

第3章 規格及び試験方法について

基本的な考え方

薬用化粧品として求められる最も重要なものは、品質、有効性及び安全性の確保である。製剤の規格及び試験方法としては、少なくとも以下のような項目について設定する。ただし、品質管理等に係る十分な検討の結果、設定する必要性が認められない項目については省略できる場合がある。

- | | |
|--------------|------------|
| 1. 本質 (含量規格) | (必須) |
| 2. 性状 | (必須) |
| 3. 確認試験 | (必須) |
| 4. 示性値 | (必要に応じて設定) |
| 5. 純度試験 | (必要に応じて設定) |
| 6. 定量法 | (必須) |

規格値は、3ロット3回（1ロットあたり3試料）以上の試験実測値に基づき、原料のロットぶれ、製造時のばらつき、安定性等を考慮して設定すること。ただし、性状、確認試験については、1ロットについて1回の試験でもよい。なお、確認試験等のうち、クロマトグラフィーを用いる試験など、数値で示せるものは1ロットあたり3試料以上とする。

含量規格

【規格及び試験方法】

【試験名】：含量規格

【規格及び試験方法】

本品は定量するとき、規定量の90～110%に対応するグリチルレチン酸ステアリル ($C_{48}H_{82}O_4$ ：723.16) 及び酢酸DL- α -トコフェロール ($C_{31}H_{52}O_3$ ：472.74) を含む。

- 1) 含量規格は、原則としてすべての有効成分について設定すること。
なお、有効成分について定量できない等、含量規格を設定できない場合にあっては、定量できない理由等についての検討結果（実際に試験を行った結果）を理由書としてまとめた上で添付すること。
- 2) 含量規格幅は、試験実測値に基づき、原料のロットぶれ、製造時のばらつき、安定性等を考慮して設定する。
（一般には、90～110%とする。）
- 3) 安定性試験の結果等から90～110%より広く設定する場合は、理由書等に、その設定理由を記載すること。添付資料（規格及び試験方法に関する資料）の結果以外に、原料のロットぶれ等も勘案し、開発段階におけるパイロットスケールや類似処方製剤の試験結果などに基づいて設定する。
- 4) 分子量は準用する外原規あるいは日局に規定された2010年国際原子量表に基づいて記載すること。

性状

【規格及び試験方法】

【試験名】：性状

【規格及び試験方法】

本品は、微黄色～黄色のクリーム状で、芳香がある。

- 1) 色、形状、においなどを示すことができる。
- 2) シリーズ製品（申請）の場合、実際の色調を記載するが、色調幅が広くても差し支えない。（例：本品は、微黄色～黄色、微緑色～緑色、又は白色のクリーム状で、芳香がある。）
なお、シリーズ製品（申請）が認められるのは、香料及び／又は色調ちがいの場合のみであることに留意すること。“液～クリーム状”のような記載がシリーズ申請として認められる訳ではない。
- 3) 性状の記載については、医薬部外品原料規格2006の通則27を参考にすることができる。

（参考情報）

色の表現は、有彩色の基本色及び無彩色の基本色による。ただし、測色して色を表現する場合は、現行のJIS Z8102「物体色の色名」を参考にすることもできる。

確認試験

【規格及び試験方法】

【試験名】：確認試験

【規格及び試験方法】

(1) グリチルレチン酸ステアリル

本品1gにエタノール(99.5)5mLを加えてよく振り混ぜ、これに硫酸3mLを注意しながら徐々に加え、水浴上で5分間加熱した後、パニリン・エタノール試液2mLを加えるとき、液は、濃赤紫色を呈する。

(2) 酢酸DL- α -トコフェロール

本品1gにエタノール(99.5)5mLを加えてよく振り混ぜ、これに発煙硝酸1mLを加え、75℃で15分間加熱するとき、液は赤色～橙色を呈する。

- 1) 原則として、すべての有効成分について確認試験を設定する。
外原規又は日局各条や別紙規格等の確認試験を参考に設定することができるが、製剤への適用に際しては、その他の成分(有効成分以外)の影響等を十分に考慮し設定する。
- 2) どの有効成分に対応する確認試験か、わかるように記載する。また、一つの有効成分に対して複数の試験法を設定する場合、①、②・・・と番号をふるなど見やすい工夫をする。
- 3) 確認試験には、定量法と原理が異なる試験法を設定することが望ましい。例えば、クロマトグラフィーを用いた定量法の場合、標準物質との保持時間の一致は必至となるため、これを利用しただけの確認試験の設定は望ましくない。もし、定量法と原理が異なる確認試験の設定が困難な場合は理由書を添付すること。理由書には文章等で検討結果を記載すること。場合によっては、データの提出を求められることもある。
- 4) 一般試験法の名称、試薬・試液等は、準用する公定書収載の名称にする。また、準用する公定書収載の各条成分を用いる場合は成分名に「」を付す。

pH

【規格及び試験方法】

【試験名】：pH

【規格及び試験方法】

(記載例1 本品のpH)

