

品各条に規定する条件で乾燥する。試料が大きいときは、手早く粉碎して径 2 mm 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、加熱温度を医薬品各条に規定する温度の ± 2 °C の範囲とし、乾燥後、デシケーター（シリカゲル）で放冷する。

医薬品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 °C 低い温度で、1 ~ 2 時間乾燥した後、医薬品各条に規定する条件で乾燥する。乾燥剤は医薬品各条に規定するものを用い、しばしば取り替える。

11. 眼軟膏剤の金属性異物試験法

眼軟膏剤の金属性異物試験法は、製剤総則中の眼軟膏剤の金属性異物を試験する方法である。

試料の調製

本剤 10 個をとり、できるだけ清潔な場所で、内容量が 5 g 未満の場合には全量となるべく完全に取り出し、5 g 以上の場合には 5 g をとり、それぞれ直径 60 mm の平底ペトリ皿に入れる。平底ペトリ皿にふたをして、85 ~ 110 °C で 2 時間加熱して基剤を完全に溶かす。振り動かさないように注意しながら室温で放置して固まらせる。

注意：試験に用いる平底ペトリ皿は、泡、きずなどがない、内面の周縁と底面の角度がなるべく直角のものを用いる。

操作法

平底ペトリ皿を反転し、平底ペトリ皿の底の金属性異物をミクロメーターの付いた 40 倍以上の倍率の顕微鏡で観測する。光源は上方 45 ° の角度より照射し、それぞれの平底ペトリ皿につき、50 μm 以上の金属性異物の数を数える。

12. 含量均一性試験法

含量均一性試験法は、個々の製剤の主薬の含量を、医薬品各条に規定する方法で定量することにより、製剤の含量の均一性を試験する方法である。医薬品各条に特に規定がない場合は、定量法に規定する方法、又は他の適当な方法を成分含量の測定法として用いることにより、この試験法を行なうことができる。別に規定するもののほか、次に示す試験に適合する。

試料 30 個をとり、初めに 10 個について個々の製剤中の主薬含量を測定する。判定値を計算し、その値が 15.0 % を超えないときは適合とする。判定値が 15.0 % を超えるときは、更に残りの 20 個について同様に試験を行う。2 回の試験を併せた 30 個について判定値を計算し、この値が 15.0 % を超えず、かつ個々の製剤の含量と表示量の偏差が表示量に対し 25.0 % を超えるものがないときは適合とする。

$$\text{判定値} = |M - \bar{X}| + ks$$

M : 特に規定している場合以外は表示量 (100.0 %) を用いる

\bar{X} : x_1, x_2, \dots, x_n の平均値

x_1, x_2, \dots, x_n : 試験した個々の試料に含まれる主薬含量（表示量に対する %）

n : 試験した試料の全個数

k : 判定係数

試料数が 10 のときは $k = 2.2$, 30 のときは $k = 1.9$ とする

s : 試料の標準偏差

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

13. 吸光度比法

吸光度比法は、紫外可視吸光度測定法を利用して酸塩基反応の当量点を求める定量法で、含量がある範囲内にあることがあらかじめ推定されている物質に適用される。

本法は、試料溶液に一度に容量分析用標準液の一定量を加えて終点付近の液を調製し、加えた指示薬の呈する酸性側とアルカリ性側での吸収極大の波長でこの液の吸光度を測定し、両者の吸光度の比と当量度の逆数との関係から、試料の滴定終点までに要する真の容量分析用標準液の量を知る方法である。

酸塩基反応に対する指示薬として、当量点の pH 付近に pK_a を持ち、かつ酸性色とアルカリ性色の吸収スペクトルが著しく異なるものを選び、その両スペクトルの吸収極大の波長を λ_1 及び λ_2 (短波長側を λ_1) とする。この指示薬を含む反応液の λ_1 及び λ_2 における吸光度をそれぞれ A_1 及び A_2 とするとき、吸光度比 r を次の式のように定義する。

$$r = \frac{A_2}{A_1 + A_2}$$

また、真の当量点に対応する容量分析用標準液の量を V mL とし、実際に加えた容量分析用標準液の量を V' mL とし、その比を x とする。

$$x = \frac{V}{V'}$$

あらかじめ一定の条件において、標準の物質及び規定された pH 指示薬を用いて、種々の x の値を持つ基準液の系列を調製し、 A_1 及び A_2 を測定して $x - r$ の関係表を作成し、 $x - r$ 曲線を作成する。医薬品各条には、この $x - r$ の関係表が記載されている。次に同一条件で、試料について A_1 及び A_2 を測定して得られる r の値から $x - r$ 曲線を用いて x の値を求め、次の式によって採取した試料中の化学的純物質の量 S (g) を算出する。

$$S (\text{g}) = V' \times f \times x \times M$$

f : 容量分析用標準液のファクター。

$M : f = 1$ の容量分析用標準液 1 mL に対応する化学的純物質の量 (g)。

操作法

操作は医薬品各条に規定する条件に従い、次のように行う。試料を乾燥し、その質量を精密に量り、メスフラスコに入れ、容量分析用標準液 V' mL を全量ピペットで加え、更に医薬品各条に規定する場合は溶媒を全量ピペットで加え、次に pH 指示薬及び水を加えて溶かし、一定容量とする。この液につき、

