イ　放射能の定量

標準線源のスペクトル測定において、計数領域の上限を無限大として、計数領域の下限のチャネルR１、R２、…を設定し、それぞれのエネルギー範囲における計数率N_{S1}、N_{S2}、…を求める。得られた計数率と標準線源の放射能から、それぞれの計数領域における計数効率ε_1、ε_2、…を次の式により算出する。

$$\varepsilon_i=\frac{N_{si}}{A_{st}}\quad(i=1、2、\cdots)$$

ε_i：領域Riにおける計数効率

A_{st}：標準線源の放射能（Bq）

N_{si}：領域Riにおける正味計数率（s^{-1}）

測定試料のスペクトルデータにおいて、標準線源測定時と同じ計数領域の下限のチャネルR１、R２、…における、それぞれの範囲の計数率N_1、N_2、…を求める。算出したε_iに対する測定試料の計数率N_iをプロットし、最小二乗法によって標準線源の計数効率100％に補外した値が測定試料の放射能となる。

通例、液体シンチレーション計数装置は自動放射能測定機能を装備し、これら一連の手順を自動的に解析可能である。また、標準線源のデータがあらかじめ解析プログラムに記録されている場合はこれも利用可能である。しかし、装置の安定性とともにプログラムの正常動作を確認する意味においても、必要に応じて標準溶液を測定して正常に動作しているかを確認することが望ましい。

⑵　電離箱による定量法

当該方法による定量法は、本来ガンマ線を測定するために設計された電離箱を用いるため、ベータ線測定の場合には、測定対象が最大エネルギー１MeV以上の純ベータ核種で、放射能が数十MBq以上であるときに限り用いることができる。この測定法は試料から放出されるベータ線が線源自身や容器、保持具等の周辺部材及び電離箱壁等との相互作用の結果生じる制動放射線（電磁）を測定する。このため、これらの測定条件は全て校正時と同一又は適切に補正できるものとする。

⑴　放射能換算定数の求め方（校正）

測定対象核種と同一核種の放射能標準溶液の一定量を定められた測定容器に採取し、標準線源とする。標準線源を電離箱内の一定の位置に置いて測定し、放射能と電離電流値との比を次の式から算出して放射能換算定数とする。

$$K=\frac{A_s}{I_s}$$

K：放射能換算定数（Bq／A）

A_s：標準線源の放射能（Bq）

I_s：正味の電離電流値（A）

⑵　放射能の定量

放射能の定量は、標準線源と同一形状の測定試料を同一条件で測定し、次の式から算出する。

$$A=K\cdot I\cdot C$$

A：試料中の放射能（Bq）

K：放射能換算定数（Bq／A）

I：正味の電離電流値（A）

C：試料の測定条件が校正時測定条件と違うことによる補正係数

Cの主な補正因子は、液量及び測定容器の材質・形状であるが、電離箱でベータ線を測定する場合、これらの補正因子の影響は非常に大きいため、補正係数は高い精度で求める。

⑶　ガンマ線放出異核種の確認及び補正

本法において定量を行う場合、ガンマ線スペクトロメータを用いて不純物として含まれるガンマ線放出核種の確認を行う。

試料中に異核種が含まれる場合、次の式に従って、得られた全電離電流値から異核種の寄与分を差し引く。

$$I=I_0-\sum_{i=1}^{n}\frac{A_i}{K_i}$$

I：目的核種による正味の電離電流値（A）

I_0：得られる正味の電離電流値（異核種からの寄与を含む）（A）

A_i：異核種i（$i=1$、２、…n）の放射能（Bq）

K_i：異核種i（$i=1$、２、…n）に対する放射能換算定数

ベータ線エネルギーの制動放射線への変換率は一般的に低いため、純ベータ核種に対する電離箱レスポンスは、ガンマ線放出核種のレスポンスに対して非常に小さく、１／100程度となることも少なくない。このため、不純物として含まれるガンマ線放出核種の混入率が低い場合でも、寄与率は相対的に大きくなる。したがって、この補正はガンマ線スペクトロメータによる異核種の測定精度に大きく依存することに注意しなければならない。また、異核種としてガンマ線放出核種の混入率がある程度高くなると（核種にもよるが、１％程度が上限の目安である。）測定精度そのものに影響を与えることになるため、注意を要する。

クロマトグラフィー

1. 11　液体クロマトグラフィー

日本薬局方の一般試験法の液体クロマトグラフィーを準用する。

1. 12　ガスクロマトグラフィー

日本薬局方の一般試験法のガスクロマトグラフィーを準用する。

1. 13　薄層クロマトグラフィー

薄層クロマトグラフィーは、適当な固定相で作られた薄層を用い、混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認又は純度の試験等に用いる。

薄層板の調製

日本薬局方の一般試験法の薄層クロマトグラフィーの薄層板の調製の項を準用する。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

薄層板の下端から約20㎜の高さの位置を原線とし、適当量の試料溶液を原線上に点状又は帯状に塗布し、風乾する。担体を必要とする場合には、第４　医薬品各条に規定する担体溶液を薄層板の原線上に塗布し、更に同じ位置に試料溶液を塗布し、風乾する。次に、別に規定するもののほか、あらかじめ展開溶媒を約10㎜の深さに入れ、展開用容器を密閉し、常温で約１時間放置し、これに先の薄層板を器壁に触れないように入れ、容器を密閉し、常温で展開を行う。

展開後、薄層板を取り出し、直ちに溶媒の先端の位置に印を付け、風乾した後、第４　医薬品各条に規定のある場合はその方法によって、スポット又はバンドの位置を調べる。放射能を計数する場合には、更に適当なクロマトグラムスキャナを用いて測定した後、ピーク面積を求めるか、薄層を適当な一定の幅にかき取るか又は薄層板を切り離して、適当な計数装置により計数する。R_f値は次の式によって求める。

なお、第４　医薬品各条にスポット又はバンドの位置を確認するための対照物質の規定がある場合には、これらを緩衝液等の適当な溶媒に溶かした液について同様に行う。

$$R_f=\frac{\text{原線からスポット又はバンドの中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$