6.0～8.0

(記載例2 10%分散液のpH)

本品2gに新たに煮沸し冷却した水18mLを加えて分散した液のpHは、6.0～8.0である。

- 1) 製品の品質を確保する上で必要に応じて示性値を設定する。示性値の項目としては主に以下のとおりである。
規格値は、試験実測値に基づき、原料のロットぶれ、製造時のばらつき、安定性等を考慮して設定する。
(ア) pH 油性製剤や油量の多いエマルジョン、パウダー剤型のように、pHそのものが示性値としての意味をなさない場合は、設定しない。
(イ) 比重
(ウ) 粘度
- 2) pHの幅は「2」程度まで可だが、規格幅の設定に際しては、客観的観点から決定するとともに、品質を確保する上で必要最低限の幅とするべきである。それ以上は示性値として広すぎると考えられることから、理由がある場合を除き原則としては認められない。

定量法

【規格及び試験方法】

【試験名】：定量法

【規格及び試験方法】

(記載例 1 絶対検量線法 (3点検量線))

(1) グリチルレチン酸ステアリル

本品約1gを精密に量り、エタノール(99.5)を加えて溶かし、正確に50mLとする。これを0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にグリチルレチン酸ステアリル標準品(注1)約0.1gを精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に100mLとする。この液1mL、2mL、3mLを正確に量り、それぞれにエタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)、(2)、(3)とする。

試料溶液及び標準溶液(1)、(2)、(3)それぞれ20 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。標準溶液(1)、(2)、(3)のピーク面積より検量線を作成し、試料溶液のピーク面積からグリチルレチン酸ステアリルの含量を求める。

本品100g中のグリチルレチン酸ステアリルの量(g)

$$= \text{検量線から求めたグリチルレチン酸ステアリルの濃度} (\mu\text{g/mL}) / (\text{試料採取量} (\text{g}) \times 200)$$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：毎分0.8mL

(記載例2 絶対検量線法(1点検量線))

(2) 酢酸DL- α -トコフェロール

本品約1gを精密に量り、エタノール(99.5)を加えて溶かし、正確に50mLとする。これを0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に酢酸DL- α -トコフェロール標準品(注2)約60mgを精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量りエタノール(99.5)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液20 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、それぞれの液の酢酸DL- α -トコフェロールのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

本品100g中の酢酸DL- α -トコフェロールの量(g)

$$= \text{標準品の採取量(mg)} / \text{本品の採取量(g)} \times A_T / A_S \times 1 / 200$$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：284nm)

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用メタノール(注3)／水混液(49：1)

流量：酢酸DL- α -トコフェロールの保持時間が約12分になるように調整する。

- 1) 原則として、すべての有効成分について定量法を設定する。どの有効成分に対する定量法か、わかるように記載する。
- 2) 定量法が設定できない合理的な理由がある場合は、その理由書を添付する。
- 3) 検量線を用いて含量を換算する場合は、検量線の作成方法を明記し、規格及び試験方法に関する資料にも検量線を添付する。
- 4) 1点検量により含量を求める場合は、試料溶液及び標準溶液中の有効成分濃度を同程度に調製する。
- 5) 定量に用いた標準物質の規格及び含量がわかるように注釈で記載する。外原規や日局等で標準品としての規格が定められているものを用いる場合に限っては、下記の例のとおり定量法の文中に記載すれば注釈は不要である。

例) 準用規定が外原規である場合

・外原規 一般試験法 標準品 収載品の場合 → 酢酸トコフェロール標準品

・日局 一般試験法 標準品 収載品の場合 → 日局トコフェロール酢酸エステル標準品

- 6) 試料の「質量」は、「約〇gを精密に量る」や「約〇mgを精密に量る」と記載する。
- 7) 試験条件のうちカラムの内径、長さ及び充てん剤の粒径は、「約」を用いず実際に用いたサイズを記載する。
- 8) 「カラム温度：室温」とは記載せず、例えば「25 $^{\circ}$ C付近の一定温度」等と記載する。空調等により室内温度を管理し、カラム温度が一定に保たれることが重要である。
- 9) 流量の記載については、「毎分〇〇mL」でも「〇〇(有効成分名)の保持時間が約〇〇分になるように調整する」でもよい。
- 10) 一般試験法の名称、試薬・試液等は、準用する公定書等(外原規、日局等)収載の名称にする。また、用いる名称が最新の公定書等による名称であるか確認すること。
- 11) 準用する公定書等(外原規、日局等)収載の各条成分を用いる場合は、成分名に「」を付す。

1 2) 絶対検量線法の他に、内標準法を用いることもできる。内標準法による記載例は次のとおりである。

本品約 1 g を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、エタノール (99.5) 40 mL を加えて溶かす。これを 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にグリチルレチン酸ステアaryl 標準品 (注 1) 約 0.1 g を精密に量り、エタノール (99.5) を加えて溶かし正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、エタノール (99.5) を加えて 50 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するグリチルレチン酸ステアaryl のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

