つ残存モノマーを試験する方法である。

### 操作法

別に規定するもののほか、材料成分各条で規定する試料の量を 300mL のヨウ素瓶に精密に量り取る。これに水 100mL を加え、1 時間かき混ぜながら分散させる。この液に、かき混ぜながら臭素酸カリウム・臭化カリウム試液 5mL を正確に加え、続いて薄めた塩酸 (1→4) 20mL を手早く加え、直ちに密栓する。次いでヨウ素瓶の上部栓部にヨウ化カリウム試液 10mL をのせ、時々振り混ぜながら、暗所で 20 分間放置する。次に暗所からヨウ素瓶を取り出し、上部栓部にのせたヨウ化カリウム試液をフラスコ内に流し込み、直ちに密栓をしてじゅうぶんに振り混ぜる。これを試料溶液として、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 2mL)。ただし、終点の判定は、試料溶液が濃紫色から無色になり、その後、10 分間振り混ぜ続けても再び呈色しない点とする。別に空試験を行い、次式から残存モノマー量を求める。

$$\text{残存モノマーの含量 (\%)} = \frac{0.0047 \times (a-b)}{c} \times 100 \quad (\%)$$

a: 空試験の 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

b: 試料の 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

c: 試料の量 (g)

## 2. 液体クロマトグラフィー

液体クロマトグラフィーは、適当な固定相を用いて作られたカラムに試料混合物を注入し、移動相として液体を用い、固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、液体試料又は溶液にできる試料に適用でき、物質の確認、純度の試験又は定量などに用いる。

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。

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

### 装置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入装置、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、反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽などを用いる。ポンプは、カラム及び連結チューブなどの中に移動相及び反応試薬を一定流量で送ることができるもの

である。試料導入装置は、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填剤を内面が平滑で不活性な金属などの管に均一に充填したものである。なお、充填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ができる。検出器は、試料の移動相とは異なる性質を検出するもので、紫外又は可視吸光度計、蛍光光度計、示差屈折計、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、通例、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。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。必要に応じて記録装置として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。

#### 操作法

装置をあらかじめ調整した後、材料成分各条に規定する操作条件の検出器、カラム、移動相を用い、移動相を規定の流量で流し、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。分析される成分が検出器で検出されるのに適した吸収、蛍光などの物性を持たない場合には、適当な誘導体化を行い検出する。誘導体化は、通例、プレラベル法又はポストラベル法による。

#### 確認及び純度の試験

確認は、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り試験を行う。

純度は、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。ただし、正確な組成比を得るためには混在物の主成分に対する感度比に基づくピーク面積の補正を行う。

### 3. 塩化物試験法

塩化物試験法は、試料中に混在する塩化物の限度試験である。材料成分各条には、塩化物（Cl として）の限度をパーセントで付記する。

#### 操作法

別に規定するもののほか、材料成分各条に規定する量の試料をネスラー管にとり、水適量に溶かし 40mL とする。これに希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。別に各条に規定する量の 0.01mol/L 塩酸をとり、希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とし、比較液とする。この場合、検液が澄明でないときは、両液を同条件でろ過する。

検液及び比較液に硝酸銀試液 1mL ずつを加えて混和し、直射日光を避け、5 分間放置した後、黒色の背景を用い、ネスラー管の上方又は側方から観察して混濁を比較する。

検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くない。

#### 4. 炎色反応試験法

炎色反応試験法は、ある種の元素が鋭敏にブンゼンバーナーの無色炎をそれぞれ固有の色に染める性質を利用して、その元素の定性を行う方法である。

##### 操作法

試験に用いる白金線は径約 0.8mm で、先端は直線のままで用いる。試料が固体の場合は塩酸少量を加えてかゆ状とし、その少量を白金線の先端から約 5mm までの部分に付け、水平に保って無色炎中に入れ、試験する。また、試料が液体の場合は白金線の先端を試料中に約 5mm 浸し、静かに引き上げて、以下固体の場合と同様に試験する。

#### 5. 灰分試験法

灰分試験法とは、主として試料中の灰分の量を試験する方法である。

##### 操作法

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを 500～550℃で 1 時間強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。別に規定するもののほか、試料 2～4g を採取し、前のるつぼに入れ、その質量を精密に量り、必要ならばるつぼのふたをとるか、又はずらし、初めは弱く加熱し、徐々に温度を上げて 500～550℃で 4 時間以上強熱して、炭化物が残らなくなるまで灰化する。放冷後、その質量を精密に量る。再び残留物を恒量になるまで灰化し、放冷後、その質量を精密に量り、灰分の量 (%) とする。この方法で、なお炭化物が残り、恒量にならないときは、熱湯を加えて浸出し、定量分析用紙を用いてろ過し、残留物はろ紙及びろ紙上の不純物と共に炭化物がなくなるまで強熱する。これにろ液を加えた後、蒸発乾固し、強熱する。放冷後、質量を精密に量り、灰分の量 (%) とする。この方法でも炭化物が残るときは、エタノール (95) 少量を加えて潤し、ガラス棒で炭化物を砕き、ガラス棒をエタノール (95) 少量で洗い、エタノールを注意して蒸発させた後、前と同様に操作して灰分を量る。放冷はデシケーター (シリカゲル) で行う。

#### 6. ガスクロマトグラフィー

ガスクロマトグラフィーは、適当な固定相を用いて作られたカラムに、試料混合物を注入し、移動相として気体 (キャリアーガス) を用い、固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、気体試料又は気化できる試料に適用でき、物質の確認又は純度の試験などに用いる。

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  $k$  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。

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

## 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り、必要ならば燃焼ガス、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、ヘッドスペース用試料導入装置などを用いる。

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、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、充てんカラム用とキャピラリーカラム用がある。なお、キャピラリーカラム用試料導入装置には、分割導入方式と非分割導入方式の装置がある。通例、カラムは、充てんカラム及びキャピラリーカラムの二種類に分けられる。充てんカラムは、一定の大きさにそろえたガスクロマトグラフィー用充てん剤を不活性な金属、ガラス又は合成樹脂などの管に均一に充てんしたものである。なお、充てんカラムのうち、内径が1mm以下のものは、充てんキャピラリーカラム（マイクロパックドカラム）ともいう。キャピラリーカラムは、不活性な金属、ガラス、石英又は合成樹脂などの管の内面にガスクロマトグラフ用の固定相を保持させた中空構造のものである。カラム恒温槽は、必要な長さのカラムを収容できる容積があり、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、アルカリ熱イオン化検出器、炎光光度検出器、質量分析計、水素熱イオン化検出器、電子捕獲検出器、熱伝導度検出器などがある。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。

## 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。装置をあらかじめ調整した後、材料成分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させる。

## 確認及び純度の試験

確認は、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り試験を行う。

純度は、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。

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。ただし、正確な組成比を得るためには、混在物の主成分に対する感度比に基づくピーク面積の補正を行う。

## 7. 乾燥減量試験法

乾燥減量試験法は、試料を材料成分各条に規定する条件で乾燥し、その減量を測定する方法であ

る。この方法は乾燥することによって失われる試料中の水分、結晶水の全部又は一部及び揮発性物質などの量を測定するために用いる。

各条に、例えば1.0%以下(1g、105℃、4時間)と規定するものは、本品約1gを精密に量り、105℃で4時間乾燥するとき、その減量が本品1gにつき10mg以下であることを示し、また、0.5%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、4時間)と規定するものは、本品約1gを精密に量り、酸化リン(V)を乾燥剤としたデシケーターに入れ、4時間減圧乾燥するとき、その減量が本品1gにつき5mg以下であることを示す。

#### 操作法

はかり瓶をあらかじめ、材料成分各条に規定する方法に準じて30分間乾燥し、その質量を精密に量る。試料は各条に規定する量の±10%の範囲内で採取し、はかり瓶に入れ、別に規定するもののほか、その層が5mm以下になるように広げた後、その質量を精密に量り、これを乾燥器に入れ、各条に規定する条件で乾燥する。試料が大きいときは、手早く粉砕して径2mm以下としたものを用いる。乾燥後、乾燥器から取り出し、質量を精密に量る。加熱して乾燥する場合は、加熱温度を各条に規定する温度の±2℃の範囲とし、乾燥後、デジケーター(シリカゲル)で放冷する。

各条に規定する乾燥温度よりも低温で融解する試料は、融解温度より5～10℃低い温度で、1～2時間乾燥した後、各条に規定する条件で乾燥する。乾燥剤は各条に規定するものを用い、しばしば取り替える。

## 8. 吸光度測定法

吸光度測定法は、通例、波長200nmから800nmまでの範囲の光が、物質により吸収される度合いを測定し、物質の確認、純度の試験及び定量などを行う方法である。ただし、原子吸光度計を用いる方法は、別に規定する方法による。

単色光が、ある物質の溶液を通過するとき、透過光の強さ $I$ の入射光の強さ $I_0$ に対する比率を透過度 $t$ といい、これを百分率で表したものを透過率 $T$ という。また透過度の逆数の常用対数を吸光度 $A$ という。

$$t = \frac{I}{I_0} \quad T = \frac{I}{I_0} \times 100 = 100t \quad A = \log \frac{I_0}{I}$$

吸光度 $A$ は溶液の濃度 $c$ 及び層長に $l$ に比例する。

$$A = kcl \quad (k \text{は定数})$$

$l$ を1cm、 $c$ を吸光物質の濃度1mol/Lの溶液に換算したときの吸光度をモル吸光係数 $\epsilon$ という。吸収極大波長におけるモル吸光係数は $\epsilon_{\max}$ で表す。

物質の溶液に光を通すとき、吸光度はその光の波長によって異なる。したがって、少しずつ波長の異なった光について吸光度を測定し、それらの吸光度と波長との関係を示す曲線を描くことにより、紫外可視吸収スペクトル(以下「吸収スペクトル」という)が得られる。この吸収スペクトルから、その物質の吸収極大波長 $\lambda_{\max}$ 及び吸収極小波長 $\lambda_{\min}$ を知ることができる。また、吸収スペクトルはその物質の化学構造によって定まる。したがって、特定の波長範囲の吸収スペクトルを測定して参照スペクトルあるいは標準品の吸収スペクトルと比較するか、吸収極大波長などを測定する

か、又は特定の二つの波長における吸光度の比を測定することなどによって、物質の確認を行うことができる。更に吸収極大波長における一定濃度の溶液などの吸光度を測定し、一定濃度の標準溶液などの吸光度と比較することによって、定量を行うことができる。

#### 装置及び調整法

測定装置として分光光度計又は光電光度計を用いる。

あらかじめ分光光度計又は光電光度計に添付されている操作方法により装置を調整した後、波長及び透過率が以下の試験に適合することを確認する。

波長は、波長校正用光学フィルターを用い、それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長付近における透過率を測定し、透過率が極小値を示す波長を読み取る試験を行うとき、その測定波長と基準値の波長のずれは $\pm 0.5\text{nm}$ 以内で、測定を3回繰り返して行うとき、測定値はいずれも平均値 $\pm 0.2\text{nm}$ 以内である。なお、低圧水銀ランプの253.65nm、365.02nm、435.84nm、546.07nm又は重水素放電管の486.00nm、656.10nmの輝線を用いて試験を行うことができる。このときの測定波長と輝線の波長とのずれは $\pm 0.3\text{nm}$ 以内で、測定を3回繰り返して行うとき、測定値はいずれも平均値 $\pm 0.2\text{nm}$ 以内である。

