

区分 物質例	17 エチルバニリン			
	公定書	FCC	JECFA	参考規格
規格名称				
含 量	○	○	○	○
性 状 (色と形、におい)	○	○	○	
味				
溶解性		○	○	
感光性		○		
確認試験	○		○	○
確認試験 (エノール確認、アセト酢酸確				
確認試験 (シニール確認)				
確認試験 (香気確認)				
確認試験 (イソチアン酸確認)				
確認試験 (カルボニル基確認)				
確認試験 (酢酸確認)				
確認試験 (アルデヒド基確認)	○			
確認試験 (ケイ皮酸確認)				
確認試験 (エチルバニリン確認)	○		○	
確認試験 (フェノール性水酸基確認)				
確認試験 (活性メチル基確認)				
確認試験 (ホルネール確認)				
アルデヒド類				
フェノールおよびチオシアン酸化合物				
エステル含有				
シナムアルデヒド				
フェラントレン試験				
ゾルシン試験				
IR		○	○	
凝固点				○※
融点	○	○	○	○※
融点降下				
沸点				
吸光度				
純度試験				
屈折率 n _{20/D}				
比重 d _{20/20}				
比重 d _{25/25}				
比重 d _{25/4}				
旋光度 α _{20/D}				
比旋光度 α _{20/D}				
水分	○(乾減)	○(乾減)	○(乾減)	○(乾減)
留分				
重金属	○	○	○	△
ヒ素	○(As203)	○(As)	○(As)	△
溶状	○			△
遊離酸				
強熱残留物	○	○	○	○
蒸発残留物				
易酸化物				
塩素化合物				
酸価				
過酸価物価				
エステル価				
GLC				○(不純物)

規格項目の設定判断樹

		物性	製法	旋光性	化学的性質 飽和・不飽和	官能基	参照番号
マルチロール	<ul style="list-style-type: none"> 名称 分子式及び分子量 構造式又は示性式 含量 確認試験 	液体	蒸留	旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	1
					不飽和	・酸価 その他	2
					不飽和 ・過酸化物価	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	3
						・酸価 その他	4
					飽和	・酸価 その他	5
					飽和	・酸価 その他	6
			蒸留	旋光性有	不飽和	・酸価 その他	7
					不飽和 ・過酸化物価	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	8
						・酸価 その他	9
					飽和	・酸価 その他	10
					飽和	・酸価 その他	11
					不飽和	・酸価 その他	12
		固体	蒸留・昇華	旋光性有	飽和	・酸価 その他	13
					飽和	・酸価 その他	14
					不飽和	・酸価 その他	15
					不飽和 ・過酸化物価	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	16
						・酸価 その他	17
					結晶化	旋光性無	飽和
			飽和	・酸価 その他			19
			不飽和	・酸価 その他			20
			不飽和 ・過酸化物価	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール			21
				・酸価 その他			22
			飽和	・酸価 その他			23
			結晶化	旋光性有	飽和	・酸価 その他	24
不飽和	・酸価 その他						
気体							

※助剤使用時
芳香族は飽和とみなす

区分	18			
物質例	マルトール			
規格名称	公定書	FCC	JECFA	参考規格
含量	○	○	○	○
性状(色と形、におい)	○	○	○	
味				
溶解性		○	○	
感光性				
確認試験	○		○	○
確認試験(エノール確認、7セト酢酸確				
確認試験(シオール確認)				
確認試験(香気確認)				
確認試験(イソチオン酸確認)				
確認試験(カルニル基確認)				
確認試験(酢酸確認)				
確認試験(アルデヒド基確認)				
確認試験(ケイ皮酸確認)				
確認試験(エチルニリン確認)				
確認試験(フェノール性水酸基確認)	○		○	
確認試験(活性メチル基確認)	○		○	
確認試験(ホルオール確認)				
アルデヒド類				
フェノールおよびチオン酸化合物				
エステル含有				
シナムアルデヒド				
フェントリン試験				
リゾリン試験				
IR				
凝固点				○※
融点	○	○	○	○※
融点降下				
沸点				
吸光度		○		
純度試験				
屈折率 n _{20/D}				
比重 d _{20/20}				
比重 d _{25/25}				
比重 d _{25/4}				
旋光度 α _{20/D}				
比旋光度 α _{20/D}				
水分	○(乾減)		○	○(乾減)
留分				
重金属	○	○(重金属、鉛)	○(重金属、鉛)	△
ヒ素	○(As203)	○(As)	○(As)	△
溶状	○			△
遊離酸				
強熱残留物	○	○	○	○
蒸発残留物				
易酸化物				
塩素化合物				
酸価				○
過酸価物価				
エステル価				
GLC				○(不純物)

規格項目の設定判断樹

ケイ皮酸	物性	製法	旋光性	化学的性質		参照番号	
				飽和・不飽和	官能基		
<ul style="list-style-type: none"> ・名称 ・分子式及び分子量 ・構造式又は示性式 ・含量 ・確認試験 	液体	蒸留	旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	1	
				不飽和	・酸価 その他	2	
				不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	3	
			旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	4	
				飽和	・酸価 その他	5	
				不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	6	
		固体	蒸留・昇華	旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	7
					不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	8
					不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	9
				旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	10
					飽和	・酸価 その他	11
					不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	12
	結晶化		旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	13	
				不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	14	
				不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	15	
			旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	16	
				飽和	・酸価 その他	17	
				不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	18	
	気体	結晶化	旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	19	
				不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	20	
				不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	21	
		結晶化	旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	22	
				飽和	・酸価 その他	23	
				不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	24	

※助剤使用時
芳香族は飽和とみなす

区分 物質例	20 ケイ皮酸		
	公定書	FCC	参考規格
規格名称			
含量	○	○	○
性状(色と形、におい)	○	○	
味			
溶解性		○	
感光性			
確認試験	○		○
確認試験(エノール確認、アセト酢酸確)			
確認試験(シニール確認)			
確認試験(香気確認)	○		
確認試験(イソイオン酸確認)			
確認試験(カルホルニル基確認)			
確認試験(酢酸確認)			
確認試験(アルデヒド基確認)			
確認試験(ケイ皮酸確認)	○		
確認試験(エチルパニリン確認)			
確認試験(フェノール性水酸基確認)			
確認試験(活性メチル基確認)			
確認試験(ホルニール確認)			
アルデヒド類			
フェノールおよびイオン酸化合物			
エステル含有			
シナムアルデヒド			
フェラントリン試験			
リゾリン試験			
IR		○	
凝固点			○※
融点	○	○	○※
融点降下			
沸点			
吸光度			
純度試験			
屈折率 n _{20/D}			
比重 d _{20/20}			
比重 d _{25/25}			
比重 d _{25/4}			
旋光度 α _{20/D}			
比旋光度 α _{20/D}			
水分	○(乾減)		○(乾減)
留分			
重金属	○	○	△
ヒ素	○(As203)	○(As)	△
溶状	○		△
遊離酸			
強熱残留物	○	○	○
蒸発残留物			
易酸化物			
塩素化合物	○	○	
酸価			
過酸価物価			○
エステル価			
GLC			○(不純物)

規格項目の設定判断樹

d-ボルネオール

- ・名称
- ・分子式及び分子量
- ・構造式又は示性式
- ・含量
- ・確認試験

物性	製法	旋光性	化学的性質 飽和・不飽和	官能基	参照番号
液体	蒸留	旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	1
			飽和	・酸価 その他	2
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	3
			不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	4
			飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	5
			飽和	・酸価 その他	6
		旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	7
			不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	8
			飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	9
			飽和	・酸価 その他	10
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	11
			不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	12
	蒸留・昇華	旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	13
			飽和	・酸価 その他	14
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	15
			不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	16
			飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	17
			飽和	・酸価 その他	18
		旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	19
			不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	20
			飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	21
			飽和	・酸価 その他	22
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	23
			不飽和	・酸価 ・過酸化物価 その他	24
固体	結晶化	旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	
			飽和	・酸価 その他	
気体			飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセタール	
			飽和	・酸価 その他	