本品 100 g 中のグリチルレチン酸ステアaryl の量 (g)

= グリチルレチン酸ステアaryl 標準品の採取量 (g) / 本品の採取量 (g) × Q_T / Q_S

内標準溶液 ○○ のエタノール (99.5) 溶液 (1→8000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：グリチルレチン酸ステアaryl の保持時間が約 11 分になるように調整する。

【参考】試験方法として液体クロマトグラフィーあるいはガスクロマトグラフィーを設定している試験のシステム適合性に係る取扱い

① 製剤の規格及び試験方法については、原則としてシステム適合性を設定しなくてもよい。

ただし、分析システムの稼働状況を日常点検等により自社で担保し、その記録を整えておくこと。

② 新有効成分及び新添加物については、原則としてシステム適合性の設定が必要であり、それらを承認前例とするものも同様である。その他、安全性及び品質の確保等から、特に必要と考えられる成分については、設定が求められる。

システム適合性の記載例を下記に示す。なお、第十七改正日本薬局方原案作成要領も合わせて参考とすることができる。

・絶対検量線法 (3点検量線、1点検量線) の記載例

システム適合性

システムのパフォーマンス：標準溶液 ○○ μL につき、上記の条件で操作するとき、□□□* のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ △△△△ 段以上、■以下である。

システムの再現性：標準溶液 ○○ μL につき、上記の条件で試験を △ 回繰り返すとき、□□□* のピーク面積の相対標準偏差は ■% 以下である。

*□□□には分析対象の有効成分名を記載

・内標準法の記載例

システム適合性

システムのパフォーマンス：標準溶液 ○○ μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、□□□* の順に溶出し、その分離度は △ 以上である。

システムの再現性：標準溶液 ○○ μL につき、上記の条件で試験を △ 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対する □□□* のピーク面積の比の相対標準偏差は ■% 以下である。

*□□□には分析対象の有効成分名を記載

標準物質

【規格及び試験方法】

【試験名】：標準物質

【規格及び試験方法】

(注1) グリチルレチン酸ステアeryl標準品

「グリチルレチン酸ステアeryl」(含量99.0%以上)

(注2) 酢酸DL- α -トコフェロール標準品

「酢酸DL- α -トコフェロール」(含量99.0%以上)

- 1) 理由がある場合を除き、公定書に規格が定められた標準品以外の標準物質を定量法に用いる場合、試薬・試液の項ではなく、標準物質の項に「〇〇標準品」又は「定量用〇〇」としてその規格を記載する。
- 2) 公定書各条適合品を用いて含量を特定する場合の記載例を示した。名称に「 」を付けたものは、公定書に収載されている原料であることを示す。
- 3) 含量は99.0%以上が望ましい。どうしても入手困難な場合はそれ以下でも認められる場合がある。また、定量法の計算式において補正項を設けることにより補正することもできる。補正項を設けた場合は、その理由を規格及び試験方法に関する資料中に記載するか、又は、理由書として添付する。
- 4) 標準物質の規格及び試験方法を新たに設定する場合は、外原規や日局を参考に定量用の標準物質として適切な内容とする。
- 5) 100から不純物を差し引く方法(マスバランス法)を「純度」と称して、「含量」と区別している。「純度」と「含量」では求める方法が異なるので、どちらの方法で規定するのか確認すること。

試薬・試液

【規格及び試験方法】

【試験名】：試薬・試液

【規格及び試験方法】

(注3) 液体クロマトグラフィー用メタノール

日局 試薬・試液 メタノール、液体クロマトグラフィー用

- 1) 準用する公定書に記載されていない試薬・試液は、公定書記載の試薬・試液の記載を参考に、試験の実施に必要な項目を規格として設定すること。
- 2) 試薬・試液及びカラムについての記載は、商品名や会社名などの商品情報ではなく、試薬・試液は規格（純度等）を、カラムは一般的名称を記載する。ただし、汎用品でなく入手にあたって商品情報が必要不可欠な場合や、特定のメーカーのものでないと試験の同一性を確保ができない場合等、合理的な理由がある場合は、商品情報を記載することができる。

備考

【規格及び試験方法】

【試験名】：備考

【規格及び試験方法】

本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

- 1) 外原規（もしくは医薬部外品原料規格）又は日局（もしくは日本薬局方）を準用すること。ただし、準用するのはいずれか一方とすること。
- 2) 準用規定とは異なる公定書を準用することが必要な場合は、各規格項目に明記をすること。例えば、準用規定を外原規とし、一部の試験で日局に準拠した試験方法を用いる場合は、日局 ○○試験法と記載する。