透過率又は吸光度は、透過率校正用光学フィルターを用い、それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長における透過率を読み取る試験を行うとき、その測定透過率と基準透過率のずれは試験成績書に示された相対精度の上限値及び下限値にそれぞれ1%を加えた値以内で、測定を3回繰り返して行うとき、吸光度の測定値（あるいは透過率の測定値を吸光度に換算した値）は、吸光度が0.500以下のとき、いずれも平均値 $\pm 0.002$ 以内であり、吸光度が0.500を超えるとき、いずれも平均値 $\pm 0.004$ 以内にある。なお、同一波長において透過率の異なる透過率校正用光学フィルターの複数枚を用い、透過率の直線性の確認を行うことが望ましい。

#### 操作法

あらかじめ装置及び調整法の項に規定する方法により調整した装置を用い、光源、検出器、装置の測定モード、測定波長又は測定波長範囲、スペクトル幅及び波長走査速度などを選択し、設定する。装置を作動させ一定時間放置し、装置が安定に作動することを確認する。次に、通例、試料光路にシャッターを入れて光を遮り、測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値がゼロ%になるように調整する。更にシャッターを除き、測定波長又は測定波長範囲でも透過率の指示値が100%（又は吸光度がゼロ）になるように調整する。

対照液などを入れたセルを光路に入れる。通例、対照液などを入れたセルを試料光路及び対照光路に置き、透過率の指示値を100%（又は吸光度をゼロ）に調整する。

対照液には、別に規定するもののほか、試験に用いた溶媒を用いる。

次に測定しようとする溶液などを入れたセルを試料光路に入れ、目的とする測定波長における吸光度又は目的とする測定波長範囲における吸収スペクトルを測定する。

なお、紫外部の吸収測定には石英製、可視部の吸収測定にはガラス製又は石英製のセルを用い、別に規定するもののほか、層長は1cmとする。また紫外部の吸収測定に用いる溶媒の吸収については特に考慮し、測定の妨げにならないものを用いる。

#### 比吸光度

$l$ を1cm、 $c$ を薬品の濃度1w/v%の溶液に換算したときの吸光度を比吸光度といい、 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ で表す。

$$E_{1cm}^{1\%} = \frac{A}{c \times l}$$

$l$ : 層長 (cm)

$A$ : 吸光度

$c$ : 溶液の濃度 (w/v%)

材料成分各条に、例えば、 $E_{1cm}^{1\%}$  (241nm) : 500~530 (乾燥後、2mg、メタノール、200mL) と規定するものは、本品を乾燥減量の項に規定する条件で乾燥し、その約 2mg をマイクロ化学はかりを用いて精密に量り、メタノールに溶かして正確に 200mL とし、この液につき、層長 1cm で波長 241nm における吸光度を操作法の項に規定する方法により測定するとき、 $E_{1cm}^{1\%}$  が 500~530 であることを示す。

#### 吸収波長による確認及び混在物等の限度試験

試料から得られた吸収スペクトルの吸収極大波長が確認しようとする物質の材料成分各条に規定される吸収極大波長範囲に含まれるかどうかを検討し、試料から得られた吸収極大波長が各条の規定に合致するとき、試料と材料成分各条材料成分の同一性が確認される。

試料の中に混在する不純物等に特徴的な波長において、試料の吸光度を測定し、各条に規定された限度値を比較することにより、試料中の混在物の限度が確認される。

## 9. 強熱残分試験法

強熱残分試験法は、試料を次の方法で強熱するとき、残留する物質の量を測定する方法である。通例、有機物中に不純物として含まれる無機物の含量を知る目的で行うが、場合によっては、有機物中に構成成分として含まれる無機物又は揮発性無機物中に含まれる不純物の量を測定するために行う。

#### 試料の採取法

あらかじめ、適切なるつぼ (例えば、シリカ製、白金製、石英製又は磁製) を、 $600 \pm 50^\circ\text{C}$  で 30 分間強熱し、デシケーター (シリカゲル又は適切な乾燥剤) 中で放冷後、その質量を精密に量る。

これに、別に規定するもののほか、試料 1g を精密に量り、次の操作を行う。なお、材料成分各条で乾燥後と規定する場合には、乾燥減量の項の条件で乾燥した試料を量る。

#### 操作法

##### 第 1 法

試料に硫酸少量、通例、1mL を加えて潤し、なるべく低温で徐々に加熱して、試料を完全に炭化させる。いったん放冷した後、再び硫酸少量、通例、1mL で潤して、白煙が生じなくなるまで徐々に加熱し、更に  $600 \pm 50^\circ\text{C}$  で強熱して、残留物を灰化する。操作中は、炎をあげて燃焼しないように注意する。これをデシケーター (シリカゲル又は適切な乾燥剤) 中で放冷し、その質量を精密に量り、残分の百分率を計算する。

残分の百分率が材料成分各条に規定された限度値を超える場合には、別に規定するもののほか、更に上記と同様の硫酸による湿潤、加熱及び 30 分間の強熱操作を繰り返し、前後の秤量差が 0.5mg 以下になるか、又は残分の百分率が各条に規定する限度値以下になったときに試験を終了する。

## 第2法

試料を徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化又は揮散させた後、硫酸で潤し、完全に灰化し、恒量になるまで強熱する。これをデシケーター（シリカゲル又は適切な乾燥剤）中で放冷した後、質量を精密に量る。

## 第3法

試料を初めは弱く加熱し、徐々に赤熱（800～1200℃）して完全に灰化する。これをデシケーター（シリカゲル又は適切な乾燥剤）中で放冷した後、質量を精密に量る。もし、この方法で、なお、炭化物が残るときは、熱湯を加えて浸出し、定量分析用紙（5種C）を用いてろ過し残留物をろ紙とともに赤熱する。これにろ液を加えた後、蒸発乾固し、炭化物がなくなるまで注意しながら赤熱する。これをデシケーター（シリカゲル又は適切な乾燥剤）中で放冷した後、質量を精密に量る。この方法でも炭化物が残るときは、エタノール15mLを加え、ガラス棒で炭化物を砕き、エタノールを燃焼させ、更に注意しながら赤熱した後、前と同様に操作して質量を精密に量る。

## 10. けん化価測定法

けん化価測定法とは、試料に含まれるエステル及び遊離酸の量を測定する方法である。けん化価は、試料1g中のエステルのけん化及び遊離酸の中和に要する水酸化カリウム（KOH：56.11）のmg数をいう。

### 操作法

別に規定するもののほか、試料1gを精密に量り、200mLのフラスコに入れ、0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液25mLを正確に加える。これにすり合わせの還流冷却器又は長さ750mm、内径6mmの空気冷却器を付けて水浴上で時々揺り動かしながら1時間加熱する。冷後、0.5mol/L塩酸で過量の水酸化カリウムを滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液1mL）。同様の方法で空試験を行う。

$$\text{けん化価} = \frac{(a-b) \times 28.053}{c}$$

a：空試験の0.5mol/L塩酸の消費量（mL）

b：試料の0.5mol/L塩酸の消費量（mL）

c：試料の量（g）

## 11. 原子吸光光度法

原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき、基底状態の原子が特有の波長の光を吸収する現象を利用し、試料中の被検元素の量（濃度）を測定する方法である。

### 装置

通例、光源部、試料原子化部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。また、バックグラウンド補正部を備えたものもある。光源部には中空陰極ランプ又は放電ランプなどを用いる。試料原子

化部はフレーム方式、電気加熱方式及び冷蒸気方式があり、冷蒸気方式は更に還元気化法、加熱気化法に分けられる。フレーム方式はバーナー及びガス流量調節器、電気加熱方式は電気加熱炉及び電源部、冷蒸気方式は還元気化器や加熱気化器などの水銀発生部及び吸収セルからなる。分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部にはディスプレイ、記録装置などがある。バックグラウンド補正部は、バックグラウンドを補正するためのもので、方式には連続スペクトル光源方式、ゼーマン方式、非共鳴近接線方式、自己反転方式がある。その他の特殊な装置として、水素化物発生装置及び加熱吸収セルがあり、セレンなどの分析に用いることができる。水素化物発生装置には、貯留式又は連続式があり、加熱吸収セルには、フレームによる加熱用又は電気炉による加熱用のものがある。

#### 操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。

##### (1) フレーム方式

別に規定する光源ランプを装てんし、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に別に規定する支燃性ガス及び可燃性ガスを用い、これらの混合ガスに点火してガス流量、圧力を調整し、溶媒をフレーム中に噴霧してゼロ合わせを行う。別に規定する方法で調製した試料溶液をフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

##### (2) 電気加熱方式

別に規定する光源ランプを装てんし、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に別に規定する方法で調製した試料溶液の一定量を電気加熱炉（発熱体）に注入し、適当な流量のフローガスを流し、温度、時間、加熱モードを適当に設定して、乾燥、灰化、原子化を行い、その吸光度を測定する。

##### (3) 冷蒸気方式

低圧水銀ランプを装てんし、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に還元気化法では、別に規定する方法で調製した試料溶液を密閉器にとり、適当な還元剤を加えて元素になるまで還元した後、気化させる。また、加熱気化法では試料を加熱して気化させる。これらの方法によって生じた原子蒸気の吸光度を測定する。

## 12. 酸価測定法

酸価測定法とは、試料1gを中和するに要する水酸化カリウム（KOH：56.11）のmg数を測定する方法である。

#### 操作法

##### 第1法

別に規定するもののほか、試料の酸価及び試験液の溶媒量に応じて表に規定する試料の量を250mLの共栓フラスコに精密に量り、溶媒として、エタノール（95）又はジエチルエーテル／エタノール（95）混液（1：1又は2：1）100mL（又は50mL）を加え、必要ならば加温して溶かし、

フェノールフタレイン試液数滴を加え、0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で 30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定する。同様の方法で空試験を行って補正する。

$$\text{酸価} = \frac{a \times 5.611}{b}$$

a : 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液の消費量

b : 試料の量 (g)

## 第2法

別に規定するもののほか、試料の酸価及び試験液の溶媒量に応じて表に規定する試料の量を 250mL の共栓フラスコに精密に量り、溶媒として、エタノール (95) 又はジエチルエーテル/エタノール (95) 混液 (1:1 又は 1:2) 50mL を加え、必要ならば加温して溶かし、フェノールフタレイン試液数滴を加え、0.1mol/L 水酸化カリウム液で 30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定する。同様の方法で空試験を行って補正する。

$$\text{酸価} = \frac{a \times 5.611}{b}$$

a : 0.1mol/L水酸化カリウム液の消費量

b : 試料の量 (g)

表 試料の採取量

溶媒量 100mL の場合		溶媒量 50mL の場合	
酸価	試料採取量(g)	酸価	試料採取量(g)
5 未満	20	5 未満	10
5 以上 15 未満	10	5 以上 15 未満	5
15 以上 30 未満	5	15 以上 50 未満	3
30 以上 100 未満	2.5	50 以上 120 未満	1
100 以上	1.0	120 以上	0.5