※助剤使用時
芳香族は飽和とみなす

区分	22	
物質例	d-ボルネオール	
規格名称	公定書	参考規格
含量	○	○
性状(色と形、におい)	○	
味		
溶解性		
感光性		
確認試験	○	○
確認試験(エノール確認、アセト酢酸確)		
確認試験(シオール確認)		
確認試験(香気確認)	○	
確認試験(イソチオン酸確認)		
確認試験(カルホルニル基確認)		
確認試験(酢酸確認)		
確認試験(アルデヒド基確認)		
確認試験(ケイ皮酸確認)		
確認試験(エチルマリニン確認)		
確認試験(フェノール性水酸基確認)		
確認試験(活性メチル基確認)		
確認試験(ボルネオール確認)	○	
アルデヒド類		
フェノールおよびチオン酸化合物		
エステル含有		
シナムアルデヒド		
フェントレン試験		
ゾルン試験		
IR		
凝固点		○※
融点	○	○※
融点降下	○	
沸点		
吸光度		
純度試験		
屈折率 n _{20/D}		
比重 d _{20/20}		
比重 d _{25/25}		
比重 d _{25/4}		
旋光度 α _{20/D}		
比旋光度 α _{20/D}	○	○
水分		○(乾減)
留分		
重金属	○	△
ヒ素	○(As ₂ O ₃)	△
溶状		△
遊離酸		
強熱残留物		○
蒸発残留物		
易酸化物		
塩素化合物		
酸価		
過酸価物価		
エステル価		
GLC		○(不純物)

資料2. 局方・食添規格の試験法（抜粋）

● （比重、屈折、融点、凝固点、比旋光度、酸価、水分、乾燥減量、
● 重金属、ヒ素、強熱残分、過酸化物価）

第7版 食品添加物公定書

比重測定法

比重とは、物質の質量とその物質と等体積の標準物質の質量との比をいう。本試験法では比重 (dt'/t) とは、試料と蒸留水とのそれぞれ t' °C、 t °C における等体積の重量比をいい、単に比重と記載した場合は、別に規定するもののほか、試料と蒸留水との 20°C における等体積の重量比 ($d t'/t$) をいう。比重の測定は、別に規定するもののほか、第1法、第2法又は第4法を用い、数値に約を付記してある場合は、第3法を用いてもよい。

第1法 比重瓶(ピクノメーター)による測定法

比重瓶は、通例、容量10～100mlの瓶で、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。

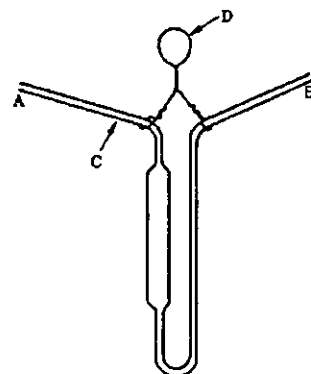
あらかじめ清浄にし、乾燥した比重瓶の重量(W)を精密に量る。次に栓とふたを取り、試料を満たして規定温度(t' °C)より1～3°C低くし、泡が残らないように注意して栓をする。次に徐々に温度をあげ、温度計が規定の温度を示したとき、標線より上部の試料を側管から除き、側管にふたをする。次に外部をよくふいた後、重量(W_1)を精密に量る。さらに、同じ比重瓶で蒸留水を用いて同様に操作し、その規定温度(t °C)における重量(W_2)を精密に量り、次式により比重(dt'/t)を求めらる。

$$dt'/t = (W_1 - W) / (W_2 - W)$$

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(図)は、通例、容量1～10mlで、両端は、肉厚細管となっており、その一方の細管Aには標線Cがある。これにひょう量るとき、化学はかりのかぎに掛けるように白金線D(又はアルミニウム線などでもよい。)を付ける。