使用前例一覽表

例示 1：有効成分の前例について自社又は他社における承認前例を記載する場合

「同一医薬部外品 区分 (5) -1」の記載例

使用前例一覧表

全ての有効成分を記載する。

1. 有効成分

承認前例欄には、把握している情報を全て記載すること。

申請品目		承認前例		備考
規格	成分名	規格	成分名	
有効成分	外原規	グリチルレチン酸 テアリル	グリチルレチン酸 ステアリル	有効成分の組み合わせ及び分量が 同じ承認前例を記載すること。 可能な限り、最新の規格内容が確 認できる承認前例を記載するこ と。
	外原規	酢酸DL-α-トコ フェロール	酢酸DL-α-トコ コフェロール	
剤形分類	液状剤乳化タイプ			
用法及び用量	適量を皮膚に塗布する。		適量を皮膚に塗布する。	
効能又は効果	肌あれ。あれ性。あせも・しもやけ・ひび・あかざ れ・にきびを防ぐ。かみそりまけを防ぐ。日やけ・雪 やけ後のほてりを防ぐ。肌をひきしめる。肌を清浄に する。肌を整える。皮膚をすこやかに保つ。皮膚にう るおいを与える。皮膚を保護する。皮膚の乾燥を防 ぐ。	肌あれ。あれ性。あせも・しもやけ・ひび・あかざ れ・にきびを防ぐ。かみそりまけを防ぐ。日やけ・雪 やけ後のほてりを防ぐ。肌をひきしめる。肌を清 浄にする。肌を整える。皮膚をすこやかに保つ。皮 膚にうるおいを与える。皮膚を保護する。皮膚の乾 燥を防ぐ。	肌あれ。あれ性。あせも・しもやけ・ひび・あかざ れ・にきびを防ぐ。かみそりまけを防ぐ。日やけ・雪 やけ後のほてりを防ぐ。肌をひきしめる。肌を清 浄にする。肌を整える。皮膚をすこやかに保つ。皮 膚にうるおいを与える。皮膚を保護する。皮膚の乾 燥を防ぐ。	
種類	クリーム・乳液		クリーム・乳液	
	承認年月日	平成●年●月●日		
	承認番号	22100DZX000000		
	販売名	世田谷区クリームB.....		

医薬部外品の種類 (カテゴリ) を記載する。

承認前例欄には、把握している情報を全て記載すること。
可能な限り、最新の規格内容が確認できる承認前例を記載する。
全ての項目を記入することが望ましいが、それが困難な場合、少なくとも承認番号又は販売名を記載すること。

その他の成分は「法定色素」「精製水」及び「1%以下の香料」を除く成分。

一変されている場合は、備考欄にその旨と一変承認年月日を記載すること。

2. その他の成分

成分規格	成分名	配合量(単位)	承認前例	備考
外原規	無水亜硫酸ナトリウム	0.5(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	マイクロクリスタリンワックス	2.0(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	2.0(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
別添規格	シリコン混合物		承認年月日 平成19年〇月△日	
			承認番号 21900DZX0XXX000	
		2.0(g)	販売名 港区ホワイトニング	医薬部外品添加物リストを確認し、範囲内であればこのように記載する。
			配合量 2.0%	
			種類 クリーム・乳液	
外原規	パラオキシ安息香酸エステル	0.1(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	Ｌ-セリン	0.4(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
別添規格	シア脂/d-δ-トコフェロール混合物	XX(g)		本モックアップでは前例等を確認していない「ダミー名称」を使用している。
外原規	シア脂	YY(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	d-δ-トコフェロール	ZZ(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
別添規格	アルニカ/オトギリソウ/セイヨウキズタ植物混合液	0.01(g)		
	アルニカエキス	0.00333333(g)		
外原規	オトギリソウエキス	0.00333333(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	セイヨウキズタエキス	0.00333334(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	プロピレングリコール	3.0(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	ポリオキシエチレンラウリルエーテル(2E, O.)	0.1(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	ソルビット液	2.0(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内

本モックアップでは前例等を確認していない「ダミー名称」を使用している。

外原規	ラクトフェリン液		0.01(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	濃グリセリン		10.0(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	アクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体		適量		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	クエン酸		適量		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	クエン酸ナトリウム		適量		医薬部外品添加物リストの範囲内
外原規	硬化油		1.0(g)		医薬部外品添加物リストの範囲内

例示 2：有効成分の前例について自社又は他社における承認前例を記載する場合

全ての有効成分を記載する。

使用前例一覧表

承認前例欄には、把握している情報を全て記載すること。

1. 有効成分

規格	成分名	配合量(単位)	承認前例	備考
外原規	グリチルレチン酸ステアリル	0.1(g)	承認年月日	平成 20 年〇月△日
			承認番号	22000DX0XXXX000
			販売名	千代田区乳液
			配合量	0.1%
			種類	クリーム・乳液
外原規	酢酸D L-α-トコフェロール	0.3(g)	承認年月日	平成 21 年△月×日
			承認番号	22100DX0XXXX000
			販売名	港区クリームA B
			配合量	0.3%
			種類	クリーム・乳液

