

第1法で試験するときは、別に規定するもののほか、試料1個を乾燥したバスケットに入れ、連結盤に装着した後、規定された位置までバスケットを下げる、直ちに回転させる。

第2法で試験するときは、別に規定するもののほか、試料1個を容器内底の中心部に沈めた後、直ちに規定の位置でパドルを回転させる。医薬品各条でシンカーを使用するよう規定されている場合は、試料をシンカーに入れて容器内の中央底部に沈める。

(2) 第3法

医薬品各条に規定するセルに5mm径のガラス球1個を入れ、規定された量の1mm径のガラス球を載せた後、別に規定するもののほか、試料1個を入れる。試料ホルダーを使用するよう規定されているときは、それで試料を保持する。定められたフィルターをセルに装着した後、定流量ポンプを駆動させ、定められた値の±5%以内の流量で37±0.5°Cに温められた試験液をセル下部から送液する。医薬品各条で定流量ポンプの脈流が規定されているときは、該当するポンプを使用する。

試験液の採取

医薬品各条において溶出率の下限値が1時点で規格として定められている場合、規定された時間で試験液の採取を行う。ただし、試料が溶出試験の規格に適合するときはそれ以前の時間で試験液を採取し、試験を終了することができる。2時点以上で規格が定められている場合、又は溶出率の上限及び下限値が規格として定められている場合には、規定された期間の±2%以内の時間で試験液を採取する。

第1法及び第2法では、試験液面とバスケット又は攪拌翼の上端との中間で、容器壁から10mm以上離れた位置から一定量の試験液を採取する。採取した試験液は直ちに適当な方法でろ過し、試料溶液とする。ただし、ろ過には試験液中の医薬品が吸着せず、医薬品各条に規定する定量に影響を与えないフィルターを用いる。第3法で試験するときは、セルより流出し受器に集められた試験液又は貯槽中の試験液を採取し、試料溶液とする。

試料溶液中の医薬品は医薬品各条に規定する方法により定量し、表示量に対する溶出率を求める。

判定

別に規定するもののほか、試料6個について試験を行い、個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のとき適合とする。規定する値から外れた試料が1個又は2個のときは、新たに試料6個をとて試験を繰り返す。12個中、10個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする。

67. 硫酸塩試験法

硫酸塩試験法は、薬品中に混在する硫酸塩の限度試験である。

医薬品各条には、硫酸塩(SO₄²⁻として)の限度をパーセント(%)で()内に付記する。

操作法

別に規定するもののほか、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40mLとする。これに希

塩酸1mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。別に医薬品各条で規定する量の0.005mol/L硫酸をとり、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとし、比較液とする。この場合、検液が澄明でないときは、両液を同条件でろ過する。

検液及び比較液に塩化バリウム試液2mLずつを加えて混和し、10分間放置した後、黒色の背景を用い、ネスラー管の上方又は側方から観察して混濁を比較する。

検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くない。

68. 硫酸呈色物試験法

硫酸呈色物試験法は、薬品中に含まれる微量の不純物で硫酸によって容易に着色する物質を試験する方法である。

操作法

あらかじめネスラー管を硫酸呈色物用硫酸でよく洗う。別に規定するもののほか、試料が固体の場合にはネスラー管に硫酸呈色物用硫酸5mLを入れ、試料を粉末とし、医薬品各条に規定する量を少量ずつ加え、ガラス棒でかき混ぜて完全に溶かす。試料が液体の場合には医薬品各条に規定する量をとり、ネスラー管に入れ、硫酸呈色物用硫酸5mLを加えて振り混ぜる。この間、発熱し温度が上昇するものは冷却し、温度の影響のあるものは標準温度に保ち、15分間放置した後、液を白色の背景を用い、ネスラー管に入れた医薬品各条に規定する色の比較液と側方から観察して比色する。

69. ろ紙クロマトグラフ法

ろ紙クロマトグラフ法は、ろ紙を用い、混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認又は純度の試験などに用いる。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

幅20~30mm、長さ400mmの長方形のろ紙の下端から約50mmの高さの位置を原線とし、この中央に医薬品各条で規定する量の試料溶液をマイクロピペット又は毛細管を用いてスポットし、風乾する。次に、あらかじめ展開溶媒を入れ、その蒸気で飽和させておいた高さ約500mmの展開用容器に、このろ紙を入れ、器壁に触れないように注意してつるし、下端から約10mmまでを、器底の展開溶媒中に浸し、容器を密閉し、常温で展開を行う。

展開溶媒の先端が原線から医薬品各条に規定する距離まで上昇したとき、ろ紙を容器から取り出し、直ちに溶媒の先端の位置に印を付け、風乾した後、医薬品各条に規定する方法により、スポットの位置及び色などを調べる。*R_f*値は次の式によって求める。

$$R_f = \frac{\text{原線からスポットの中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$