あらかじめ清浄にし、乾燥したピクノメーターの重量(W)を精密に量る。次に規定温度より3～5°C低くした試料中に標線のない方の細管Bを浸し、他方の細管Aにはゴム管又はすり合わせの細管を付けて、泡が入らないように注意しながら試料を標線Cの上まで静かに吸い上げる。次に規定温度(t' °C)に保った水浴中にピクノメーターを15分間浸した後、細管Bの端にろ紙片を当て、試料の端を標線と一致させる。次に水浴から取り出し、外部をよくふいた後、重量(W_1)を精密に量る。更に同じピクノメーターで蒸留水を用いて同様に操作し、その規定温度(t °C)における重量(W)



(資料2)-1

2)を精密に量り、次式により比重(dt'/t)を求める。

$$dt'/t = (W_1 - W) / (W_2 - W)$$

第3法 浮きばかりによる測定法

規定温度用の浮きばかりで、要求される精度を、もつものを用いる。浮きばかりは、エタノール又はエーテルで清浄にして用いる。

試料をよく振り混ぜ、泡がなくなつてから浮きばかりを浮かべ、規定された温度において浮きばかりが静止したとき、メニスカスの上端で比重を読む。ただし、読み方が規定してある浮きばかりの場合にはその方法に従う。

第4法 振動式密度計による測定法

振動式密度比重計による比重の測定は、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、標準物質の質量から比重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二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において二種類の標準物質(密度 ρ_{S1} 、 ρ_{S2})につき、それぞれの固有振動周期 TS_1 及び TS_2 を測定し、試料セル定数 Kt' ($g \cdot cm^{-3} S^{-2}$)を次式より定めておく必要がある。

$$Kt' = \rho_{t'}/S_1 - \rho_{t'}/S_2 / T_2 / S_1 - T_2 / S_2$$

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 $\rho_{t'}/S_1$ は別表より求め、乾燥空気の密度 $\rho_{t'}/S_1$ 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。

$$\rho_{t'}/S_2 = 0.0012932 \times \{273.15 / (273.15 + t')\} \times (p / 101.325)$$

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 TT を測定すれば、先に求めた標準物質の固有振動周期 TS_1 及び規定温度 t' °Cにおける水の密度 $\rho_{t'}/S_1$ を用い、次式より試料の密度 $\rho_{t'}/T$ を求めることができる。

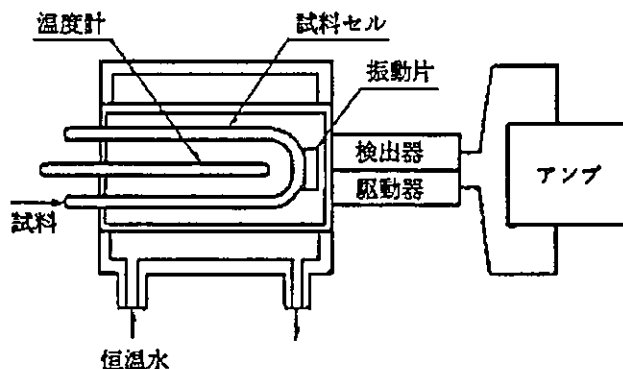
$$\rho_{t'}/T = \rho_{t'}/S_1 + Kt' (T_2/T - T_2/S_1)$$

温度 t °Cの水に対する試料の比重 dt'/t は、別表に示した温度 t °Cの水の密度 $\rho_{t'}/S_1$ を用いて次式より求められる。

$$dt'/t = \rho_{t'}/t / \rho_{t'}/S_1$$

装置

振動式密度比重計は、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に初期振動を与える発振器、固有振動周期の検出部及び温度調節部から構成される。振動式密度比重計の試料セル室周辺の構造を図に示す。