可能な限り、最新の規格内容が確認できる承認前例を記載すること。

医薬部外品の種類 (カテゴリー) を記載する。

申請品目の有効性及び安全性が前例の範囲内であると判断した理由を簡潔に記載する。

本欄に記載しきれない場合は、当該列障の別頁を設けて記載すること。

なお、有効成分を複数配合し、新たな組み合わせとする場合には、有効性及び安全性の観点からそれら有効成分に
 において薬物相互作用が生じないことを説明する必要がある。

「同一医薬部外品 区分 (5) -1」の記載例

例示 3：申請区分について機構の簡易相談にて確認した場合

使用前例一覧表

全ての有効成分を記載する。

1. 有効成分

申請品目			承認前例			備考
規格	成分名	配合量 (単位)				
有効成分	グリチルレチン酸ステアリル	0.1g	有効成分			平成XX年YY月ZZ日の簡易相談にて申請区分(5)-1に該当することを確認。添付した「簡易相談結果要旨確認依頼書(写し)」参照。
	酢酸DL-α-トコフェロール	0.3g				
剤形分類	液状剤乳化タイプ					
用法及び用量	適量を皮膚に塗布する。					
効能又は効果	肌あれ。あれ性。あせも・しもやけ・ひび・あかぎれ・にきびを防ぐ。かみそりまけを防ぐ。日やけ・雪やけ後のほてりを防ぐ。肌をひきしめる。肌を清浄にする。肌を整える。皮膚をすこやかに保つ。皮膚にうるおいを与える。皮膚を保護する。皮膚の乾燥を防ぐ。					
種類	クリーム・乳液					
			種類			
			承認年月日			
			承認番号			
			販売名			

「類似医薬部外品 区分 (4)」の記載例

例示 4：申請区分について機構の簡易相談にて確認した場合

使用前例一覧表

全ての有効成分を記載する。

1. 有効成分

規格	成分名	配合量(単位)	承認前例				備考
			承認年月日	承認番号	販売名	配合量 種類	
外原規	グリチルレチン酸ステアアシル	0.1(g)					平成XX年YY月ZZ日の簡易相談にて申請区分(4)に該当することを確認。 添付した「簡易相談結果要旨確認依頼書(写し)」参照。
外原規	酢酸DL- α -トコフェロール	0.3(g)					

例示 5 : 有効成分の前例について機構の簡易相談にて承認前例を確認した場合

使用前例一覧表

全ての有効成分を記載する。

2. 有効成分

規格	成分名	配合量(単位)	承認前例				備考
			承認年月日	承認番号	販売名	配合量	
外原規	グリチルレチン酸ステアリル	0.1 (g)					平成XX年YY月ZZ日の簡易相談にて承認前例を確認。 添付した「簡易相談結果要旨確認依頼書(写し)」参照。
外原規	酢酸DL- α -トコフェロール	0.3 (g)					平成AA年BB月CC日の簡易相談にて承認前例を確認。 添付した「簡易相談結果要旨確認依頼書(写し)」参照。

申請品目の有効性及び安全性が前例の範囲内であると判断した理由を簡潔に記載する。
本欄に記載されない場合は、当該別紙の別頁を設けて記載すること。

なお、有効成分を複数配合し、新たな組み合わせとする場合には、有効性及び安全性の観点からそれぞれ有効成分に
おいて薬物相互作用が生じないことを説明する必要がある。

別添

添付資料(実測値資料)

千代田区クリームの規格及び試験方法に関する資料

1. 試験実施場所 : 千代田区株式会社 ○○研究所 分析試験室
○○県○○市○○ 〇丁目〇
2. 試験実施責任者 : 分析 太郎
3. 試験実施期間 : 自 平成○○年○月○日 至 平成○○年○月○日
4. 試験実施条件 : 温度 ○○～○○℃
湿度 ○○～○○%
5. 試験試料 : ロット1 (平成○○年○月○日製造)
ロット2 (平成○○年○月○日製造)
ロット3 (平成○○年○月○日製造)
6. 試験方法 : 規格及び試験方法欄に記載のとおり。
7. 試験結果 : 以下のとおり

試験結果は「適」など判定結果を記載するのではなく、具体的な実測値・結果を記載する。

自社で既に承認を得た、又は承認申請中の医薬部外品（注）の内容が同一である医薬部外品と販売名のみ異なる品目を申請する場合（一物多名称申請）、その旨を申請書の【備考2】、【その他備考】欄に記載し、本資料の添付を省略して差し支えない。

