⑶　炎色反応試験法

炎色反応試験法は、ある種の金属塩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、その金属塩の定性を行う方法である。

操作法

炎色反応の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約５mmの部分につけ、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。

炎色反応が持続するとは、その反応が約４秒間持続することをいう。

⑷　ガスクロマトグラフ法

ガスクロマトグラフ法は、適当な固定相を用いて作られた分離管内を、移動相に気体（キャリヤーガス）を用い、混合物を気体状態で展開させて、それぞれの成分に分離する方法であって、気体試料又は気化し得る液体若しくは固体試料に適用でき、物質の確認、純度の試験又は定量等に用いる。

固定相に適当な粒度の吸着性担体を用いる場合を気―固クロマトグラフ法といい、適当な粒度の不活性担体を液相で被覆したもの又は毛細管の内壁を液相で被覆したものを用いる場合を気―液クロマトグラフ法という。

装置

通例、キャリヤーガス送入部、試料送入部、恒温槽に内蔵された分離管、検出器及び記録計からなる。

操作法

別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

装置をあらかじめ調整した後、各条に規定する条件で分離管、検出器、温度及びキャリヤーガス流量を設定し、各条に規定する量の試料溶液又は標準液をガスクロマトグラフ用マイクロシリンジを用いて試料送入部から注入し、分離された成分を検出器により検出し、記録計を用いてクロマトグラムを作成する。

クロマトグラム上の成分のピーク位置は、保持時間（試料溶液を注入してから成分のピークの頂点が現れるまでの時間）又は保持容量（保持時間×キャリヤーガス流量）で表し、これらは、一定条件では物質に特有の値を示す。これにより試料成分の確認を行う。

また、クロマトグラム上の成分のピーク面積、ピーク高さ等から試料成分の定量を行う。

定量は、通例、次のいずれかの方法によるものとする。

①　内部標準法

各条に規定する内部標準物質の一定量に対して、標準被検成分の既知量をそれぞれ段階的に加えて標準液を調製し、この一定量ずつを注入する。クロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さと内部標準物質のピーク面積又はピーク高さとの比をとり、横軸に標準被検成分量と内部標準物質量との比又は標準被検成分量をとって検量線を作成する。

次に、各条に規定する方法で試料溶液を調製する。ただし、試料溶液の調製には、あらかじめ標準液の場合と同量の内部標準物質を加える。検量線を作成したときと同一条件で得たクロマトグラムから被検成分のピーク面積又はピーク高さと内部標準物質のピーク面積又はピーク高さとの比を求め、検量線から被検成分量を求める。

内部標準物質として、そのピークが被検成分のピーク位置にできる限り近く、被検成分以外のピークとも完全に分離する化学的に安定な物質を用いる。

②　絶対検量線法

標準被検成分を段階的にとり、標準液を調製し、この一定量ずつを注入する。クロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ、横軸に標準被検成分量をとり、検量線を作成する。次に、各条に規定する方法で試料溶液を調製する。検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを作成し、検量線から被検成分量を求める。この方法は、全測定操作を厳密に一定に保って行う必要がある。

③　面積百分率法

クロマトグラムから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、正確な定量値を得るためには、検出器の感度に基づく各成分のピーク面積の補正を行う必要がある。

ピーク測定は、通例、次のいずれかの方法によるものとする。

①　ピーク高さ法

ピークの頂点からベースラインへ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。

②　ピーク面積法

⑴　半値幅法　ピーク高さの中点におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。

⑵　自動面積測定法　デジタルインテグレーター等を用いて面積を測定する。

⑸　乾燥減量試験法

乾燥減量試験法は、試料を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、乾燥することにより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等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0.1mgの桁まで量り、その数値を記録し、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す。また、「0.5%以下（１g，減圧，五酸化リン，４時間）」と規定するものは、本品約１gを0.1mgの桁まで量り、その数値を記録し、五酸化リン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各条に規定する方法に準じて30分間乾燥し、その質量を0.1mgの桁まで量り、その数値を記録する。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、別に規定する場合を除き、その層が５mm以下になるように広げた後、その質量を0.1mgの桁まで量り、その数値を記録し、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。乾燥した後、乾燥器から取り出し、質量を0.1mgの桁まで量り、その数値を記録する。加熱した場合は、デシケーター（シリカゲル）で放冷し、質量を0.1mgの桁まで量り、その数値を記録する。加熱温度は、各条に規定する温度の±２℃の範囲とする。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、しばしば取りかえる。

⑹　吸光度測定法

吸光度測定法は、物質が一定の狭い波長範囲の光を吸収する度合いを測定する方法である。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。

$$t=\frac{I}{I_0}\qquad T=\frac{I}{I_0}\times 100=100t\qquad A=\log\frac{I_0}{I}=-\log t=2-\log T$$