## 13. 重金属試験法

重金属試験法は、試料中に混在する重金属の限度試験である。この重金属とは、酸性で硫化ナトリウム試液によって呈色する金属製混在物をいい、その量は鉛 (Pb) の量として表す。

材料成分各条には、重金属 (Pb として) の限度を ppm で付記する。

### 検液及び比較液の調製法

別に規定するもののほか、次の方法によって検液及び比較液を調製する。

#### 第1法

試料 1.0g をネスラー管にとり、水適量に溶かし、40mL とする。これに希酢酸 2mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。

比較液は、材料成分各条に規定する限度値に応じて表に規定する量の鉛標準液をネスラー管にとり、希酢酸 2mL 及び水を加えて 50mL とする。

## 第2法

試料 1.0g を石英製又は磁製のるつぼに量り、ゆるくふたをし弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2mL 及び硫酸 5 滴を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、500~600℃で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2mL を加え、必要ならばろ過し、水 10mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50mL とし、検液とする。

比較液は、硝酸 2mL、硫酸 5 滴及び塩酸 2mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、材料成分各条に規定する限度値に応じて表に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50mL とする。

## 第3法

試料 1.0g を石英製又は磁製のるつぼに量り、徐々に加熱して炭化した後、450~550℃で灰化する。冷後、塩酸 2mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸 2mL 及び水を加えて 50mL とする。

比較液は、材料成分各条に規定する限度値に応じて表に規定する量の鉛標準液をネスラー管にとり、希酢酸 2mL 及び水を加えて 50mL とする。

## 操作法

検液及び比較液に硫化ナトリウム試液 1 滴ずつ加えて混和し、5 分間放置した後、両管を白色の背景を用い、上方又は側方から観察して液の色を比較する。検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

表 重金属限度値に対する鉛標準液の採取量（試料採取量 1.0g のとき）

限度値	鉛標準液採取量	限度値	鉛標準液採取量
10ppm	1mL	30ppm	3mL
20ppm	2mL	50ppm	5mL

## 1.4. 赤外吸収スペクトル測定法

赤外吸収スペクトル測定法は、赤外線が試料を通過するときに吸収される割合を、各波数について測定する方法である。赤外吸収スペクトルは通例、横軸に波数を、縦軸に透過率又は吸光度をとったグラフで示される。吸収ピークの波数及び透過率（又は吸光度）はグラフ上で読み取ることができるほか、データ処理装置による算出値を用いることができる。赤外吸収スペクトルの吸収波数とその強度は、対象とする物質の化学構造によって定まることから、物質の確認又は定量のために用いることができる。

### 装置及び調整法

分散形赤外分光光度計又はフーリエ変換形赤外分光光度計を用いる。

あらかじめ分光光度計を調整した後、分解能、透過率の再現性及び波数の再現性が以下の試験に適合することを確認する。厚さ約 0.04mm のポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定するとき、得られた吸収スペクトルの 2870cm<sup>-1</sup> 付近の極小と 2850cm<sup>-1</sup> 付近の極大における透過率 (%) の差は 18% 以上である。また、1589cm<sup>-1</sup> 付近の極小と 1583cm<sup>-1</sup> 付近の極大の透過率 (%) の差は 12% 以上



である。

波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数 ( $\text{cm}^{-1}$ ) のうち、いくつかを用いて補正する。なお、( )内の数値はこれらの値が定められたときの許容範囲を示す。

3060.0 ( $\pm 1.5$ )	2849.5 ( $\pm 1.5$ )	1942.9 ( $\pm 1.5$ )	1601.2 ( $\pm 1.0$ )
1583.0 ( $\pm 1.0$ )	1154.5 ( $\pm 1.0$ )	1028.3 ( $\pm 1.0$ )	

ただし、分散形装置を用いる場合の許容範囲は、 $1601.2 \text{ cm}^{-1}$ における吸収波数が  $1601.2 \pm 2.0 \text{ cm}^{-1}$ 、 $1028.3 \text{ cm}^{-1}$ における吸収波数が  $1028.3 \pm 2.0 \text{ cm}^{-1}$ の範囲内にあることとする。

透過率及び波数の再現性は、ポリスチレン膜の  $3000 \sim 1000 \text{ cm}^{-1}$ における数点の吸収を 2 回繰り返し測定するとき、透過率の差は 0.5%以内とし、波数の差は  $3000 \text{ cm}^{-1}$ 付近で  $5 \text{ cm}^{-1}$ 以内、 $1000 \text{ cm}^{-1}$ 付近で  $1 \text{ cm}^{-1}$ 以内とする。

#### 試料の調製及び測定

試料は別に規定するもののほか、材料成分各条に「乾燥し」とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものをを用いる。試料は主な吸収帯の透過率が 5~80%の範囲になるように次のいずれかの方法によって調製する。窓板は塩化ナトリウム、臭化カリウムなどを使用する。対照は、通例、複光束型の装置では補償光路側に置かれて試料と同時に測定され、単光束型の装置では試料と同一光路に置かれて別に測定される。対照のとり方は試料調製法により異なり、測定雰囲気バックグラウンド吸収が用いられることもある。

各条で特に規定されるもののほか、通例、試料の吸収スペクトルは波数  $4000 \sim 400 \text{ cm}^{-1}$ の範囲で測定する。なお、吸収スペクトルの測定は装置の分解能、波数目盛り及び波数精度の確認を行ったときと同一の操作条件の下で行う。

吸収波数の規定にあたって波数  $2000 \text{ cm}^{-1}$ 以上では  $10 \text{ cm}^{-1}$ 単位で波数をまるめ、かつ、その末尾に「付近」の語句を付け加える。

##### (1) 臭化カリウム錠剤法

固体試料 1~2mg をめのう製乳鉢で粉末とし、これに赤外吸収スペクトル用臭化カリウム 0.10~0.20g を加え、湿気を吸わないように注意し、速やかによくすり混ぜた後、錠剤成形器に入れて加圧製錠する。通例、同様にして対照臭化カリウム錠剤を製する。ただし、必要ならば、 $0.67 \text{ kPa}$ 以下の減圧下に錠剤の単位面積 ( $\text{cm}^2$ ) 当たり  $50 \sim 100 \text{ kN}$  ( $5000 \sim 10000 \text{ kg}$ ) の圧力を 5~8 分間加えて透明な錠剤を製する。

##### (2) 溶液法

材料成分各条に規定する方法で調製した試料溶液を液体用固定セルに注入し、通例、試料の調製に用いた溶媒を対照として測定する。なお、本法に用いる溶媒としては、試料との相互作用又は化学反応がなく、窓板を侵さないものを用いる。固定セルの厚さは、通例、 $0.1 \text{ mm}$ 又は  $0.5 \text{ mm}$ とする。

##### (3) 薄膜法

試料が薄膜状である場合はそのまま測定する。粉末・粒状・繊維状等である場合は、別に規定するもののほか、以下の方法で薄膜を調製し測定する。

- ① 試料を加熱溶融し圧縮し、薄膜状とする。
- ② 試料を適切な溶媒に溶かし、窓板に塗布後、溶媒を蒸発させて薄膜状とする。

#### 確認方法

確認しようとする物質の特性吸収波数が材料成分各条で定められている場合、試料による吸収が、規定されたすべての吸収波数で明確に認められるとき、試料と確認しようとする物質の同一性が確認される。

## 15. 定性反応試験法

定性反応は、材料成分の確認試験に用い、通例、材料成分各条に規定する液 2~5mL をとり、試験を行う。

### アルミニウム塩

アルミニウム塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の水酸化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

### カリウム塩

カリウム塩につき、炎色反応試験を行うとき、淡紫色を呈する。炎が黄色のときは、コバルトガラスを通して観察すると赤紫色に見える。

### ナトリウム塩

ナトリウム塩につき、炎色反応試験を行うとき、黄色を呈する。

### 硫酸塩

- (1) 硫酸塩の溶液に塩化バリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、希硝酸を追加しても沈殿は溶けない。
- (2) 硫酸塩の溶液に等容量の希塩酸を加えても白濁しない（チオ硫酸塩との区別）。また、二酸化イオウのにおいを発しない（亜硫酸塩との区別）。

## 16. 粘度測定法

粘度測定法とは、試料の粘度を粘度計によって測定する方法である。

液体が一定方向に運動するとき、その流れに垂直な方向に速度の差があるとき、その流れに平行な平面の両側に内部摩擦力が生じる。その性質を粘性という。流れに平行な平面の単位面積当たりの内部摩擦力ずり応力又はせん断応力といい、流れに垂直な方向の速度勾配をずり速度又はせん断速度という。ずり応力がずり速度に比例する液体をニュートン液体といい、その比例定数 $\eta$ は一定温度においてその液体に固有の定数で、粘度という。その単位は、パスカル秒 (Pa·s) を用いるが、通例、ミリパスカル秒 (mPa·s) で示す。

また、ずり応力がずり速度に比例しない液体を非ニュートン液体といい、これらの液体の粘度はずり速度に応じてさまざまに変化することから、みかけの粘度という。この場合、ずり応力をこれに対応するずり速度で除した値がみかけの粘度であり、ずり速度とみかけの粘度の関係が得られれば、これら非ニュートン液体の流動特性を知ることができる。

粘度 $\eta$ を同温度のその液体の密度で除した値を動粘度 $\nu$ といい、その単位として平方メートル毎秒 ( $m^2/s$ ) を用いるが、通例、平方ミリメートル毎秒 ( $mm^2/s$ ) で示す。

液体の粘度は、次に記載する方法のいずれかにより測定する。

### 第1法 毛細管粘度計法

この測定法は、ニュートン液体の粘度を測定する方法で、一定体積の液体が、毛細管を流下するのに要する時間  $t$  (s) を測定し、次式によって動粘度  $\nu$  を算出する。

$$\nu = K t$$

粘度  $\eta$  を求めるには、更にその温度における試料の密度  $\rho$  (g/mL) を測定し、次式によって算出する。

$$\eta = \nu \rho = K t \rho$$

$K$  (mm<sup>2</sup>/s<sup>2</sup>) は粘度計の定数で、粘度計校正用標準液を用いてあらかじめ定めておく。水の粘度に近い粘度を測定する粘度計では、標準液として水を用いる。水の動粘度は 20°C で 1.0038mm<sup>2</sup>/s である。比較的高い粘度を測定する粘度計では、標準液として粘度計校正用標準液を用いる。

高分子物質を含む液体の粘度の濃度依存性を測定し、得られた直線の濃度を 0 に外挿することにより、高分子物質の極限粘度  $[\eta]$  (dL/g) を求めることができる。極限粘度は液体 (試料溶液) 中における高分子の拡がりの度合いを示すものであり、分子量の目安ともなる。極限粘度は、濃度  $c$  (g/dL) の試料溶液の流下時間  $t$  及び溶媒の流下時間  $t_0$  の測定値から次式により算出する。

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{(t/t_0) - 1}{c} \quad \text{又は} \quad [\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\ln(t/t_0)}{c}$$