出典：食品衛生関係法規集

操作法

試料セル、水及び試料を測定温度 $t^{\circ}\text{C}$ にあらかじめ調製しておく。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、乾燥空気を与える固有振動周期 TS_2 を測定する。別に、測定場所の大気圧 $p\text{kPa}$ を測定しておく。次に試料セルに水を導入し、水を与える固有振動周期 TS_1 を測定する。水及び乾燥空気についてのこれらの値を用いて試料セル定数 Kt' 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 TT を測定する。水及び試料の固有振動周期、水の密度 $\rho t'/S_1$ 並びに試料セル定数 Kt' より、試料の密度 $\rho t'/t$ を求める。また、必要があれば、温度 $t^{\circ}\text{C}$ の水に対する試料の比重 $d t'/t$ は、表に示した水の密度 $\rho t/S_1$ を用いて計算される。

温度(℃)	密度(g/cm ³)	温度(℃)	密度(g/cm ³)	温度(℃)	密度(g/cm ³)	温度(℃)	密度(g/cm ³)
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

出典：食品衛生関係法規集

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 14 改正 日本薬局方

49. 比重及び密度測定法

密度 ρ (g/mL 又は 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^t とは、試料と水 (H₂O) 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、測定には第 1 法、第 2 法又は第 4 法を用い、数値に「約」を付記してあるときは第 3 法を用いてもよい。

第 1 法 比重瓶による測定法

比重瓶は、通例、内容 10 ~ 100 mL 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。あらかじめ洗浄し、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 ~ 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_2 を量り、次の式より比重 d_t^t を求める。

$$d_t^t = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

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 $t^\circ\text{C}$ における試料の密度 ρ_t^t を別記に示した温度 $t^\circ\text{C}$ における水の密度 ρ_w^t 及び測定された比重 d_t^t を用いて、次の式より計算することができる。

$$\rho_t^t = \rho_w^t d_t^t$$

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 ~ 10 mL のガラス製容器で、図 49-1 のように両端は肉厚細管 (内径 1 ~ 1.5 mm, 外径 3 ~ 4 mm) となっており、一方の細管 A には標線 C がある。あらかじめ洗浄し、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 で化学仕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 $^\circ\text{C}$ 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 $t^\circ\text{C}$ 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

第 1 法の式により比重 d_t^t を計算する。

また、試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき ($t=t$)、第 1 法の式により温度 $t^\circ\text{C}$ における試料の密度 ρ_t^t を計算することができる。

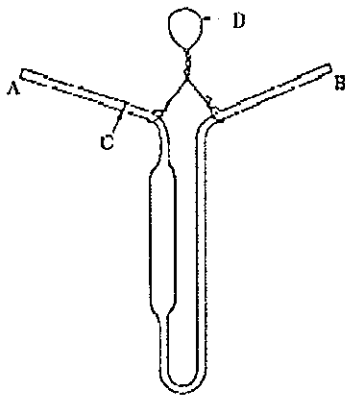


図 49-1 シュブレンゲル・オストワルドピクノメーター

第3法 浮きばかりによる測定法

浮きばかりをエタノール (95) 又はジエチルエーテルで清浄にした後、試料をガラス棒でよくかき混ぜ、浮きばかりを入れ、それを規定された温度 $t^{\circ}\text{C}$ にし、静止したとき、メニスカスの上縁で比重 d_t^i 又は密度 ρ_t^i を読む。ただし、温度 $t^{\circ}\text{C}$ はメニスカスが検定されたときの温度を示す。なお、読み方が表示してある浮きばかりでは、その方法に従う。また、試料の測定が行われた温度 $t^{\circ}\text{C}$ がメニスカスが検定されたときの温度に等しいとき ($t = t_0$)、第1法の式を用いて比重 d_t^i より温度 $t^{\circ}\text{C}$ における試料の密度 ρ_t^i を計算することができる。