（注）昭和55年5月30日以降に申請したもので、原承認書に規格及び試験方法に関する資料が添付され整備されている品目

本モックアップでは、作例として、グリチルレチン酸ステアリルは3点検量線法で、酢酸DL- α -トコフェロールは1点検量線法での記載例とした。

(1) 性状

ロット番号	色	形状	におい
ロット1	微黄色	クリーム状	芳香があった
ロット2	淡黄色	クリーム状	芳香があった
ロット3	微黄色	クリーム状	芳香があった

- 1) 性状は、1ロットにつき1回のデータで差し支えない。
- 2) 色調は、シリーズ製品で複数の色を規格に設定した場合であっても、実測値は、試験に用いた試料で実際に確認された単一の色を記載し、幅記載しないこと。

(2) 確認試験

<グリチルレチン酸ステアリル>

ロット番号	結果
ロット1	液は、濃赤紫色を呈した。
ロット2	液は、濃赤紫色を呈した。
ロット3	液は、濃赤紫色を呈した。

呈色反応の場合は、1ロットにつき1回のデータで差し支えない。

ブランクでは、液は濃赤紫色を呈さないことを確認済み。

<酢酸DL- α -トコフェロール>

ロット番号	結果
ロット1	液は、橙色を呈した。
ロット2	液は、橙色を呈した。
ロット3	液は、赤色を呈した。

ブランクでは、液は赤色～橙色を呈さないことを確認済み。

確認試験において重要なことは特異性を示すことである。本モックアップではブランク試料（有効成分を除いた製剤）を用いて確認試験の特異性を例示した。ブランク試料を用いない場合、確認試験に定量性のある試験法（紫外可視吸光度測定法など）を採用するときは、特異性を示す方法として、標準添加法を用いることもできる。

(3) pH

(記載例1 本品のpH)

ロット番号	結果		
	1回目	2回目	3回目
ロット1	7.00	7.11	6.99
ロット2	6.88	6.80	6.90
ロット3	7.22	7.25	7.19

(記載例2 10%分散液のpH)

ロット番号	結果		
	1回目	2回目	3回目
ロット1	7.00	7.11	6.99
ロット2	6.88	6.80	6.90
ロット3	7.22	7.25	7.19

示性値として、その項目を設定した理由を記載する。記載にあたっては、以下のような観点を参考にすることができる。

- 類似製剤における品質管理状況
- 有効成分（等）の経時安定性
- 製剤の経時安定性
- 自社での品質管理状況 等

(4) 定量法

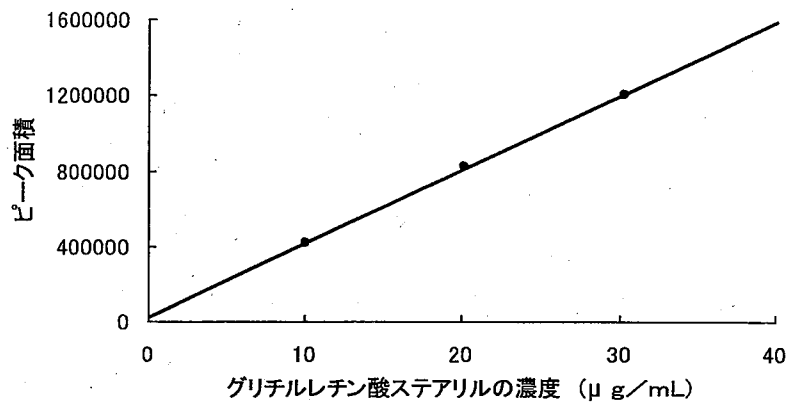
【3点検量線の検量線式から本品中の有効成分含量を求める場合】

<グリチルレチン酸ステアシル>

<検量線>

グリチルレチン酸ステアシルの濃度(μg/mL)	ピーク面積
10.12	410416
20.24	816646
30.36	1170040

標準品の採取量：0.1012g



$$y = 37531x + 39410 \quad r = 0.999$$

y : ピーク面積

x : グリチルレチン酸ステアシルの濃度 (μg/mL)

- 1) 定量法の結果の記載は、審査の過程において、計算の過程が確認できる程度に記載することが望ましい。
 2) 規定量に対する割合は規格値より一桁多い有効数字で記載する。

<試験結果>

ロット番号	採取量 (g)	ピーク面積	本品 100g 中の含量 (g)	規定量に対する割合 (%)	
ロット 1	1 回目	1.0121	800024	0.1001	100
	2 回目	1.0222	819904	0.1017	102
	3 回目	1.0553	851041	0.1025	103
ロット 2	1 回目	0.9870	756023	0.0967	96.7
	2 回目	0.9561	726630	0.0958	95.8
	3 回目	0.9212	708578	0.0968	96.8
ロット 3	1 回目	1.0175	830101	0.1035	104
	2 回目	0.9884	770015	0.0985	98.5
	3 回目	1.0566	849922	0.1022	102

