

3.20.3 水分

3.20.3.1 水分測定

水分測定は、医薬品中に含まれる水分の量を測定するものであり、水分測定法（カールフィッシャー法）により行う。容量滴定法に比較して、電量滴定法の定量限界がより小さいことから、試料の量に制約がある場合、電量滴定法の採用を検討する。

3.20.3.2 水分の記載

水分は、次のように記載し、容量滴定法（直接滴定、逆滴定）又は電量滴定法のいずれの測定法によるかを記載する。

〔例〕 水分〈2.48〉 4.0 ～ 5.5%(0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

これは「本品約 0.2 g を精密に量り、容量滴定法の直接滴定により測定するとき、水分は 4.0 ～ 5.5% である」を意味する。

なお、水分を簡略記載した場合には、試料を溶かすのに用いた溶媒に対する溶解性について、性状の項に記載する。

3.20.4 強熱減量

3.20.4.1 強熱減量試験

強熱減量試験は、強熱することによって、その構成成分の一部又は混在物を失う無機薬品において、強熱した場合の減量を測定するものであり、強熱減量試験法により行う。

3.20.4.2 強熱減量の記載

強熱減量は、次のように記載する。

〔例〕 強熱減量〈2.43〉 12.0%以下(1 g, 850 ～ 900℃, 恒量)。

これは「本品約 1 g を精密に量り、850 ～ 900℃で恒量になるまで強熱するとき、その減量は 12.0%以下である」を意味する。

3.20.5 製剤の乾燥減量、水分又は強熱減量の設定

製剤の乾燥減量、水分又は強熱減量は、特に必要のある場合、例えば、製剤の水分含量がその製剤の品質に影響を及ぼす場合に原薬に準じて設定する。

3.21 強熱残分、灰分又は酸不溶性灰分

3.21.1 強熱残分、灰分又は酸不溶性灰分の設定

強熱残分は、有機物中に不純物として含まれる無機物の量、有機物中に構成成分として含まれる無機物の量又は強熱時に揮散する無機物中に含まれる不純物の量を規定する必要がある場合に設定する。ただし、金属塩の場合は、原則として設定する必要はない。

用量が微量な医薬品の場合にあっては、試料量の少ない試験方法の設定を検討する。また、品質評価の上で支障のない場合には、設定を省略しても差し支えない。

灰分は、生薬をそのまま強熱して灰化したときの残分であり、酸不溶性灰分は、生薬を希塩酸と煮沸したときの不溶物を強熱して得た残分であり、必要に応じて、生薬に設定する。

3.21.2 強熱残分、灰分又は酸不溶性灰分の記載

強熱残分、灰分、酸不溶性灰分は、それぞれ次のように記載する。強熱残分の%記載は付表（乾燥減量及び強熱残分の%記載法）による。強熱温度を記載する場合は、「△℃」ではなく「○ ～ △℃」のように温度幅で記載する。

〔例〕 強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。

これは「本品約 1 g を精密に量り、強熱残分試験法〈2.44〉により試験を行うとき、強熱残分は 0.1%以下である」を意味する。

〔例〕 灰分〈5.01〉 5.0%以下。

これは「本品は、生薬試験法〈5.01〉により試験を行うとき、灰分は 5.0%以下である」を意味する。

〔例〕 酸不溶性灰分〈5.01〉 3.0%以下。

これは「本品は、生薬試験法〈5.01〉により試験を行うとき、酸不溶性灰分は 3.0%以下である」を意味する。

3.22 製剤試験

3.22.1 製剤試験の設定

製剤総則において規定された試験及びその製剤の特性又は機能の特徴づける試験項目を設定する。以下に

1830 製剤試験設定の基本的な考え方を示す。

1831 3.22.1.1 製剤総則に規定された試験の設定

1832 製剤総則の各条に一般試験法に適合すると規定されている場合はその一般試験法を規定する。

1833 製剤総則の各条に「適切な〇〇性を有する。」と規定されている場合は、「新医薬品の規格及び試験方法の
1834 設定について」（平成 13 年 5 月 1 日、医薬審査発第 568 号）や承認の規格・試験法などを参考に、「適切な
1835 〇〇性」の製剤特性に関する試験の設定を検討する。ただし、「適切な〇〇性」とした製剤特性においては、製
1836 造販売承認書に規定されていないものは設定する必要はない。

1837 製剤総則に規定された製剤特性（例示）

剤形名	製剤試験項目	
	一般試験法 (原則設定する項目)	「適切な〇〇性」とした製剤特性など設定 を検討すべき項目例
錠剤, カプセル剤	・製剤均一性 ・溶出性（有効成分を溶解させる発泡錠 及び溶解錠は除く。溶出性の設定が困 難な場合は崩壊性を規定する）	・崩壊性（口腔内崩壊錠）
顆粒剤, 散剤	・製剤均一性（分包品に規定する） ・溶出性（溶解して投与する製剤は除 く。溶出性の設定が困難な場合は崩壊 性を規定する。ただし、30 号ふるいに 残留するものが 10% 以下の場合は崩壊 性は規定しない）	
経口液剤	・製剤均一性（分包品に規定する） ・溶出性（懸濁剤に規定する）	
シロップ剤	・製剤均一性（分包品に規定する） ・溶出性（懸濁した製剤、シロップ用剤 に規定する。用時溶解して用いること に限定されている製剤は除く。溶出性 の設定が困難な場合は崩壊性を規定す る。ただし、30 号ふるいに残留するも のが 10% 以下の場合は崩壊性は規定し ない）	
経口ゼリー剤	・製剤均一性 ・溶出性（溶出性の設定が困難な場合は 適切な崩壊性を規定する）	・崩壊性
口腔用錠剤	・製剤均一性	・溶出性又は崩壊性
口腔用液剤	・製剤均一性（分包品に規定する）	
口腔用スプレー剤		・噴霧量の均一性（定量噴霧式製剤）
口腔用半固形剤		・粘性
注射剤	・エンドトキシン（皮内、皮下及び筋肉 内のみに用いるものは除く。エンドト キシン試験の適用が困難な場合は発熱 性物質を規定する） ・無菌 ・不溶性異物（埋め込み注射剤は除く） ・不溶性微粒子（埋め込み注射剤を除く） ・採取容量（埋め込み注射剤は除く） ・製剤均一性（用時溶解又は用時懸濁し て用いるもの及び埋め込み注射剤に規 定する）	・放出特性（埋め込み注射剤及び持続性 注射剤） ・粒子径（懸濁、乳濁した製剤）

透析用剤	・エンドトキシン ・無菌（腹膜透析用剤に規定する） ・採取容量（腹膜透析用剤に規定する） ・不溶性異物（腹膜透析用剤に規定する） ・不溶性微粒子（腹膜透析用剤に規定する）	・製剤均一性（用時溶解して用いるもの）
吸入剤		・送達量の均一性（吸入液剤は除く） ・空気力学的粒子径（吸入液剤は除く）
点眼剤	・無菌 ・不溶性異物 ・不溶性微粒子	・粒子径（懸濁した製剤の最大粒子径）
眼軟膏剤	・無菌 ・金属性異物	・粒子径（製剤に分散した固体の最大粒子径） ・粘性
点耳剤	・無菌（無菌に製する場合に規定する）	
点鼻剤		・噴霧量の均一性（定量噴霧式製剤）
坐剤	・製剤均一性	・放出性
腔錠，腔用坐剤	・製剤均一性	・放出性
外用固形剤	・製剤均一性（分包品に規定する）	
外用液剤	・製剤均一性（分包品に規定する。）	
スプレー剤		・噴霧量の均一性（定量噴霧式製剤）
軟膏剤，クリーム剤，ゲル剤		・粘性
貼付剤	・製剤均一性（経皮吸収型製剤に規定する） ・粘着力 ・放出性	
丸剤	・崩壊性	