ただし、 $\{(t/t_0) - 1\} / c$  の濃度依存性があまり大きくない場合、材料成分各条で規定された試料濃度について得られた  $\{(t/t_0) - 1\} / c$  の値を極限粘度とすることができる。

次の装置及び操作法を用いて流下時間を測定する。

#### 装置

1~10000mm<sup>2</sup>/s の液体の動粘度の測定には、図 1 に示すウベローゼ型粘度計を用いる。毛細管の内径と測定に適する動粘度の範囲との大体的な関係を表 1 に示す。なお、この表に示した以外の粘度計を用いることができるが、その場合、毛細管の内径として、試料溶液の流下時間が 200~1000 秒になるような粘度計を選ぶ。

#### 操作法

試料溶液を管 1 から静かに入れ、粘度計を垂直に静置したとき、試料溶液の液面が球 A の二つの標線の間にくるようにする。この粘度計を、材料成分各条に規定する温度 ( $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ) の恒温槽中に、球 C が水の中に没するまで入れ、垂直に保持し、試料溶液が規定の温度になるまで約 20 分間放置する。管 3 を指で閉じて空気の泡が管 2 中に入らないようにし、管 2 の上端から弱く吸引して液面を球 C の中心部まで引き上げた後、吸引をやめ、管 3 の管口を開き、直ちに管 2 の管口を閉じる。毛細管の最下端で液柱が切れていることを確認した後、管 2 の管口を開き、液面が球 B の上の標線から下の標線まで流下するのに要する時間  $t$  (s) を測定する。

$K$  の値は、あらかじめ、粘度計校正用標準液で同様な実験を行って定めておく。ただし、このときの温度は、各条で規定された温度に合わせる必要がある。

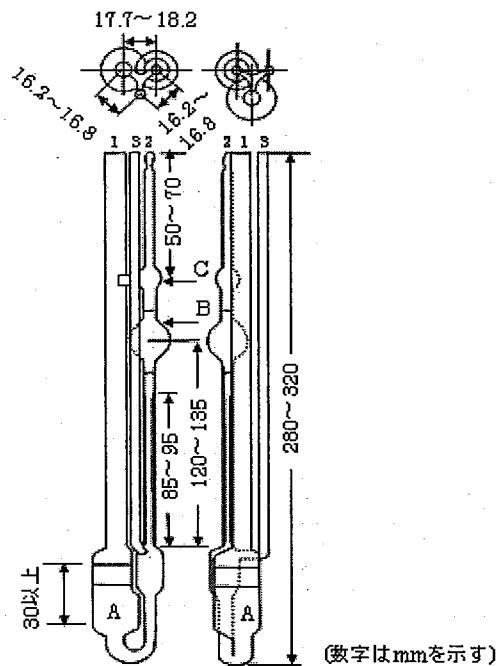


図1 毛細管粘度計の概略図

表1 ウベローデ型粘度計の規格

粘度計の概略の定数 (K) (mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup> )	毛細管の内径 (mm) [許容差 ±10%]	球 B の容量 (mL) [許容差 ±10%]	動粘度の測定範囲 (mm <sup>2</sup> /s)
0.005	0.46	3.0	1~5
0.01	0.58	4.0	2~10
0.03	0.73	4.0	6~30
0.05	0.88	4.0	10~50
0.1	1.03	4.0	20~100
0.3	1.36	4.0	60~300
0.5	1.55	4.0	100~500
1.0	1.83	4.0	200~1000
3.0	2.43	4.0	600~3000
5.0	2.75	4.0	1000~5000
10.0	3.27	4.0	2000~10000
30.0	4.32	4.0	6000~30000
50.0	5.20	5.0	10000~50000
100.0	6.25	5.0	20000~100000

## 第2法 回転粘度計法

この測定法は、ニュートン液体あるいは非ニュートン液体に対して適用する方法であり、液体中を一定の角速度で回転するローターに作用する力（トルク）をバネのねじれ度で検出し、粘度に換算する原理等を応用した測定法である。

次の装置及び操作法を用いて粘度を測定する。

### 装置

粘度測定は次のいずれかの装置による。

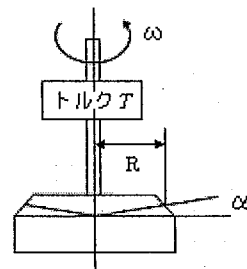
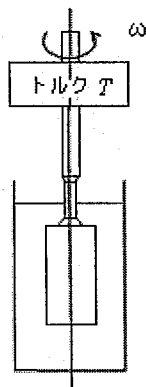
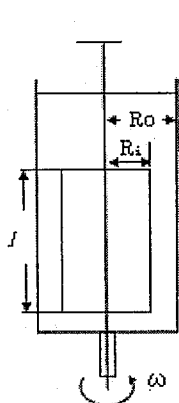


図2 共軸二重円筒形回転粘度計 図3 単一円筒形回転粘度計 図4 円すい—平板形回転粘度計

#### (1) 共軸二重円筒形回転粘度計 (クエット型粘度計)

共軸二重円筒形回転粘度計は、同一中心軸を持つ外筒及び内筒のすきまに液体を満らし、内筒又は外筒を回転させるとき、液体を介して円筒間に伝わるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である。

図2に示すように、内筒をねじり定数  $k$  の針金で吊る。内筒及び外筒の半径をそれぞれ  $R_i$ 、 $R_o$  とし、内筒が液体に浸る部分の長さを  $l$  とする。外筒中に液体を入れ、一定の角速度  $\omega$  で回転させるとき、液体の粘性のために内筒も回転を始めるが、針金にトルク  $T$  が生じるため、内筒は  $\theta$  だけ回転して釣り合う。このとき  $T = k\theta$  であり、 $\omega$  と  $\theta$  との関係を測定することにより、液体の粘度  $\eta$  を次式によって算出する。内筒を回転させた場合にも、同様の式が成り立つ。

$$\eta = \frac{100T}{4\pi l \omega} \left( \frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_o^2} \right)$$

$\eta$  : 液体の粘度 (mPa·s)

$\pi$  : 円周率

$l$  : 円筒 (内筒) の長さ (cm)

$\omega$  : 角速度 (rad/s)

$T$  : 円筒面に作用するトルク ( $10^{-7}$ N·m)

$R_i$  : 内筒の外径の 1/2 (cm)

$R_o$  : 外筒の内径の 1/2 (cm)

#### (2) 単一円筒形回転粘度計 (ブルックフィールド型粘度計)

単一円筒形回転粘度計は、液体中の円筒を一定角速度で回転させたときのトルクを測定する粘度計である。装置の概略を図3及び図5に示す。あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて実験的に装置定数  $K_B$  を定めることにより、液体の粘度  $\eta$  を次式によって算出する。

$$\eta = K_B \frac{T}{\omega}$$

$\eta$ : 液体の粘度 (mPa·s)

$K_B$ : 装置定数 (rad/cm<sup>3</sup>)

$\omega$ : 角速度 (rad/s)

$T$ : 円筒面に作用するトルク (10<sup>-7</sup>N·m)

### (3) 円すい—平板形回転粘度計 (コーンプレート型粘度計)

円すい—平板形回転粘度計は、同一回転軸を持つ平円板及び頂角の大きい円すいの隙間に液体を挟んで、一方を回転させ、他方の受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である。装置の概略は図4に示す。

円すいと平円板の角度  $\alpha$  の隙間に液体を入れ、円すい又は平円板を一定の角速度若しくは一定のトルクで回転させ、定常状態に達したときの平円板又は円すいが受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定することにより、液体の粘度  $\eta$  を次式によって算出する。

$$\eta = \frac{3\alpha}{2\pi R^3} \cdot \frac{100T}{\omega}$$

$\eta$ : 液体の粘度 (mPa·s)

$\pi$ : 円周率

$R$ : 円すいの半径 (cm)

$\alpha$ : 平円板と円すいとがなす角度 (rad)

$\omega$ : 角速度 (rad/s)

$T$ : 平円板又は円すい面に作用するトルク (10<sup>-7</sup>N·m)

#### 操作法:

##### (1) 回転粘度計一般

粘度計は、その回転軸が水平面に対し垂直になるように設置する。材料成分各条に規定する試料溶液を調製し、必要量を装置に充てんした後、各条に規定する温度になるまで放置する。粘度の測定精度を1%以内とする必要がある場合、測定系の温度制御は±0.1℃以内に保つ必要がある。次に、試料溶液が、規定の温度にあることを確認した後、装置を作動させる。回転が定常状態に達し、回転数又はトルクに対応する粘度計の指示目盛が安定した後、指示値を読み取り、各々の装置に対応した計算式を用いて粘度  $\eta$  を算出する。また、あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて測定を行い、装置定数の決定又は確認及び操作法の妥当性の確認を行う。

なお、非ニュートン液体の場合、一定の回転速度又は一定のトルクを負荷してみかけの粘度を得る操作を、回転速度又はトルクを変えながら繰り返し、これら一連の測定から試料溶液のずり速度とずり応力の関係(流動曲線)を得る。

粘度計の校正は、水及び粘度計校正用標準液を用いて行う。これらは、回転粘度計の装置定数を決定又は確認するために用いる。また、粘度計の定期的な校正に用い、規定された測定精度が確保されていることを確認する。

##### (2) ブルックフィールド型粘度計

ローターの種類及び回転数は可変になっており、試料液体に適したものを選ぶ。材料成分各条で規定するローターEとガードFをとり付ける。回転数の切り換えつまみAを各条で規定する回転数に設定する。試料溶液を入れた容器中にEを静かに入れ、試料溶液の液面を液浸マークDに一致させる。スイッチを入れ、Eを回転させると指針Bは0より動き始める。Bが安定するか、あるいは、一定時間経過した後、回転を止め、Bの示す目盛りCを読む。この指示値に、使用したEの種類及び回転数によって定まる換算定数（例えば表2）を乗じて、試料の粘度を算出する。

例えば、各条で、1500～2500（2号、12回転、30秒）ミリパスカル秒（mPa・s）と規定したものは、2号ローターを用い、1分間12回転で30秒後の粘度が1500～2500ミリパスカル秒（mPa・s）であることを示す。また、各条で30000～40000（4号、12回転、安定）ミリパスカル秒（mPa・s）と規定したものは、4号ローターを用い、1分間12回転で指針の目盛り示度が安定したときの粘度が30000～40000ミリパスカル秒（mPa・s）であることを示す。

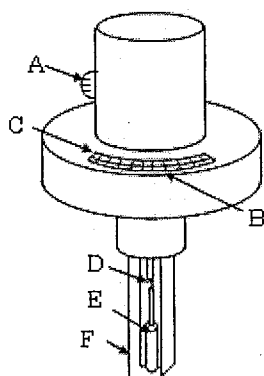


図5 回転粘度計

A：回転数切り換えつまみ、B：指針、C：目盛り、D：液浸マーク、E：ローター、F：ガード

回転数	60	30	12	6
ローターの種類				
アダプター	0.1	0.2	0.5	1.0
1号	1	2	5	10
2号	5	10	25	50
3号	20	40	100	200
4号	100	200	500	1000

