

(4) 特定の二つ以上の波長における吸光度の比による確認

試料から得られた吸収スペクトルの特定の二つ以上の波長における吸光度の比を求め、確認しようとする物質の医薬品各条に規定される吸光度の比の値と比較し、試料から得られた吸光度の比が医薬品各条の規定に合致するとき、試料と医薬品各条医薬品の同一性が確認される。

定量

医薬品各条に規定する方法で対照液、試料溶液及び標準溶液を調製し、操作法の項に規定する方法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液の吸光度を求め、両者の吸光度を比較することにより定量しようとする物質の量を求める。

25. 質量偏差試験法

質量偏差試験法は、製剤の質量の偏差を含量の偏差とみなし、個々の製剤の質量を測定することにより、製剤の主薬含量の均一性を推定し試験する方法である。したがって、含量均一性試験を適用した場合にはこの試験法を適用しない。また、定量法に規定する方法を成分含量の測定法として用いることにより、この試験法に代えて含量均一性試験法を適用することができる。

試料 30 個をとり、初めに 10 個についてそれぞれの質量を精密に量り、判定値を計算するとき、この値が 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 20 個について同様に質量を測定し、2 回の試験を併せた 30 個についての判定値を計算するとき、この値が 15.0 % を超えず、かつ個々の製剤の含量の推定値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。

$$\text{判定値} = |M - A| + ks$$

M ：特に規定している場合以外は表示量（100.0 %）を用いる

A ：定量法で求めた、試料 1 個あたりの平均含量（表示量に対する %）

$$x_i = w_i \times \frac{A}{W}$$

$x_1, x_2 \dots x_i \dots x_n$ ：試料 1 個に含まれる主薬含量の推定値

$w_1, w_2 \dots w_i \dots w_n$ ：試験した個々の試料の質量

\overline{W} ： $w_1, w_2 \dots w_i \dots w_n$ の平均値

n ：試験した試料の全個数

k ：判定係数

n 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

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

以下に示す製剤については、下記の試験法を適用する。

カプセル剤、顆粒剤（分包）、散剤（分包）及びシロップ剤（分包）

カプセル又は包装を含む全質量を製剤の質量とみなし、上記の試験を行う。適合しないときは、以下の方法で内容物の質量を測定し上記の試験を適用する。

(1) 硬カプセル剤、顆粒剤（分包）、散剤（分包）及びシロップ剤（分包）

本剤の個々の質量を精密に量る。このとき、個々に番号をひかえるなど識別して、各製剤とその質量との対応に留意する。カプセル又は包装を開き、内容物を小さな分けなどを用いて除去し、個々の空のカプセル又は包装の質量を精密に量る。個々の製剤の質量から対応する空のカプセル又は包装の質量を差し引いて、その製剤の内容物の質量とする。

(2) 軟カプセル剤

本剤の個々の質量を精密に量る。このとき、個々に番号をひかえるなど識別して、各カプセル剤とその質量との対応に留意する。カプセルを切り開き、内容物をジエチルエーテルなどの揮発性の溶媒で洗い出す。ろ紙などで空のカプセルから溶媒を除去し、室温に放置してカプセルに含まれている溶媒を蒸発させる。このとき、カプセルが特に吸湿又は乾燥することを避ける。個々の空のカプセルの質量を精密に量り、個々のカプセル剤の質量から対応する空のカプセルの質量を差し引いて、そのカプセル剤の内容物の質量とする。

注射剤（用時溶解又は懸濁して用いる注射剤）

本剤をとり、表示用の紙があればこれを除き、外部を水で洗いじゅうぶん乾燥する。その後、注意して開封し、直ちに容器の各部分を集めてその質量を精密に量る。次に内容医薬品を除き、容器の各部分を水及びエタノール（95）でよく洗い、じゅうぶんに乾燥した後、質量を精密に量る。前後の質量差を内容物の質量とし、上記の試験を行う。

26. 重金属試験法

重金属試験法は、薬品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性混在物をいい、その量は鉛（Pb）の量として表す。

医薬品各条には、重金属（Pb として）の限度を ppm で（）内に付記する。

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。

(1) 第 1 法

医薬品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 40 mL とする。これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は医薬品各条に規定する量の鉛標準液をネスラー管にとり、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(2) 第 2 法

医薬品各条に規定する量の試料を石英製又は磁製のるっぽに量り、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 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 °C で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2 mL 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 10 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレン試液 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 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラ