

分測定用メタノール 900 mL に溶かし、水冷し、液温を 30 °C 以下に保ちながら、乾燥二酸化イオウを通じ、その増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 12 g を加えて溶かし、かき混ぜながら、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加し、水分測定用メタノールを加えて 1000 mL とする。

水分測定用陰極液 塩酸ジエタノールアミン 24 g を水分測定用メタノール 100 mL に溶かす。

(2) 調製法 2

水分測定用陽極液 1,3-ジ-(4-ピリジル)プロパン 40 g 及びジエタノールアミン 30 g を水分測定用メタノール約 200 mL に溶かし、乾燥二酸化イオウを増量が 25 g になるまで通じる。炭酸プロピレン 50 mL を加え、ヨウ素 6 g を溶かした後、水分測定用メタノールを加えて 500 mL とし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。

水分測定用陰極液 塩化コリン 30 g を水分測定用メタノールに溶かし 100 mL とする。

(3) 調製法 3

水分測定用陽極液 ジエタノールアミン 100 g を水分測定用メタノール又は水分測定用メタノール/水分測定用クロロホルム混液 (3 : 1) 900 mL に溶かし、冷却しながら、乾燥二酸化イオウを通じ、増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 20 g を加えて溶かし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。

水分測定用陰極液 塩化リチウム 25 g を水分測定用メタノール/ニトロメタン混液 (4 : 1) 1000 mL に溶かす。

操作法

滴定フラスコ中に水分測定用陽極液を入れた後、この液中に定電流分極電位差滴定装置の一对の白金電極又は双白金電極を浸す。別に、水分測定用陰極液を満たしたヨウ素発生用装置を水分測定用陽極液中に浸す。あらかじめ電解電流を流して、滴定フラスコ内を無水の状態にしておく。次に水分 0.2 ~ 5 mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら終点まで滴定する。試料が陽極液に溶けないときは、手早く粉末とし、水分 0.2 ~ 5 mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、湿気を避けて 5 ~ 30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定を行う。別に、試料が溶剤に溶けないとき、又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、窒素をキャリアとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。

滴定開始より終点に至るまでのヨウ素の発生に要した電気量 (C) [電流 (A) × 時間 (秒)] を測定し、次の式より試料中の水分量 (%) を求める。

なお、滴定は湿度の低い雰囲気で行う必要があるが、滴定に長時間要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は、試料を測定したときと同様の操作により空試験を行い、補正する。

$$\text{水 (H}_2\text{O) \%} = \frac{\text{ヨウ素の発生に要した電気量 (C)}}{10.72 \times \text{試料の質量 (mg)}} \times 100$$

10.72 : 水 (H₂O) 1 mg に対応する電気量 (C/mg)

32. 製剤の粒度の試験法

製剤の粒度の試験法は、製剤総則中の製剤の粒度の規定を試験する方法である。

操作法

(1) 顆粒剤

本剤は、10 号 (1700 μm)、12 号 (1400 μm) 及び 42 号 (355 μm) ふるいを用いて試験を行う。ただし、本試験法に用いるふるいの枠の内径は 75 mm とする。

本剤 20.0 g を正確に量り、前記のふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ、上ふたをした後、3 分間水平に揺り動かしながら、時々軽くたたいてふるった後、各々のふるい及び受器の残留物の質量を量る。

(2) 散剤

本剤は、18 号 (850 μm)、30 号 (500 μm) 及び 200 号 (75 μm) のふるいを用いて試験を行う。ただし、この試験法に用いるふるいの枠の内径は 75 mm とする。

本剤 10.0 g を正確に量り、前記のふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ、上ふたをした後、3 分間水平に揺り動かしながら、時々軽くたたいてふるった後、各々のふるい及び受器の残留物の質量を量る。

33. 制酸力試験法

制酸力試験法は、胃において酸と反応し、制酸作用を発現する医薬品原体及び製剤の制酸力を求める試験法である。次の方法により試験を行うとき、原体は、その 1 g に対応する 0.1 mol/L 塩酸の消費量 (mL) で示し、製剤は、用法及び用量の 1 日服用量 (1 日服用量に幅がある場合には最小の 1 日服用量をいう) に対応する 0.1 mol/L 塩酸の消費量 (mL) で示す。

試料の調製

原体及び製剤総則散剤の規定に適合する固体製剤は、そのまま試料とする。ただし、分包されているものは、その 20 包以上をとり、その内容物質量を精密に量り、1 日服用量当たりの内容物の平均質量を算出し、均一に混合して試料とする。固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので、分包されている顆粒剤などは、その 20 包以上をとり、その内容物の質量を精密に量り、1 日服用量当たりの平均質量を算出した後、粉末とし、試料とする。固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので、分包されていない顆粒剤などは、その 20 回服用量以上をとり、粉末とし、試料とする。カプセル剤、錠剤などは、その 20 回服用量以上をとり、その質量を精密に量り、1 日服用量当たりの内容物の平均質量、又は平均質量を算出した後、粉末とし、試料とする。

液体製剤は、よく振り混ぜ、試料とする。

操作法

計算式で *a* の量が 20 ~ 30 mL になる量の試料をとり、試験を行う。

原体又は固体製剤の試料を精密に量り、200 mL の共栓フラスコに入れ、0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して 37 ± 2 °C で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ただし、