標準溶液及び試料溶液 (ロット 1 の 1 回目) のクロマトグラムを別に添付した。

定量法にクロマトグラフィーを用いた場合は、そのクロマトグラムの代表例を添付する。

<計算例> (ロット 1 の 1 回目)

$$\begin{aligned}
 & \text{本品 100 g 中のグリチルレチン酸ステアリルの量 (g)} \\
 & = \text{検量線から求めたグリチルレチン酸ステアリルの濃度 } (\mu\text{g/mL}) / (\text{本品の採取量 (g)} \times 200) \\
 & = (800024 - 39410) / 37531 / (1.0121 \times 200) \\
 & = 0.1001
 \end{aligned}$$

試験実測値の結果について、平均値 $\pm 3\sigma$ が規格幅を超える場合は、平均値や標準偏差 (σ) 等について実測値及び試験結果に対する考察が必要である。

【1点検量線により本品中の有効成分含量を求める場合】

<酢酸DL-α-トコフェロール>

<試験結果>

ロット番号	採取量 (g)	ピーク面積	本品 100g 中の含量 (g)	規定量に対する割合 (%)
標準品	0.0601	301234	—	—
ロット1	1回目	1.0000	0.3065	102
	2回目	1.0021	0.3025	101
	3回目	1.0033	0.3020	100
ロット2	1回目	1.0024	0.2948	98.3
	2回目	1.0000	0.2979	99.3
	3回目	1.0027	0.2953	98.2
ロット3	1回目	1.0040	0.3059	102
	2回目	1.0018	0.2966	98.7
	3回目	1.0012	0.2998	99.8

定量法にクロマトグラフィーを用いた場合は、そのクロマトグラムの代表例を添付する。

<計算例> (ロット1の1回目)

本品100g中の酢酸DL-α-トコフェロールの量 (g)

$$= \text{標準品の採取量 (mg)} / \text{本品の採取量 (g)} \times A_T / A_S \times 1 / 200$$

$$= 60.1 / 1.0000 \times 307292 / 301234 \times 1 / 200$$

$$= 0.3065$$

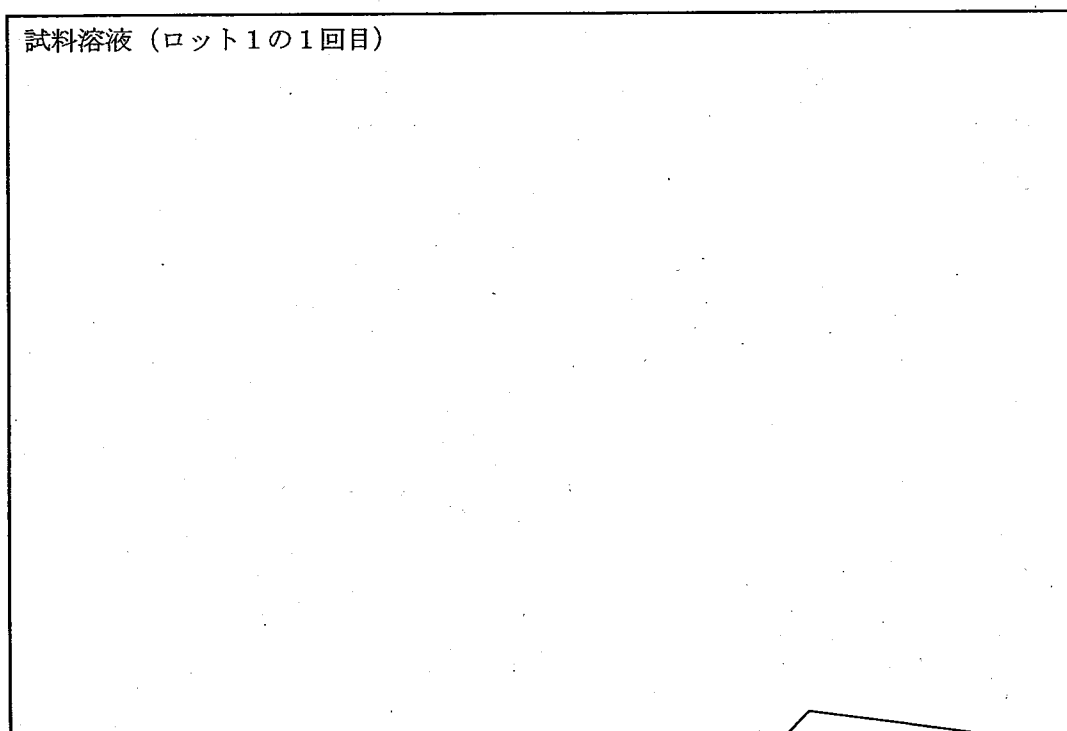
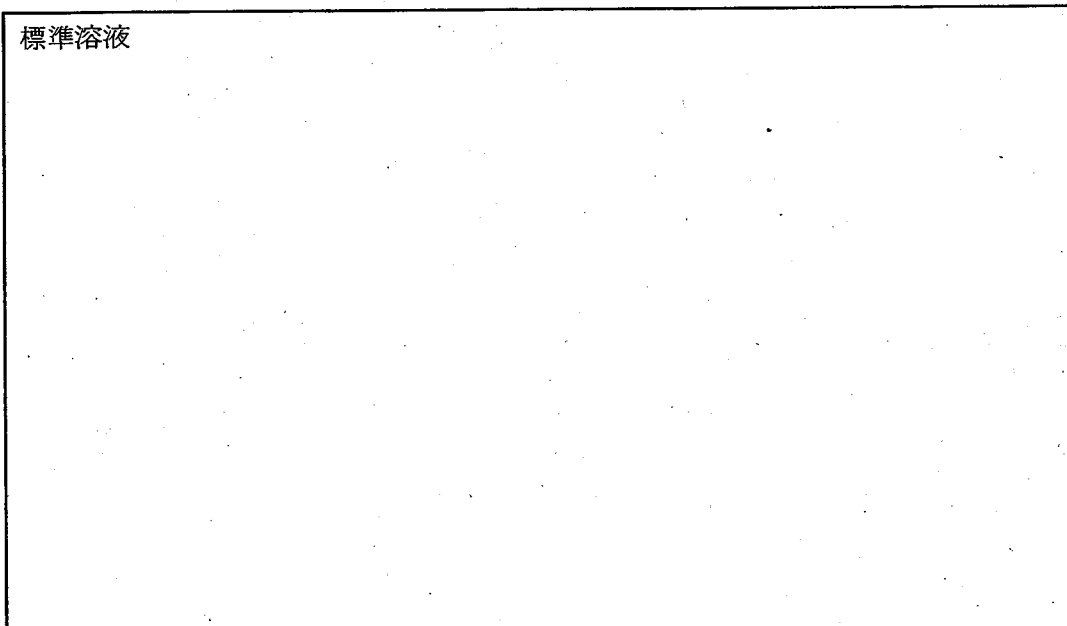
本資料は、私ほか〇名が実施した試験結果に基づいて作成されたものに相違ありません。