## 17. pH 測定法

pH は、水溶液中の水素イオン濃度の値に活動度係数を乗じた値、すなわち水素イオン活量の逆数の常用対数で定義され、実用的には、試料溶液中の水素イオン濃度の尺度として用いられる。

試料溶液の pH は、標準溶液の pH (pH<sub>s</sub>) と関連づけて次の式で表され、ガラス電極を用いて pH 計により測定される。

$$\text{pH} = \text{pH}_s + \frac{E - E_s}{2.3026RT/F}$$

pH<sub>s</sub> : pH 標準液の pH

*E* : 試料溶液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力 (V) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | 試料溶液 | 参照電極

*E<sub>s</sub>* : pH 標準液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力 (V) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | pH 溶液 | 参照電極

*R* : 気体定数

*T* : 熱力学的温度

*F* : ファラデー定数

式中の  $2.3026RT/F$  は、単位 pH あたりの起電力 (V) の大きさを表し、表 1 に示すような温度依存性がある。

表 1 起電力の温度依存性

液温 (°C)	2.3026 RT/F (V)	液温 (°C)	2.3026 RT/F (V)
5	0.05519	35	0.06114
10	0.05618	40	0.06213
15	0.05717	45	0.06313
20	0.05817	50	0.06412
25	0.05916	55	0.06511
30	0.06015	60	0.06610

### pH 標準液

pH 標準液は pH の基準として用いる。pH 標準液の調製に用いる水は、精製水を蒸留し、留液を 15 分以上煮沸した後、二酸化炭素吸接管 (ソーダ石灰) を付けて冷却する。表 2 に示す 6 種類の pH 標準液を定めるが、それぞれの pH 標準液は、規定された方法により調製する。

これらの pH 標準液は、硬質ガラス瓶又はポリエチレン瓶中に密閉して保存する。なお、塩基性の pH 標準液の保存には、二酸化炭素吸接管を付けての保存が有効である。また、長期間の保存によって pH 値が変化することがあるので、調製後長期にわたるものは新たに調製したものと比較して、pH 値が同一であることを確認してから使用する必要がある。

(1) シュウ酸塩 pH 標準液 pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物を粉末とし、デンケータ (シリカゲル) で乾燥した後、その 12.71g (0.05mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL



とする。

- (2) フタル酸塩 pH 標準液 pH 測定用フタル酸水素カリウムを粉末とし、110℃で恒量になるまで乾燥し、その 10.21g (0.05mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL とする。
- (3) リン酸塩 pH 標準液 pH 測定用リン酸二水素カリウム及び pH 測定用リン酸水素二ナトリウムを粉末とし、110℃で恒量になるまで乾燥し、リン酸二水素カリウム 3.40g (0.025mol) 及びリン酸水素二ナトリウム 3.55g (0.025mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL とする。
- (4) ホウ酸塩 pH 標準液 pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物をデシケーター（臭化ナトリウム飽和溶液）中に放置し、恒量とした後、その 3.81g (0.01mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL とする。
- (5) 炭酸塩 pH 標準液 pH 測定用炭酸水素ナトリウムをデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥したもの 2.10g (0.025mol) 及び pH 測定用炭酸ナトリウムを 300~500℃で恒量になるまで乾燥したもの 2.65g (0.025mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL とする。
- (6) 水酸化カルシウム pH 標準液 pH 測定用水酸化カルシウムを粉末とし、その 5g をフラスコにとり、水 1000mL を加え、よく振り混ぜ、23~27℃とし、十分に飽和した後、その温度で上澄液をろ過し、澄明なる液（約 0.02mol/L）を用いる。

これらの pH 標準液の各温度における pH 値を表 2 に示す。この表にない温度の pH 値は表の値から内挿法により求める。

表 2 6 種の pH 標準液の pH の温度依存性

温度 (℃)	シュウ酸塩 pH 標準液	フタル酸塩 pH 標準液	リン酸塩 pH 標準液	ホウ酸塩 pH 標準液	炭酸塩 pH 標準液	水酸化カルシウム pH 標準液
0	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32	13.43
5	1.67	4.01	6.95	9.39	10.25	13.21
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18	13.00
15	1.67	4.00	6.90	9.27	10.12	12.81
20	1.68	4.00	6.88	9.22	10.07	12.63
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02	12.45
30	1.69	4.01	6.85	9.14	9.97	12.30
35	1.69	4.02	6.84	9.10	9.93	12.14
40	1.70	4.03	6.84	9.07		11.99
50	1.71	4.06	6.83	9.01		11.70
60	1.73	4.10	6.84	8.96		11.45

#### 装置

pH 計は、通例、ガラス電極及び、参照電極からなる検出部、検出された起電力を増幅する増幅部及び測定結果を表示する指示部からなる。指示部には、ゼロ校正用つまみ及びスパン（感度）校正用つまみがある。その他、装置によっては温度補償用つまみなどを備えたものがある。

pH 計は、次の操作法に従い、任意の種類の pH 標準液の pH を毎回検出部を水でよく洗った後、5 回繰り返し測定するとき、指示値の再現性が ±0.05pH 単位以内のものを用いる。

## 操作法

ガラス電極は、あらかじめ水に数時間以上浸しておく。pH 計に電源を入れ、装置が安定したことを確認した後、使用する。検出部をよく水で洗い、付着した水はろ紙などで軽くふきとる。

pH 計の校正は、二種類の pH 標準液を用いて、通例、次のように行う。電極をリン酸塩 pH 標準液に浸し、ゼロ校正用つまみを用いて表に掲げた pH に一致させる。次に、予想される試料溶液の pH 値を挟むような pH 値をもつ pH 標準液を第二の標準液として、同様の条件でその pH を測定する。得られた pH が表に掲げた pH に一致しないとき、スパン校正用つまみを用いて、規定の pH に一致させる。二つの pH 標準液の pH が、調整操作なしに規定された pH に、 $\pm 0.05$  pH 単位以内で一致するまで同様の操作を繰り返す。なお、温度補償用つまみがある装置を用いる場合、目盛値を pH 標準液の温度に合わせた後、校正を行う。

なお、自動化された装置において、以上の操作を自動的に行う機能を有している場合、二つの pH 標準液の pH が、規定された pH に  $\pm 0.05$  pH 単位以内で一致することを定期的に確認する必要がある。

装置の校正が終了した後、検出部をよく水で洗い、付着した水はろ紙などで軽くふきとる。検出部を試料溶液に浸し、安定な指示値を与えていることを確認した後、その値を読みとる。測定にあたり、必要ならば、試料溶液を緩やかにかき混ぜることができる。

なお、試料溶液の温度は、校正に用いた pH 標準液の温度と等しくさせる必要がある ( $\pm 2^\circ\text{C}$  以内)。また、試料溶液がアルカリ性であるとき、必要ならば、測定用の容器はふた付きのものを用い、窒素などの不活性ガス気流中で測定を行う。また、pH11 以上で、アルカリ金属イオンを含む液は誤差が大きいため、アルカリ誤差の少ない電極を用い、更に必要な補正をする。

注意：pH 計の構造及び操作法の細部はそれぞれの pH 計によって異なる。

## 18. 比重及び密度測定法

密度  $\rho$  ( $\text{g/mL}$  又は  $\text{g/cm}^3$ ) とは物質の単位体積あたりの質量であり、比重  $d$  とは、ある体積を有する物質の質量とそれと等体積の標準物質の質量との比であり、相対密度ともいう。

比重  $d_t'$  とは、試料と水 ( $\text{H}_2\text{O}$ ) とのそれぞれ温度  $t$   $^\circ\text{C}$  及び  $t$   $^\circ\text{C}$  における等体積の質量の比をいう。別に規定するもののほか、比重は  $d_4^{20}$  の値とする。

### 第1法 比重瓶による測定法

#### (1) 液体試料の場合

比重瓶は、通例、内容 10~100mL のガラス製容器で、温度計付きのすり合わせの栓と標線及びすり合わせのふたのある側管とがある。あらかじめ清浄にし、乾燥した比重瓶の質量  $W$  を量る。次に栓及びふたを除き、試料を満たして規定温度  $t$   $^\circ\text{C}$  より  $1\sim 3^\circ\text{C}$  低くし、泡が残らないように注意して栓をする。徐々に温度を上げ、温度計が規定温度を示したとき、標線の上部の試料を側管から除き、側管にふたをし、外部をよくふいた後、質量  $W_1$  を量る。同じ比重瓶で水を用いて同様に操作し、その規定温度  $t$   $^\circ\text{C}$  における質量  $W_w$  を量り、次の式より比重  $d_t'$  を求める。

$$d_t' = \frac{W_1 - W}{W_w - W}$$

また、試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき ( $t' = t$ )、温度  $t$  °Cにおける試料の密度  $\rho_T'$  を表 1 に示した温度  $t$  °Cにおける水の密度  $\rho_w'$  及び測定された比重  $d_i'$  を用いて、次の式により計算することができる。

$$\rho_T' = \rho_w' d_i'$$

表 1 水の密度 ( $\rho_w'$ )

温度°C	密度 g/mL	温度°C	密度 g/mL	温度°C	密度 g/mL	温度°C	密度 g/mL
0	0.99984	10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565
1	0.99990	11	0.99961	21	0.99799	31	0.99534
2	0.99994	12	0.99950	22	0.99777	32	0.99503
3	0.99996	13	0.99938	23	0.99754	33	0.99470
4	0.99997	14	0.99924	24	0.99730	34	0.99437
5	0.99996	15	0.99910	25	0.99704	35	0.99403
6	0.99994	16	0.99894	26	0.99678	36	0.99368
7	0.99990	17	0.99877	27	0.99651	37	0.99333
8	0.99985	18	0.99860	28	0.99623	38	0.99297
9	0.99978	19	0.99841	29	0.99594	39	0.99259
10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565	40	0.99222

## (2) 固体試料の場合

固体試料の測定ができる比重瓶を用いる。試料は測定できる大きさに砕いたものを用いる。粉末、顆粒、ペレット又はフレーク状のもので測定できる大きさの場合は、そのままの形で試料とする。

あらかじめ清浄にし、乾燥した比重瓶の質量  $W$  を 1.0mg の桁まで量る。適量の試料を比重瓶に採り、質量  $W_1$  を量る。次に、規定温度  $t'$  より 1~3°C低い温度に調節した浸せき液を入れて、試料を浸し、デシケーターに入れて真空にして、試料から完全に空気を抜き出す。常圧に戻した比重瓶を浸せき液で満たした後、恒温水槽に入れて、規定温度  $t'$  にする。次に、比重瓶の容量限界まで正確に浸せき液で満たし、付着液をよくふき取った後、質量  $W_2$  を量る。比重瓶を空にして清拭した後、一度沸騰させた蒸留水で満たし、前記と同様に脱気し、規定温度  $t'$  における質量  $W_w$  を測定する。浸せき液に水を用いた場合、試料の比重  $d_i'$  ( $t' = t$ ) は次の式により計算することができる。

$$d_i' = \frac{W_1 - W}{(W_w - W) - (W_2 - W_1)}$$

水以外の浸せき液を用いる場合には、その浸せき液で同様の操作を繰り返し、質量  $W_{IL}$  を測定し、下記の計算式で浸せき液の密度  $\rho_{IL}'$  を計算する。

$$\rho_{IL}' = \frac{W_{IL} - W}{W_w - W} \times \rho_w'$$

$\rho_w'$  : 規定温度  $t$  における水の密度 (g/cm<sup>3</sup>) (表 1 参照)