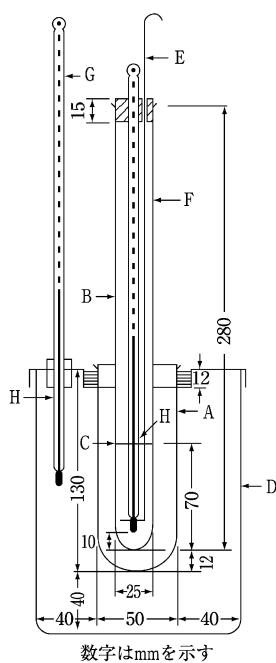
分光光度計を用い、水を対照とし、層長 10 mm で波長 λ_1 及び λ_2 におけるそれぞれの吸光度 A_1 及び A_2 を、別に規定するもののほかは常温で測定し、 r の値を求める。ここで得た r の値と医薬品各条に記載の $x - r$ の関係表に基づいて作成した $x - r$ 曲線からの x の値を求め、採取した試料中の化学的純物質の量 (g) を算出する。

14. 凝固点測定法

凝固点は、次の方法で測定する。

装置

図 14-1 に示すものを用いる。



- A : ガラス製円筒（内外の両壁に墨り止めのためシリコン油を塗る。）
- B : 試料容器（硬質ガラス製試験管で、管の両壁に墨り止めのためシリコン油を塗る。ただし、試料に接する部分には塗らない。A 中にさし込み、コルク栓で固定する。）
- C : 標線
- D : ガラス製又はプラスチック製浴
- E : ガラス製又はステンレス製かき混ぜ棒（径 3 mm、下端を外径 18 mm の輪状にしたもの。）
- F : 浸線付温度計
- G : 浸線付温度計又は全没式温度計
- H : 浸線

図 14-1

操作法

試料を試料容器 B の標線 C まで入れる。試料が固体の場合には、予想した凝固点よりも 20 °C 以上高くならないように注意して加温して溶かし、B に入れる。ガラス製又はプラスチック製浴 D に予想した凝固点よりも 5 °C 低い温度の水をほぼ全満する。試料が常温で液体の場合には、D の水を予想した凝固点より 10 ~ 15 °C 低くする。

試料を B に入れ、A 中にさし込み、浸線付温度計 F の浸線 H を試料のメニスカスに合わせた後、試料の温度が予想した凝固点よりも 5 °C 高い温度まで冷却されたとき、かき混ぜ

棒 E を毎分 60 ~ 80 回の割合で上下に動かし、30 秒ごとに温度を読む。温度は徐々に下がるが、結晶を析出し始めて温度が一定になるか、又はやや上がり始めたとき、かき混ぜをやめる。通例、温度上昇の後にしばらく維持された最高温度 (F の示度) を読みとる。温度上昇の起こらない場合には、しばらく静止した温度を読みとる。連続 4 回以上の読みとり温度の範囲が 0.2 °C 以内のとき、その平均値をとり、凝固点とする。

注意：過冷の状態が予想されるときは、B の内壁をこするか、温度が予想される凝固点に近づいたとき、固体試料の小片を投入して凝固を促進させる。

15. 強熱減量試験法

強熱減量試験法は、試料を医薬品各条に規定する条件で強熱し、その減量を測定する方法である。この方法は、強熱することによって、その構成成分の一部又は混在物を失う無機薬品について用いる。

医薬品各条に、例えば 40.0 ~ 52.0 % (1 g, 450 ~ 550 °C, 3 時間) と規定するものは、本品約 1 g を精密に量り、450 ~ 550 °C で 3 時間強熱するとき、その減量が本品 1 g につき 400 ~ 520 mg であることを示す。

操作法

あらかじめ、白金製、石英製又は磁製のるつぼ又は皿を医薬品各条に規定する温度で恒量になるまで強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。

試料は医薬品各条に規定する量の ± 10 % の範囲内で採取し、前記の容器に入れ、その質量を精密に量る。これを医薬品各条に規定する条件で強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。放冷はデシケーター (シリカゲル) で行う。

16. 強熱残分試験法

強熱残分試験法は、試料を次の操作法によって強熱するとき、揮発せずに残留する物質の量を測定する方法である。この方法は、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ために用いるが、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熱時揮発する無機物中に含まれる不純物の量を測定するために用いる。

医薬品各条に、例えば 0.10 % 以下 (1 g) と規定するものは、本品約 1 g を精密に量り、次の操作法によって強熱するとき、その残分が本品 1 g につき 1.0 mg 以下であることを示す。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後、試料を採取する。

操作法

あらかじめ、白金製、石英製又は磁製のるつぼを 450 ~ 550 °C で恒量になるまで強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。

試料は医薬品各条に規定する量の ± 10 % の範囲内で採取し、前記の容器に入れ、その質量を精密に量る。ただし、採取量が容量で示されているときは医薬品各条に規定する量を正確に量り、前記の容器に入れる。蒸発後と規定されているものは、