第4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、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 $t^{\circ}\text{C}$ において2種類の標準物質 (密度 ρ_{S1} , ρ_{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_r ($\text{g} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-2}$) を次式より定めておく必要がある。

$$K_r = \frac{\rho_{S1}^i - \rho_{S2}^i}{T_{S1}^2 - T_{S2}^2}$$

通例、標準物質として水及び乾燥空気が用いられる。温度 $t^{\circ}\text{C}$ における水の密度 ρ_w^i は別表より求め、乾燥空気の密度 ρ_a^i 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。

$$\rho_a^i = 0.0012932 \times \{273.15 / (273.15 + t^i)\} \times (p / 101.325)$$

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_r 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 $t^{\circ}\text{C}$ における水の密度 ρ_w^i を用い、次式より試料の密度 ρ_t^i を求めることができる。

$$\rho_t^i = \rho_w^i + K_r \cdot (T_r^2 - T_{S1}^2)$$

温度 $t^{\circ}\text{C}$ の水に対する試料の比重 d_t^i は、別表に示した温度 $t^{\circ}\text{C}$ の水の密度 ρ_w^i を用いて次式より求められる。

$$d_t^i = \frac{\rho_t^i}{\rho_w^i}$$

装置

振動式密度計は、通例、内容積約 1 mL 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及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 49-2 に示す。

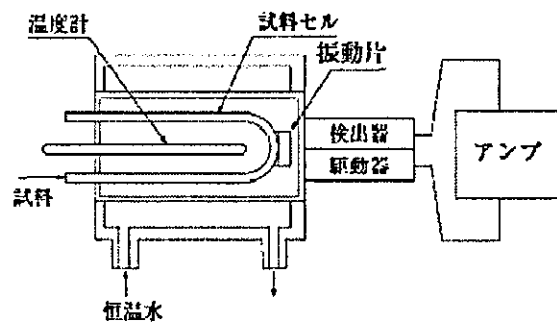


図 49-2 振動式密度計

操作法

試料セルと水及び試料を測定しようとする温度 $t^{\circ}\text{C}$ 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じゅうぶんに乾燥する。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_{S1} 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_{S2} を測定する。水及び乾燥空気についてのこれらの値を用いて試料セル定数 K_r 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_r を測定する。水及び試料の固有振動周期、水の密度 ρ_w^i 及び試料セル定数 K_r より、試料の密度 ρ_t^i を求める。また、必要があれば、温度 $t^{\circ}\text{C}$ の水に対する試料の比重 d_t^i は、表 49-1 に示した水の密度 ρ_w^i 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。

表 49-1 水の密度

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	0.99980	11	0.99961	21	0.99799	31	0.99534
2	0.99984	12	0.99950	22	0.99777	32	0.99503
3	0.99986	13	0.99938	23	0.99754	33	0.99470
4	0.99987	14	0.99924	24	0.99730	34	0.99437
5	0.99986	15	0.99910	25	0.99704	35	0.99403
6	0.99984	16	0.99894	26	0.99678	36	0.99368
7	0.99980	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

2.2.5. RELATIVE DENSITY

The relative density $d_{t_2}^{t_1}$ of a substance is the ratio of the mass of a certain volume of a substance at temperature t_1 to the mass of an equal volume of water at temperature t_2 .

Unless otherwise indicated, the relative density d_{20}^{20} is used. Relative density is also commonly expressed as d_4^{20} . Density ρ_{20} , defined as the mass of a unit volume of the substance at 20 °C may also be used, expressed in kilograms per cubic metre or grams per cubic centimetre

($1 \text{ kgm}^{-3} = 10^{-3} \text{ gcm}^{-3}$). These quantities are related by the following equations where density is expressed in grams per cubic centimetre:

$$\rho_{20} = 0.998203 \times d_{20}^{20} \text{ or } d_{20}^{20} = 1.00180 \times \rho_{20}$$

$$\rho_{20} = 0.999972 \times d_4^{20} \text{ or } d_4^{20} = 1.00003 \times \rho_{20}$$

$$d_4^{20} = 0.998230 \times d_{20}^{20}$$

Relative density or density are measured with the precision to the number of decimals prescribed in the monograph using a density bottle (solids or liquids), a hydrostatic balance (solids), a hydrometer (liquids) or a digital density meter with an oscillating transducer (liquids and gases). When the determination is made by weighing, the buoyancy of air is disregarded, which may introduce an error of 1 unit in the 3rd decimal place. When using a density meter, the buoyancy of air has no influence.