試料の密度  $\rho_T'$  は、次の式により計算することができる。

$$\rho_T' = \frac{(W_1 - W) \times \rho_{LL}'}{(W_{LL} - W) - (W_2 - W_1)}$$

$t' \neq t$  のとき試料の比重  $d_t'$  は、表 1 の  $t$  における水の密度  $\rho_w'$  を用いて次の式により計算することができる。

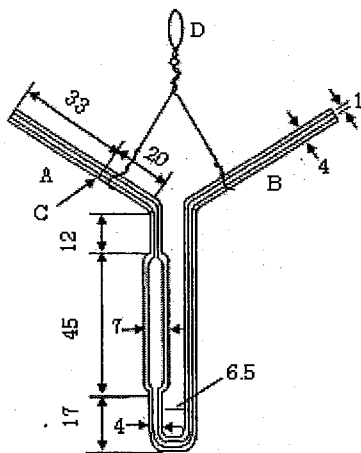
$$d_t' = \frac{\rho_T'}{\rho_w'}$$

浸せき液 試料より比重が小さく、試料に対し、溶解、膨潤、反応などの相互作用のない密度が既知の液体。通常は、新しい蒸留水、精製鉱油などを用いる。気泡を除くため 0.1% 以下の湿潤剤を添加することもある。

## 第 2 法 シュプレングル・オストワルドピクノメーターによる測定法

シュプレングル・オストワルドピクノメーターは、通例、内容 1~10mL のガラス製容器で、図 1 のように両端は肉厚細管（内径 1~1.5mm、外径 3~4mm）となっており、一方の細管 A には標線 C がある。あらかじめ清浄にし、乾燥したピクノメーターを白金又はアルミニウムなどの線 D で化学はかりの腕のかぎにかけて質量  $W$  を量る。次に規定温度より 3~5°C 低い試料中に細管 B を浸す。A にはゴム管又はすり合わせの細管を付け、泡が入らないように注意し、試料を C の上まで吸い上げる。次に規定温度  $t'$  °C の水浴中に約 15 分間浸した後、B の端にろ紙片を当て、試料の先端を C に一致させる。水浴から取り出し、外部をよくふいた後、質量  $W_1$  を量る。同じピクノメーターで水を用いて同様に操作し、その規定温度  $t$  °C における質量  $W_w$  を量る。次の式により比重  $d_t'$  を計算する。

$$d_t' = \frac{W_1 - W}{W_w - W}$$



(数字はmmを示す)

図 1 シュプレングル・オストワルドピクノメーター

また、試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき ( $t' = t$ )、温度  $t$  °C における試料の密度  $\rho_T'$  を、表 1 に示した温度  $t$  °C における水の密度  $\rho_w'$  及び測定された比重  $d_t'$  を用いて、次の式により計算することができる。

$$\rho_T' = \rho_w' d_t'$$

### 第3法 振動式密度計による測定法

振動式密度計による密度の測定は、液体又は気体試料を含むセルの固有振動周期  $T$  (s) を測定することにより、試料の密度を求める方法である。密度を測定しようとする液体又は気体を導入された試料セルに振動を与えるとき、試料セルは試料の質量に依存した固有振動周期をもって振動する。試料セルの振動する部分の体積を一定とすれば、そのときの固有振動周期の2乗と試料の密度との間には直線関係が成立する。

本法によって試料の密度を測定するためには、あらかじめ、規定温度  $t$  °C において2種類の標準物質 (密度  $\rho_{S1}$ 、 $\rho_{S2}$ ) につき、それぞれの固有振動周期  $T_{S1}$  及び  $T_{S2}$  を測定し、試料セル定数  $K_v$  ( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}\cdot\text{s}^2$ ) を次式より定めておく必要がある。

$$K_v = \frac{\rho_{S1}' - \rho_{S2}'}{T_{S1}^2 - T_{S2}^2}$$

通例、標準物質として水及び乾燥空気が用いられる。温度  $t$  °C における水の密度  $\rho_{S1}'$  は表1より求め、乾燥空気の密度  $\rho_{S2}'$  は次式より計算する。ただし、乾燥空気の気圧を  $p$  kPa とする。

$$\rho_{S2}' = 0.0012932 \times \{273.15 / (273.15 + t)\} \times (p / 101.325)$$

次にセル定数が定められた試料セルに試料を導入し、同様にして試料の固有振動周期  $T_T$  を測定すれば、先に求めた標準物質の固有振動周期  $T_{S1}$  及び規定温度  $t$  °C における水の密度  $\rho_{S1}'$  を用い、次式より試料の密度  $\rho_T'$  を求めることができる。

$$\rho_T' = \rho_{S1}' + K_v (T_T^2 - T_{S1}^2)$$

温度  $t$  °C の水に対する試料の比重  $d_t'$  は、表1に示した温度  $t$  °C の水の密度  $\rho_w'$  を用いて次式より求められる。

$$d_t' = \frac{\rho_T'}{\rho_w'}$$

### 装置

振動式密度計は、通例、内容積約 1mL の管状でその一端を固定したガラス製の試料セル、試料セルに初期振動を与える発振器、固有振動周期の検出部および温度調節部から構成される。

振動式密度計の試料セル室周辺の構造を図2に示す。

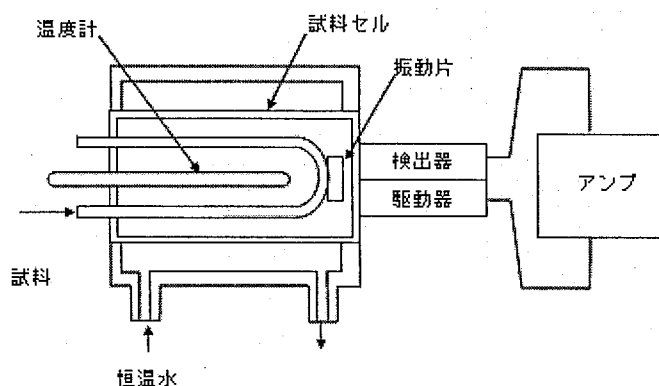


図2 振動式密度計

## 操作法

試料セルと水及び試料を測定しようとする温度  $t$  °C にあらかじめ調整しておく。試料セルを水又は適当な溶媒を用いて洗浄した後、乾燥空気を通気して十分に乾燥する。乾燥空気の流れを止め、一定温度が保持されていることを確認した後、乾燥空気の与える固有振動周期  $T_{S2}$  を測定する。別に測定場所の大気圧  $p$  kPa を測定しておく。次に試料セルに水を導入し、水の与える固有振動周期  $T_{S1}$  を測定する。水及び乾燥空気についてこれらの値を用いて試料セル定数  $K_t$  を定める。

次に試料セル中に試料を導入し、一定温度が保持されていることを確認した後、試料の与える固有振動周期  $T_T$  を測定する。水及び試料の固有振動周期、水の密度  $\rho_{S1}^t$  及び試料セル定数  $K_t$  より、試料の密度  $\rho_T^t$  を求める。また、必要があれば、温度  $t$  °C の水に対する試料の比重  $d_T^t$  は、表 1 に示した水の密度  $\rho_w^t$  を用いて計算される。

なお、試料セル中に試料又は水を導入するとき、気泡が入らないよう注意する必要がある。

第 4 法 浮沈法 化学繊維及びプラスチック（粒状、ペレット状、フレーク状等）試料の比重測定に適用する。

### (1) 化学繊維試料の場合

繊維試料約 0.1g をとり、適切な脱油液（表 2）約 20mL に約 1 時間浸せきして脱油後、風乾し、かみそりなどを用いて 0.5~1.0mm に切断した後、真空デシケーター（真空度 0.5kPa 以下）中で絶乾状態になるまで乾燥してから用いる。調製した比重測定液約 8mL を沈殿管に入れ、試料を少量投入する。沈殿管に栓をして、試料をよく分散させ、遠心分離器にかけて気泡を除いた後、規定温度  $t \pm 0.1$  °C の恒温水槽中に浸せきし、約 30 分間放置する。試料の浮沈状態を観察し、その状態によって比重測定液の重液又は軽液（表 3）を適量添加し、試料が容器内液中で浮沈平衡状態になるように液の比重を調整する。調整後更に 30 分間恒温水槽中に放置し、試料の浮沈平衡状態を確認する。確認後、測定液の比重を第 1~3 法によって測定し、試料の比重  $d_T^t$  とする。

比重測定液 測定繊維試料に対する重液と軽液（表 3）の適量を添加し、メスシリンダー中で混合し、混合液の比重が測定試料の比重の  $\pm 0.02$  の範囲内に入るように調製する。

表 2 化学繊維試料の脱油に用いる脱油液

対象繊維	脱油液
ポリエステル	メタノール
アセテート	ジエチルエーテル
ポリプロピレン	エタノール
その他	エタノール・ベンゼン混合液（容量比 1:2）

表 3 重液・軽液

対象繊維	重液	軽液
ポリプロピレン	水	エタノール
ポリエステル	パークロロエチレン	n-ヘプタン
その他	パークロロエチレン	トルエン

(2) プラスチック (粒、ペレット、フレーク等の形状) 試料の場合

250mL のメスシリンダーに調製した比重測定液を正確に 100mL 入れ、規定温度  $t \pm 0.1^\circ\text{C}$  の恒温水槽中に浸せきする。試料の幾つかをシリンダーに投入し、気泡がつかないように底まで沈める。約 5 分間放置し、数回かくはんしながら、規定温度  $t$  に安定させる。試料の浮沈状態を観察し、その状態によって比重測定液の重液又は軽液を適量添加し、試料が容器内液中で浮沈平衡状態になるように液の比重を調整する。調整後更にしばらく恒温水槽中に放置し、試料の浮沈平衡状態を確認する。確認後、測定液の比重を第 1～3 法によって測定し、試料の比重  $d_t'$  とする。

比重測定液 試料に対し、溶解、膨潤、反応などの相互作用のない、密度の異なった 2 種類の相溶性のある液体で、新しく蒸留されたものをそれぞれ重液、軽液とする。重液、軽液の適量を混合し、混合液の比重が試料の比重の  $\pm 0.02$  の範囲内になるように調製したものを測定開始時の比重測定液とする。

### 第 5 法 密度こうばい管を用いた測定法

固体試料を液体中に入れたとき、固体の密度が液体の密度より、大きければ沈降し、小さければ浮上し、等しければ浮遊静止する。密度こうばい管法は、この原理を利用するもので、用いる密度こうばい液が、試料に対して、反応、溶解、膨潤などの作用を及ぼさない場合で、試料の体積が  $0.5\text{cm}^3$  以下程度の試料に適用できる。

密度こうばい管は、垂直に設置した目盛付きガラス円筒で、密度の異なる 2 種類の液体を、その混合比を連続的に変えながら注入することによって調製する。密度こうばい管の目盛と密度の関係は、標準フロートを用いて校正しておく。

#### 装置

図 3 に示す。

- a) ガラス円筒 長さ 1m、内径 4.5cm で、少なくとも 85cm の長さにわたって mm 目盛、10mm おきの全周回線及び 1cm、2cm、又は 5cm ごとの数値表示をもち、その上部にすり合わせキャップのついているもの。ただし、十分に目的を達することのできる場合には、異なる寸法のガラス円筒を使用してもよい。
- b) ガラス容器 同一直径のもの 2 個、それぞれ約 2000mL 又は 1000mL のもの。
- c) サイホン 図 3 に示すもの。

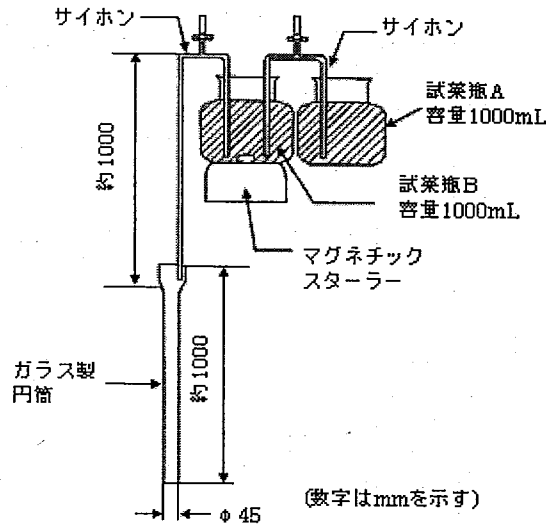


図3 密度こうばい管

標準フロート 直径2~5mmの中空ガラス球とし、その密度が測定結果に必要なけた数と同じけた数まで正確に決められているもの。

密度こうばい管の作り方 密度こうばい管の作り方は、次による。

- a) 必要とする密度こうばい管を作るために、次の式によって、密度こうばい液を構成する2種類の液体の密度 $\rho_A$ 及び $\rho_B$  ( $\rho_A < \rho_B$ ) を決定する。

$$\rho_A = \rho_B - \frac{2(\rho_B - \rho) \times V_B}{V}$$

$\rho_A$ : ガラス容器A中の液の最初の密度 (g/cm<sup>3</sup>)

$\rho_B$ : ガラス容器B中の液の最初の密度 (g/cm<sup>3</sup>)

$\rho$ : 密度こうばい管の最上部における液の密度 (g/cm<sup>3</sup>)

$V_B$ : ガラス容器B中の最初の液の量 (mL)

$V$ : 密度こうばい管中の全液量 (mL)

必要とする測定精度が小数点以下3桁までの場合は、1本の密度こうばい管の下端と上端の密度差が0.2g/cm<sup>3</sup>以内のものを作る必要がある。

- b) a) の2種類の密度の液体を、表3、表4及び表5を利用して調製し、それらの密度を第1~3法によって測定する。使用する液体は、十分に脱気されたものを用いる。水を用いる場合は、あらかじめ煮沸又は減圧処理する。
- c) 密度の低い液を図3のガラス容器Aに、密度の高い液をガラス容器Bに入れ、両液を同じ高さにして密度の低い方の液で満たしたサイホンで連絡する。
- d) ガラス容器B内の液をかき混ぜ機でかき混ぜながら、その中の液をサイホンによってガラス円筒中へ20mL/分以下の速度で、ガラス円筒の器壁を伝わらせながら、注ぎ入れる。
- e) b) ~ d) の操作を、規定温度 $t$  °Cで行う。
- f) ガラス円筒に、すり合わせのふたをしてから、規定温度 $t$  °Cに保持した恒温水槽に静かに入れ、1時間以上静置する。密度こうばい管は、測定精度を小数点以下3桁までとする場合は、恒温水槽中で $t \pm 0.5$ °C保持する。
- g) 標準フロートをガラス容器Aの液でぬらしてから円筒に静かに入れ、ふたをして、これを密度



こうばい管とする。標準フロートは、測定精度を小数点以下 3 桁までとする場合は、密度差 0.01 につき 1 個以上が適切である。

- h) 24 時間後、密度こうばい管中の標準フロートの重心の高さを 1 mm まで密度こうばい管の目盛から読み取り、標準フロートの密度と密度こうばい管の目盛との関係を示す校正線を作成する。校正線の読み取り精度は、±1mm とする。
- i) この校正線がジグザグを示す場合、又は著しく弓形になる場合には、再び a) ~ h) の操作を繰り返す。

密度こうばい液 固体試料を溶解又は膨潤させることなく、混合させる 2 液がよく混じり合うもの。代表的な密度こうばい液系の例と、その液系に可能な密度範囲を、表 4 に示す。種々の混合液に用いる密度調整用試薬を表 5 に示す。

表 4 密度こうばい液系の例

液系	密度範囲 (g/cm <sup>3</sup> )
メタノール/ベンジルアルコール	0.80~0.92
2-プロパノール/水	0.79~1.00
2-プロパノール/ジエチレングリコール	0.79~1.11
エタノール/四塩化炭素	0.79~1.59
エタノール/水	0.79~1.00
トルエン/四塩化炭素	0.87~1.59
水/臭化ナトリウム	1.00~1.41
水/硝酸カルシウム	1.00~1.60
塩化亜鉛/エタノール/水	0.80~1.70
四塩化炭素/1,3-ジブロモプロパン	1.60~1.99
1,3-ジブロモプロパン/臭化エチレン	1.99~2.18
臭化エチレン/ブロモフォルム	2.18~2.89
四塩化炭素/ブロモフォルム	1.60~2.89
2-プロパノール/酢酸メチルグリコール	0.79~1.00

表 5 密度調整用試薬の例

試薬名	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
n-オクタン	0.70
ジメチルホルムアミド	0.94
四塩化エタン	1.59
ヨウ化エチル	1.93
ヨウ化メチレン	3.33

## 操作法

試料を十分に乾燥させ、同一試料から 3 個の試料を調整して測定用試料とする。試料は、乾燥剤を入れたデシケーター中に保管する。試料の大きさは、その最大部の長さが密度こうばい管の内径の 1/4 以下程度とし、その体積は 0.5cm<sup>3</sup> 以下程度とする（通常、2~5mm 角）。化学繊維試料は第 4 法と同様の手順で脱油処理し、風乾後、直径 3mm の輪状に結んで用いる。

また、同時に多数の試料を投入して、既存の校正線を使用して測定する場合には、全試料の投入による液面上昇が 1mm 以下になるように、それぞれの試料の大きさを調整する。

3 個の試料を使用する密度こうばい液系の密度の低い方の液でぬらした後、密度こうばい管に静かに入れる。このとき、試料の表面に気泡が付着しないように注意する。繊維試料の場合は、低密度液に入れたまま、0.7kPa の減圧下に 5 分間保持して脱泡するか、遠心分離機で 2000~3000min<sup>-1</sup> の回転数で 2~3 分間処理して脱泡しておく。

試料が液中で平衡に達して静止した後、それらの重心の位置を 1mm まで密度こうばい管の目盛から読み取る。このとき、試料が、標準フロート又は管の内壁と接触している場合には、試験をやり直さなければならない。読み取った値と校正線と比較し、それぞれの試料の値に対応する密度値を、必要とする精度と同じ桁数まで読み取る。

規定温度  $t$  °C における試料の密度  $\rho_t'$  は、読み取った 3 個の試料の密度を平均して求め、校正線の作成に用いた標準フロートの校正密度と同じ小数点以下の桁に丸める。ただし、使用した密度こうばい管の 1mm 当たりの密度こうばいが、標準フロートの校正密度の最小桁位の 1 の変化に相当するよりも大きい場合には、一つ上の桁に丸める。試料の比重  $d_t'$  は、前記で求めた密度及び表 1 の  $t$  °C における水の密度  $\rho_w'$  から、次の式によって算出し、小数点以下の桁は、密度と同じ桁に丸める。

$$d_t' = \frac{\rho_t'}{\rho_w'}$$

## 19. ヒ素試験法

ヒ素試験法は、試料中に混在するヒ素の限度試験である。その限度は三酸化二ヒ素 (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の量として表す。材料成分各条には、ヒ素 (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として) の限度を ppm で付記する。

### 装置

図に示す装置を用いる。



潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3mL を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とする。

#### 試液

ヒ化水素吸収液：N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.50g をピリジンに溶かし 100mL とする。この液は遮光した共栓瓶に入れ、冷所に保存する。

ヒ素標準原液：三酸化二ヒ素を微細の粉末とし、105°C で 4 時間乾燥し、その 0.100g を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 5mL に溶かす。この液に希硫酸を加えて中性とし、更に希硫酸 10mL を追加し、新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 1000mL とする。

ヒ素標準液：ヒ素標準原液 10mL を正確に量り、希硫酸 10mL を加え、新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 1000mL とする。この液 1mL は三酸化二ヒ素 ( $As_2O_3$ ) 1 $\mu$ g を含む。この液は用時調製し、共栓瓶に保存する。

#### 操作法

別に規定するもののほか、図に示した装置を用いて試験を行う。

標準色の調製は同時に行う。

発生瓶 A に検液をとり、必要ならば少量の水で洗い込む。これにメチルオレンジ試液 1 滴を加え、アンモニア試液、アンモニア水 (28) 又は希塩酸を用いて中和した後、薄めた塩酸 (1→2) 5mL 及びヨウ化カリウム試液 5mL を加え、2~3 分間放置した後、更に酸性塩化スズ (II) 試液 5mL を加え、室温で 10 分間放置する。次に水を加えて 40mL とし、ヒ素分析用亜鉛 2g を加え、直ちに B 及び C を連結したゴム栓 H を発生瓶 A に付ける。C の細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液 5mL を入れた吸接管 D の底に達するように入れておく。次に発生瓶 A は 25°C の水中に肩まで浸し、1 時間放置する。吸接管をはずし、必要ならばピリジンを加えて 5mL とし、吸収液の色を観察する。この色は標準色より濃くない。

標準色の調製：発生瓶 A にヒ素標準液 2mL を正確に加え、更に薄めた塩酸 (1→2) 5mL 及びヨウ化カリウム試液 5mL を加えて 2~3 分間放置した後、酸性塩化スズ (II) 試液 5mL を加え、室温で 10 分間放置する。以下前記と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする。この色は三酸化二ヒ素 ( $As_2O_3$ ) 2 $\mu$ g に対応する。

注意：試験に用いる器具、試薬及び試液はヒ素を含まないか、又はほとんど含まないものを用い、必要ならば空試験を行う。

## 20. 融点測定法

融点とは、通例、結晶性物質が加熱により融解し、固相と液相が平衡状態にあるときの温度と定義されるが、実用的には試料の加熱昇温過程での状態変化を観察し、融け終わりの温度を測定して、これを融点とする。融点は、純物質においてはそれぞれの物質に固有の値を示すことから、物質の同定、確認に用いられるほか、純度の指標ともなる。

融点は、次のいずれかの方法で測定する。比較的純度が高く、粉末状に試料を調製できる物質の融点は第 1 法により、水に不溶性で粉末にしにくい物質の融点は第 2 法により測定する。なお、高分子樹脂類、合成繊維類の融点は第 3 法により測定してもよい。

