

(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

一管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は硝酸 2 mL、硫酸 5 滴及び塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

(3) 第 3 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、初めは注意して弱く加熱し、次に強熱して灰化する。冷後、王水 1 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ー管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は王水 1 mL を水浴上で蒸発乾固し、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

(4) 第 4 法

医薬品各条に規定する量の試料を白金製又は磁製のるっぽに量り、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1→10）10 mL を加えて混和し、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化する。冷後、硫酸 1 mL を加え、注意して加熱した後、500～600 °C で強熱し、灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硫酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、水 10 mL を加え、加温して溶かす。次にフェノールフタレン試液を 1 滴加えた後、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ー管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1→10）10 mL をとり、エタノールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸 1 mL を加え、注意して加熱した後、500～600 °C で強熱する。冷後、塩酸 3 mL を加え、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

操作法

検液及び比較液に硫化ナトリウム試液 1 滴ずつを加えて混和し、5 分間放置した後、両管を白色の背景を用い、上方又は側方から観察して液の色を比較する。

検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

27. 消化力試験法

消化力試験法は、消化酵素剤の原体及び製剤のでんぶん消化力、たん白消化力及び脂肪消化力を測定する方法である。

(1) でんぶん消化力試験法

でんぶん消化力の測定は、次のでんぶん糖化力測定法、でんぶん糊精化力測定法又はでんぶん液化力測定法により行う。

(i) でんぶん糖化力測定法

でんぶん糖化力は、でんぶんにアミラーゼが作用するとき、

グルコシド結合の切断に伴って増加する還元力を測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間に 1 mg のブドウ糖に相当する還元力の増加をもたらす酵素量を 1 でんぶん糖化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、還元力の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、0.4～0.8 でんぶん糖化力単位/mL である。必要ならばろ過する。

基質溶液の調製

でんぶん消化力試験用パレイショデンプン試液を用いる。ただし、必要ならば pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL の代わりに医薬品各条で規定する緩衝液又は塩類溶液 10 mL を加える。

操作法

基質溶液 10 mL を正確に量り、37 ± 0.5 °C で 10 分間加温した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37 ± 0.5 °C で正確に 10 分間放置した後、でんぶん消化力試験用フェーリング試液のアルカリ性酒石酸塩液 2 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。次に、でんぶん消化力試験用フェーリング試液の銅液 2 mL を正確に加え、軽く振り混ぜた後、水浴中で正確に 15 分間加熱し、直ちに 25 °C 以下に冷却する。次に、濃ヨウ化カリウム試液 2 mL 及び薄めた硫酸（1→6）2 mL を正確に加え、遊離したヨウ素を 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（a mL）。ただし、滴定の終点は、滴定が終点近くなったとき、溶性デンプン試液 1～2 滴を加え、生じた青色が脱色するときとする。別に、基質溶液の代わりに水 10 mL を正確に量り、同様に操作して滴定する（b mL）。

でんぶん糖化力（単位/g）

$$= \text{ブドウ糖の量 (mg)} \times \frac{1}{10} \times \frac{1}{W}$$

ブドウ糖の量 (mg) = (b - a) × 1.6

W : 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

(ii) でんぶん糊精化力測定法

でんぶん糊精化力は、でんぶんにアミラーゼが作用するとき、でんぶんの直鎖成分（アミロース）の低分子化に伴うでんぶんのヨウ素による呈色の減少を測定して求める。その単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にパレイショデンプンのヨウ素による呈色を 10 % 減少させる酵素量を 1 でんぶん糊精化力単位とする。

試料溶液の調製

操作法により試験するとき、でんぶんのヨウ素による呈色の減少が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように、試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし、試料溶液とする。その濃度は、通例、0.2～0.5 でんぶん糊精化力単位/mL である。必要ならばろ過する。

基質溶液の調製

でんぶん糖化力測定法に準じて調製する。

操作法

基質溶液 10 mL を正確に量り、37 ± 0.5 °C で 10 分間