

6.2 メンテナンス

メーカー推奨の保守及びメンテナンススケジュールに従うこと。

6.3 機械的較正

各装置の機械的較正を定められた手順に従って実施する。大幅な調整が必要になった場合は、繰り返しが必要かもしれない。これらの試験を6カ月毎に、修理や移動を行った後などに実施する。もし、装置が日常的に使用されていないときは、機械的較正を6ヶ月間隔の後、最初の溶出試験を行う前に実行しても良い。溶出試験器によっては、試験のためにメーカーの供給する特別な道具を必要とするものや、自動の校正装置を組み込んでいるものもある。手順の原則に従うのであれば、これらを使用しても良い。

回転軸の偏心度

容器板の上にダイヤルゲージを置き、ゲージの測定子がパドルの攪拌翼またはバスケットの約2cm 上で回転軸に触れるように駆動部を設置する。測定子が回転する回転軸に軽く押し付けられるようにダイヤルゲージを設置する。機械的なゲージを使用する場合には、ゲージの指針がわずかに0を越えるように調整する。指針は最小値から最大値に変化し、その差を偏心度とする。規格は総偏心度 $\leq 1.0\text{mm}$ とする。

パドル及びバスケットの回転軸の垂直度

駆動部を実際の溶出試験時と同じ場所へ下げる。必要なら、回転軸の垂直度は、駆動部上に上げられた回転軸でチェックしてもよい。正確な気泡水準器を回転軸の手前の端にあてる。気泡は水準器の基準線内に入らなければならない。水準器を回転軸の側面に接するように90度回転する。このときも、気泡は水準器の基準線内に入らなければならない。回転軸が垂直でなければ、垂直になるまで装置の足の高さで調整する。

回転軸の垂直度の測定では、デジタル式の水準装置を使用しても良い。回転軸は垂直から $\leq 0.5^\circ$ でなければならない。

バスケット偏心度

容器板の上にダイヤルゲージを置き、ゲージの測定子がバスケット底部の端に触れるように駆動部を設置する。ゲージを測定子が回転する回転軸に軽く押し付けられるように設置する。機械的なゲージを使用する場合、機械的なゲージを使用する場合には、ゲージの指針がわずかに0を越えるように調整する。指針は最小値から最大値に変化し、その差を偏心度とする。規格は総偏心度 $\leq 1.0\text{mm}$ とする。

容器の中心度

装置の容器板に歪みやたわみがあったり、容器の縁や心だし環の縁が完全に一致していないかも知れない。もしこのようなことがあると、回転軸が垂直で容器板が水平であっても、容器の壁は垂直ではない。

心だし治具を使用して容器内の中心度を測定する。二つの心だし治具を使用して、パドル又はバスケット回転軸の周りの容器の中心度を出すために使用し、側面が垂直となるように容器を調整する。パドル法では、一つの心だし治具の底部をパドルの回転翼の上部から2mm 上に取り付け、二つ目の心だし治具の底を回転翼の上部80mm にクランプで止め、両方の測定子が容器の壁に対して同一方向となるようにする。回転バスケット法では一つの心だし治具の底部を、バスケットの上部2mm 上に取り付け、二つ目の心だし治具の底をバスケット上部60mm の位置

に取り付け、測定子を容器の壁に対して同一方向となるようにする。パドルの回転翼やバスケットの底部が容器の底より約 2.5cm 上になるように、注意深く回転軸と心だし治具を容器の中へ下げる。回転軸をゆっくり手で回し、両方の中心度をチェックする。もし、容器がいずれかの高さで中心度が出せない場合、容器を調整してセンターに持ってくるようにする。調整は、容器又は容器板の心だし環とともに回転させたり、容器板内で容器をずらすか、又はパッキン材を容器の縁か容器心だし環の片方に入れることによって行う。底及びトップの両方が中心線から 1.0mm 以内となるまで、この操作を繰り返し行う。

代わりの手順としては、回転軸又は代用回転軸の周りの容器内壁で、機械的又はデジタル中心度計を使うことです。中心度は円筒形部分の中の容器の内側、2点で測定する。一つは上部の端の下で、もう一つは容器の底部の直ぐ上です。回転軸又は代用回転軸は中心線から 1.0mm 以内になければならない。

容器の垂直度

容器の垂直度は、中心度測定器と 2 点間の高さの違いを使用して計算することができ、或いは、容器の内側の壁にデジタル水準器を当てて測定することも出来る。垂直度は 90°離れた 2 点で測定されなければならない。調整はパッキン材（テープなど）を容器の縁の片側又は容器の中心度環の下に置くことにより行う。容器の垂直度 $\leq 1.0^\circ$ でなければならない。

容器の中心度と垂直度が得られたら、容器と容器板開口部に番号を付け、印が隣接するように貼り付ける。夫々の容器は溶出試験のたびに、同じ容器板開口部に戻し、容器板開口部の中の正確な同じ場所にきちんと位置決めされなければならない。

バスケット及びパドルの深さ

容器の内底とバスケット又はパドルの底部までの実際の距離を測定する。もしバスケット／パドルの高さが調節できるのであれば、先ずデプスゲージを使ってパドル攪拌翼又はバスケットの底部と容器の内底の距離を測定する。デプスゲージを 25mm に設定し、容器の底に置く。各回転軸を装置の駆動部内に上げる。駆動ユニットを操作位置に下ろし、パドル又はバスケットが、デプスゲージに触れるところで止める。回転軸はこの高さでロックする。これを各回転軸で繰り返す。規格は 25 mm \pm 2 mm とする。

回転スピード

パドルやバスケットの回転スピードを測定するためにはタコメーターを使用する。回転軸は目標値の ± 2 rpm でスムーズに回転しなければならない。

6.4 操作

溶出試験の前には次のことを実施する：

バスケットの検査

それぞれのバスケットについて、錆、腐食、バスケットからのワイヤーの突出、メッシュの目詰まり、メッシュの歪み等の欠陥がないか目視する。

パドルの検査

それぞれのパドルについて、錆、腐食、(テフロンとかそのほかの塗装を施したパドルに対して)パドル上の塗装の剥離、等の欠陥がないか目視する。

容器の検査

それぞれの容器は、ひっかき傷、ひび割れ、くぼみ、付着物があつてはならない。

容器の温度

それぞれの容器の中の試験液温度を測定時に測る。規格は目標温度の $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ である。目標温度は通常、装置 1 と 2 で 37°C である。

振動

USP の“装置のいかなる部分も（装置が設置される環境を含む）、滑らかな回転運動の要素を越えるような、大きな動き、動揺または振動を与えないこと。”という規格に従う。

6.5 その他の変動要因

バスケットの回転軸（クリップ対 O リング）

USP General Chapter <711> Dissolution の回転バスケット部分の図にはバスケットの回転軸はバスケットを保持する止め金が付いていること示している。ある種のバスケットの回転軸は、止め金の代わりにバスケットを保持する O リングを備えている。止め金が引き起こす試験液の流体力学的変化は、ある種の製剤でわずかに高い溶出結果をもたらす。DPA の化学者は、USP の図に対応するため、特に試験法に記載されない限り、止め金付きのバスケット回転軸または取り外し可能なバスケット用止め金を使用しなければならない。

シンカー

装置 2（パドル）で、カプセルが浮く場合にシンカーが必要である。市販のシンカーでは、あまりにも多くのコイルを有するために、シンカーの内部にカプセル素材をトラップしてしまうものがある。DPA は USP によって推奨されるシンカーを使用する。シンカーの作り方の詳細な手順は USP 一般試験法 <1092> 溶出手順：開発とバリデーション、USP 薬局方フォーラム、31(5), 2005, p.1463 に示されている。もし試験法に、特別な市販のシンカーの使用が記載されていれば、DPA の化学者は指定されたシンカーを使用しなければならない。

7. 記録

実施日、分析者、溶出試験容器の製造者、溶出試験装置の製造者、製品番号及び製造番号を適切なコメントを添えて機械的較正記録書（添付資料 A と B を参照）に記録すること。記録用紙はその装置の記録用紙フォルダーに入れておく。それぞれの溶出装置はそれ自身の記録用紙フォルダー備えておく。

8. 用語集

適応なし

9. 添付資料

添付資料 A-機械較正記録用紙—装置 1（バスケット）

添付資料 B-機械較正記録用紙—装置 2（パドル）