第1法 通例、比較的純度が高く、粉末状に試料を調製できる物質に適用する。

### 装置

図に示すものを用いる。ただし、攪拌、加温及び冷却操作等が自動化された装置を用いることができる。

浴液：通例、常温における動粘度 $50\sim 100\text{mm}^2/\text{s}$ の澄明なシリコン油を用いる。

浸線付温度計：測定温度範囲により、1号～6号の温度計がある。融点が $50^\circ\text{C}$ 未満のときは1号、 $40^\circ\text{C}$ 以上 $100^\circ\text{C}$ 未満のときは2号、 $90^\circ\text{C}$ 以上 $150^\circ\text{C}$ 未満のときは3号、 $140^\circ\text{C}$ 以上 $200^\circ\text{C}$ 未満のときは4号、 $190^\circ\text{C}$ 以上 $250^\circ\text{C}$ 未満のときは5号、 $240^\circ\text{C}$ 以上 $320^\circ\text{C}$ 未満のときは6号を用いる。

毛细管：内径 $0.8\sim 1.2\text{mm}$ 、長さ $120\text{mm}$ 、壁の厚さ $0.2\sim 0.3\text{mm}$ で一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる。

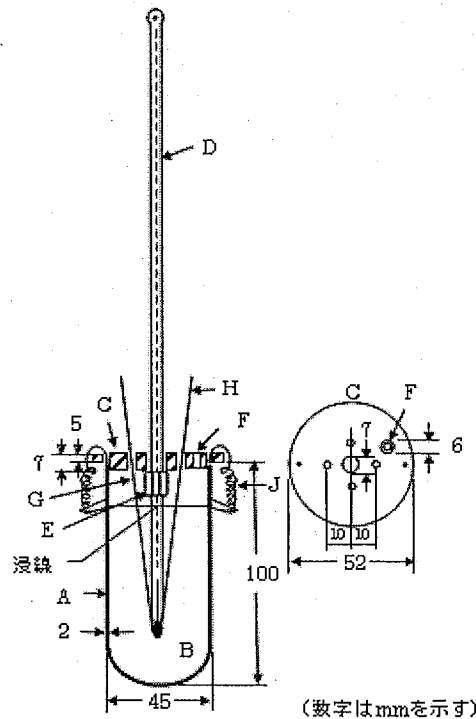


図 融点測定装置

- A：加熱容器（硬質ガラス製）
- B：浴液
- C：テフロン製ふた
- D：浸線付温度計
- E：温度計固定ばね
- F：浴液量加減用小孔
- G：コイルスプリング
- H：毛细管
- J：テフロン製ふた固定ばね

### 操作法

試料を微細の粉末とし、別に規定するもののほか、デシケーター（シリカゲル）で24時間乾燥する。また、乾燥後とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものを用いる。

この試料を乾燥した毛細管Hに入れ、閉じた一端を下にしてガラス板又は陶板上に立てた長さ約70cmのガラス管の内部に落とし、はずませて固く詰め、層厚が2.5~3.5mmとなるようにする。

浴液Bを加熱し、予想した融点の約10℃下の温度まで徐々に上げ、浸線付温度計Dの浸線を浴液のメニスカスに合わせ、試料を入れた毛細管をコイルスプリングGに挿入し、試料を詰めた部分が温度計の水銀球の中央にくるようにする。次に1分間に約3℃上昇するように加熱して温度を上げ、予想した融点より約5℃低い温度から1分間に1℃上昇するように加熱を続ける。

試料が毛細管内で液化して、固体を全く認めなくなったときの温度計の示度を読み取り、融点とする。

**装置適合性** 装置適合性の確認は、融点標準品を用いて定期的に行う。融点標準品は、2号~5号温度計を用いる場合の装置適合性評価のために調製されたものであり、異なる融点を持つ6種の高純度物質（アセトアニリド、アセトフェネチジン、カフェイン、スルファニルアミド、スルファピリジン、ワニリン）が選択されており、それぞれの物質の融点 $MP_f$ （融け終わり温度）が表示される。予想される試料の融点に合わせて温度計及び融点標準品を選択し、操作法に従って融点標準品の融点を測定するとき、ワニリン及びアセトアニリドの融点が $MP_f \pm 0.5^\circ\text{C}$ 、アセトフェネチジン及びスルファニルアミドの融点が $MP_f \pm 0.8^\circ\text{C}$ 、スルファピリジン及びカフェインの融点が $MP_f \pm 1.0^\circ\text{C}$ の範囲にあるとき、装置の適合性が確認されたものとする。ただし、上記の測定は繰り返し3回行い、その平均値をもって融点とする。なお、不適合と判定されたとき、上記の操作法に従って試料の充てん、温度計及び毛細管の位置、浴液の加熱・攪拌、温度上昇速度の制御等が正しく行われているか確認し、再試験を行う。これらの条件設定が正しく行われていても、なお上記の判定基準に適合しないとき、浸線付温度計の再検定又は交換を行う必要がある。

## 第2法 脂肪、脂肪酸、パラフィン又はろう等に適用する。

### 装置

第1法の装置に替えて、水に入れたビーカーを浴液及び加熱容器として用いる。温度計は、浸線付温度計又は全没式温度計を用いる。また、毛細管は、第1法で規定したものと同様なもので、両端を開いたものを用いる。

### 操作法

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して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、10℃以下で24時間放置するか又は少なくとも1時間、氷上に放置した後、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に取り付ける。毛細管を取り付けた温度計を水を入れたビーカーに入れ、試料の下端を水面下30mmの位置になるよう固定する。水を絶えずかき混ぜながら加温して、予想した融点より5℃低い温度に達したとき、1分間に1℃上昇するように加熱を続ける。毛細管中で試料が浮上するときの温度計の示度を読み取り、融点とする。

## 第3法 熱分析法（示差熱分析法又は示差走査熱量測定法）を用いて測定する。

熱分析法は、物質の温度を一定の温度プログラムに従って変化させながら、その物理的性質を温度又は時間の関数として測定する分析法の総称である。

種々の物理的性質のうち、結晶などの固相/液相転移（融解、凝固）又は多形転移などの相変化、

熱分解又は化学反応などに伴う、発熱又は吸熱の熱的挙動を観測する方法を示差熱分析法 (DTA : Differential Thermal Analysis) 又は示差走査熱量測定法 (DSC : Differential Scanning Calorimetry) という。

DTA は、試料の熱的挙動を温度変化として検出する方法であり、DSC は、熱量 (エンタルピー) 変化として検出する方法である。

#### 装置

DTA 又は DSC 装置は、通例、加熱炉部、温度制御部、検出部、雰囲気調節部及び表示記録部から構成される。

示差熱分析法 (DTA) では、加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し、試料と基準物質との間に生じる温度差を熱電対などを用いて、時間又は温度に対して連続的に測定し、記録できるように装置が設計されている。基準物質としては、通例、熱分析用  $\alpha$ -アルミナが用いられる。

示差走査熱量測定法 (DSC) では、測定原理の異なる次の二つの方法がある。

##### (1) 入力補償示差走査熱量測定 (入力補償 DSC)

加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し、試料と基準物質との間に生じる温度差を白金抵抗温度計などで検出し、その温度差をゼロに保つよう補償回路を作動させる。両者に加えられた単位時間当たりの熱エネルギーの入力差を時間又は温度に対して連続的に測定し、記録できるように装置が設定されている。

##### (2) 熱流束示差走査熱量測定 (熱流束 DSC)

加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱し、試料と基準物質との間に生じる温度差を熱流束の差としてモニターし、DSC 信号として記録する。熱流束 DSC では、試料と熱源の間の熱流束が試料と熱源の温度差に比例するように熱伝導体を用いられている。また、基準物質と熱源の間についても同様である。

入力補償 DSC 及び熱流束 DSC のいずれの測定法においても、基準物質としては、通例、熱分析用  $\alpha$ -アルミナが用いられるが、単に空容器を基準とすることもある。

#### 操作法

試料及び基準物質を試料容器に充てんした後、一定の温度制御プログラムに従って、加熱炉部を加熱又は冷却し、この温度変化の過程で試料と基準物質間に発生する温度差 (DTA) 又は熱量変化 (DSC) を連続的に測定し、記録する。なお、データ処理を含む装置の取扱いは、各装置で指示された方法及び手順どおりに行うものとする。

あらかじめ、融解又は多形転移など、予想される物理的変化がどのような温度範囲にあるかを知り、かつ予想外の熱的变化が起こっていないことを確認するために、広い温度範囲 (室温～分解開始温度) を速い加熱速度 (10～20°C/分) で走査して予備的実験を行い、測定温度範囲を定める。定められた温度範囲につき、緩やかな加熱速度、通例、約 2°C/分で試験を行う。ただし、ガラス転移など微少な熱変化しか観測されないような場合、加熱速度を上げるなど、観察しようとする物理的変化に対応した加熱速度の設定が必要となることがある。得られた DTA 曲線又は DSC 曲線の発熱又は吸熱ピークを解析し、融解又は多形転移など、観察しようとする物理的変化に伴う熱量の変化量及び温度 (開始温度、ピーク温度及び終了温度など) を求める。

#### 装置の校正

### (1) 温度校正

DTA 又は DSC における装置の温度校正は、高純度な金属又は有機物質の融点、あるいは無機塩類又は酸化物の結晶転移点などを用いて行う。通例、熱分析用インジウム、熱分析用スズの融点などが用いられる。

### (2) 熱量校正

試料の温度変化に伴う熱量の出入り（エンタルピー変化）を正しく評価するため、熱量標準物質を用いて装置を校正しておく必要がある。熱量標準物質としては、温度校正の場合と同様に、高純度の金属又は有機物の融解熱、あるいは無機塩類の結晶転移熱などを用いて、装置の熱量校正が行われる。通例、熱分析用インジウム、熱分析用スズの融解熱などが用いられる。

### 操作条件の記載事項

DTA 又は DSC 測定を行った場合、その測定条件に関し、次のことを記録しておく必要がある：試料量、試料容器の開放・密閉の区別、加熱又は冷却速度、測定温度範囲及び雰囲気ガスの種類と流量など。

## 2.1. 硫酸呈色物試験法

硫酸呈色物試験法は、試料中に含まれる微量の不純物で硫酸によって容易に着色する物質を試験する方法である。

### 操作法

硫酸は、94.5～95.5%の濃度のものを用いる（硫酸呈色物用硫酸）。あらかじめネスラー管を硫酸でよく洗う。別に規定するもののほか、試料が固体の場合にはネスラー管に硫酸 5mL を入れ、試料を粉末とし、材料成分各条に規定する量を少量ずつ加え、ガラス棒でかき混ぜて完全に溶かす。試料が液体の場合には各条に規定する量を取り、ネスラー管に入れ、硫酸 5mL を加えて振り混ぜる。この間、発熱し温度が上昇するものは冷却し、温度の影響のあるものは標準温度に保ち、15 分間放置した後、液を白色の背景を用い、ネスラー管に入れた各条に規定する色の比較液と側方から観察して比色する。

試料を硫酸と加熱するように規定する場合には、試料及び硫酸をネスラー管にとり、規定に従って加熱した後、比色する。