試験責任者 分析 太郎

- 1) 署名(自筆)、又は記名(印字)及び捺印とする。
- 2) この署名欄だけが別紙にならないよう(改ページされないう)、本資料の余白に記載する。

規格及び試験方法の設定理由及び規格値の設定理由については、審査の過程で求められる場合がある。

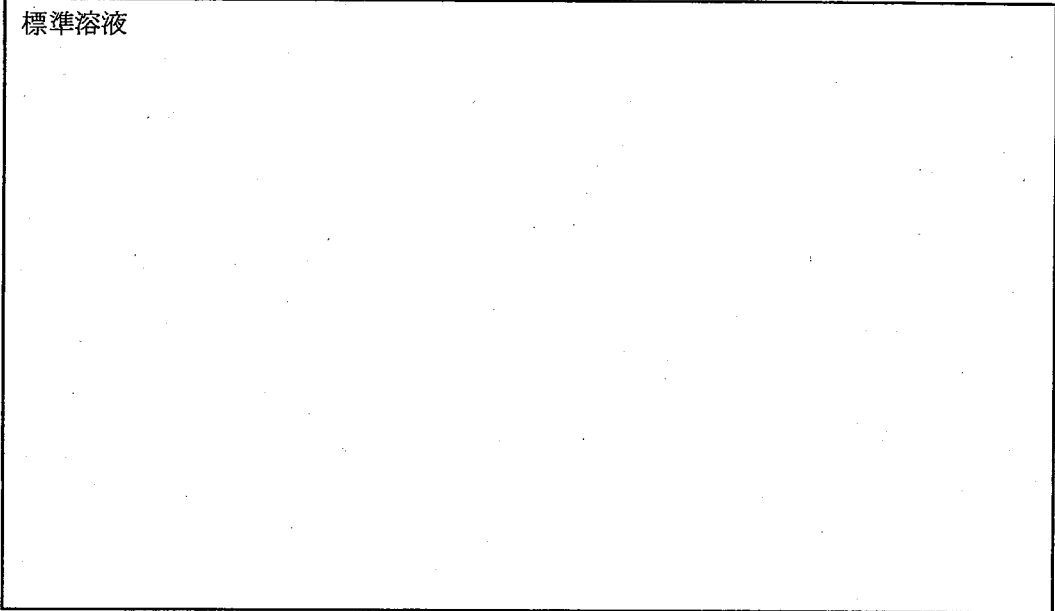
グリチルレチン酸ステアリルのクロマトグラム



- 1) 記載内容を明瞭に判読できるクロマトグラムを添付すること。
- 2) クロマトグラムはグラフの縦軸、横軸の目盛り、単位、保持時間や(目的の)ピーク面積又はピーク高さ等がわかるものとする。
- 3) 複数のピークがある場合は、矢印で示すもしくは保持時間、ピーク面積又は高さを記載するなど、目的成分のピークが識別できるように記載する。

酢酸DL- α -トコフェロールのクロマトグラム

標準溶液



試料溶液 (ロット1の1回目)