Oscillating transducer density meter. The apparatus consists of:

- a U-shaped tube, usually of borosilicate glass, which contains the liquid to be examined;
- a magneto-electrical or piezo-electrical excitation system that causes the tube to oscillate as a cantilever oscillator at a characteristic frequency depending on the density of the liquid to be examined;
- a means of measuring the oscillation period (T), which may be converted by the apparatus to give a direct reading of density, or used to calculate density using the constants A and B described below.

The resonant frequency (f) is a function of the spring constant (c) and the mass (m) of the system:

$$f^2 = \frac{1}{T^2} = \frac{c}{m} \times \frac{1}{4\pi^2}$$

Hence:

$$T^2 = \left(\frac{M}{c} + \frac{\rho \times V}{c} \right) \times 4\pi^2$$

M = mass of the tube,

V = inner volume of the tube.

Introduction of 2 constants $A = c / (4\pi^2 \times V)$ and $B = M/V$, leads to the classical equation for the oscillating transducer:

$$\rho = A \times T^2 - B$$

The constants A and B are determined by operating the instrument with the U-tube filled with 2 different samples of known density, for example, degassed *water R* and air. Control measurements are made daily using degassed *water R*. The results displayed for the control measurement using degassed *water R* shall not deviate from the reference value ($\rho_{20} = 0.998203 \text{ g cm}^{-3}$, $d_{20}^{20} = 1.000000$) by more than its specified error. For example, an instrument specified to $\pm 0.0001 \text{ g cm}^{-3}$ shall display $0.9982 \pm 0.0001 \text{ g cm}^{-3}$ in order to be suitable for further measurement. Otherwise a re-adjustment is necessary. Calibration with certified reference materials is carried out regularly. Measurements are made using the same procedure as for calibration. The liquid to be examined is equilibrated in a thermostat at 20°C before introduction into the tube, if necessary, to avoid the formation of bubbles and to reduce the time required for measurement.

Factors affecting accuracy include:

- temperature uniformity throughout the tube,
- non-linearity over a range of density,
- parasitic resonant effects,
- viscosity, whereby solutions with a higher viscosity than the calibrant have a density that is apparently higher than the true value.

The effects of non-linearity and viscosity may be avoided by using calibrants that have density and viscosity close to those of the liquid to be examined (± 5 per cent for density, ± 50 per cent for viscosity). The density meter may have functions for automatic viscosity correction and for correction of errors arising from temperature changes and non-linearity.

Precision is a function of the repeatability and stability of the oscillator frequency, which is dependent on the stability of the volume, mass and spring constant of the cell.

Density meters are able to achieve measurements with an error of the order of $1 \times 10^{-3} \text{ g cm}^{-3}$ to $1 \times 10^{-5} \text{ g cm}^{-3}$ and a repeatability of $1 \times 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$ to $1 \times 10^{-6} \text{ g cm}^{-3}$.

(841) SPECIFIC GRAVITY

Unless otherwise stated in the individual monograph, the specific gravity determination is applicable only to liquids, and, unless otherwise stated, is based on the ratio of the weight of a substance in air at 25° to that of an equal volume of water at the same temperature. Where a temperature is specified in the individual monograph, the specific gravity is the ratio of the weight of the substance in air at the specified temperature to that of an equal volume of water at the same temperature. When the substance is a solid at 25°, determine the specific gravity at the temperature directed in the individual monograph, and refer to water at 25°.

Procedure—Select a scrupulously clean, dry pycnometer that previously has been calibrated by determining its weight and the weight of recently boiled water contained in it at 25°. Adjust the temperature of the substance to about 20°, and fill the pycnometer with it. Adjust the temperature of the filled pycnometer to 25°, remove any excess of the substance, and weigh. Subtract the tare weight of the pycnometer from the filled weight of the pycnometer.

The specific gravity of the substance is the quotient obtained by dividing the weight of the substance contained in the pycnometer by the weight of water contained, both determined at 25° unless otherwise directed in the individual monograph.

BP

G. Determination of weight per millilitre, density, relative density and apparent density

Weight per millilitre

(No Ph. Eur. equivalent method)

The *weight per millilitre* of a liquid is the weight in g of 1 ml of a liquid when weighed in air at 20 °, unless otherwise specified in the monograph.

The *weight per millilitre* is determined by dividing the weight in air, expressed in g, of the quantity of liquid that fills a pycnometer at the specified temperature by the capacity, expressed in ml, of the pycnometer at the same temperature. The capacity of the pycnometer is ascertained from the weight in air, expressed in g, of the quantity of *water* required

to fill the pycnometer at that temperature. The weight of a litre of *water* at specified temperatures when weighed against brass weights in air of density 0.0012 g per ml is given in the following table. Ordinary deviations in the density of air from the above value, here taken as the mean, do not affect the result of a determination in the significant figures prescribed for Pharmacopoeial substances.

Temperature	Weight of a litre of water
°C	g
20	997.18
25	996.02
30	994.62

Density

(No Ph. Eur. equivalent method)

The *density*, ρ_{20} , of a substance is the ratio of its mass to its volume at 20°. It is expressed in kg m⁻³.

The *density* is determined by dividing the weight in air of the quantity of the liquid being examined that fills a pycnometer at 20° by the weight in air of *water* required to fill the pycnometer after making allowance for the thrust of the air.

The *density* is calculated from the expression

$$\rho_{20} = \frac{998.2(M_1 + A)}{M_2 + A}$$

- where M_1 = weight in air (apparent mass) in grams of the substance being examined,
 M_2 = weight in air (apparent mass) in grams of water,
 A = the correction factor for the thrust of the air, $0.0012M_2$
 998.2 = the density of water at 20° in kg m^{-3} .

In most cases, the correction for the thrust of the air may be disregarded.

Relative density

(Ph. Eur. method 2.2.5)

The *relative density*, d_{20}^{20} , of a substance is the ratio of the mass of a given volume of the substance to the mass of an equal volume of water, both weighed at 20° .

The *relative density* is determined, with the precision indicated in the monograph, using a pycnometer, a density bottle, a hydrostatic balance or a hydrometer, as appropriate. The thrust of air is disregarded during the weighing; this may introduce an error of one unit in the third decimal place.

One other definition is commonly used.

The *relative density*, d_4^{20} , of a substance is the ratio of the mass of a given volume of the substance at 20° to the mass of an equal volume of water, weighed at 4° .

The numerical relationships between the relative density and the density expressed in kg m^{-3} are:

$$\begin{aligned} \rho_{20} &= 998.202 \times d_{20}^{20} & \text{or } d_{20}^{20} &= 1.00180 \times 10^{-4} \times \rho_{20} \\ \rho_{20} &= 999.972 \times d_4^{20} & \text{or } d_4^{20} &= 1.00003 \times 10^{-3} \times \rho_{20} \\ & & d_4^{20} &= 0.998230 \times d_{20}^{20} \end{aligned}$$

Apparent density

(No Ph. Eur. equivalent method)

The term 'Apparent density' is used in the monographs for Dilute Ethanols, Industrial Methylated Spirit and Industrial Methylated Spirit (Ketone-free). It is defined as weight in air per unit volume and expressed in kg m^{-3} . It is named 'density' in the *Laboratory Alcohol Table for Laboratory Use* (HM Customs and Excise 1976).

The *apparent density* is calculated from the following expression:

$$\text{apparent density} = 997.2 \times d_{20}^{20}$$

where d_{20}^{20} is the *relative density* of the substance being examined and 997.2 is the weight in air in kg of 1 cubic metre of water.