1838 なお、注射剤の採取容量は、粉末注射剤及び凍結乾燥注射剤には設定しない。「適切な〇〇性」の製剤特性に
1839 関する試験として提示された試験法については、その内容を委員会で検討した上で、「別に規定する。」とする
1840 場合もある。また、エキス剤、流エキス剤については、原則として重金属を規定する。

1841 3.22.1.2 エンドトキシン試験の設定

1842 製剤総則の規定によりエンドトキシン試験法に適合することとされている製剤には、エンドトキシン試験
1843 を設定する。なお、ゲル化法、比濁法及び比色法についての反応干渉因子試験成績及び3法による実測値を添
1844 付資料に記載する。

1845 エンドトキシン規格値は、日本薬局方参考情報「エンドトキシン規格値の設定」に基づいて設定する。ただ
1846 し、生物薬品の原薬のうち、出発原料として大腸菌等を用いて製されるもの又は生体由来試料から製されるも
1847 ので、エンドトキシン試験の設定が必要と思われるものについては、実測値や参考情報も考慮してエンドトキ
1848 シン試験を設定する。

1849 3.22.1.3 製剤均一性試験の設定

1850 製剤総則の規定により製剤均一性試験法に適合することとされている製剤には、含量均一性試験又は質量偏
1851 差試験を設定する。ただし、顆粒剤、散剤、経口液剤、シロップ剤、含嗽剤、外用固形剤の分包品の製剤均一
1852 性試験は、含量均一性試験を設定する。

1853 1錠、1カプセル等の1投与単位中の有効成分量が200mg以上であり、かつ製剤中の有効成分の割合が質
1854 量比で70%以上である場合には、質量偏差試験を設定することができる。また、1錠、1カプセル等の1投与
1855 単位中の有効成分量が25mg以上であり、かつ製剤中の有効成分の割合が質量比で25%以上である場合には、
1856 「製剤均一性（6.02）質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき、適合する。」と
1857 し、含量均一性試験を「次の方法」として設定する。成分が完全に溶解した液を最終容器内で凍結乾燥するこ
1858 とにより製した用時溶解の注射剤などの固形製剤で、その調製法がラベル又は添付文書に記載されているもの
1859 については、質量偏差試験を設定できる。

なお、質量偏差試験を設定する場合であっても、3 ロットについて、個々の定量値、平均含量、標準偏差及び判定値を含む含量均一性試験の実測データを添付資料に記載する。

3.22.1.4 溶出試験の設定

製剤総則の規定により溶出試験法又は崩壊試験法に適合することとされている製剤には、溶出性又は崩壊性を設定する。溶出性の規格設定では、パドル法の回転数 50 rpm を基本とし、試験液は、原則として提出を求める基本 4 液性でのプロファイルなどから判断して、できるだけ pH6.8 又は水を選択する。また、難溶性薬物で十分な溶出が得られない場合には、界面活性剤を用いるが、ポリソルベート 80 を第一選択とし、添加濃度はできるだけ低くする。必要に応じて、その他のラウリル硫酸ナトリウムなどの界面活性剤を添加することができる。また、ベッセルの底部に製剤の崩壊物が堆積する現象が認められ、パドル法で十分な溶出が得られない場合には、回転バスケット法の 100 rpm 等によることができる。規格値は標準製剤の平均溶出率がプラトーに達した時点で、15% 下位で設定する。なお、次の時点までの溶出率の変化がおおむね 5% 以下になる場合をプラトーに達したと見なせる。また、治療濃度域が狭い薬物などでは、必要に応じ上限値及び下限値を 2 時点以上で設定する。判定値としては、製造販売承認書で Q 値が規定されている場合を除き、 Q 値での規定は行わない。

徐放性製剤において、作用持続時間などの製剤設計が異なる製剤がある場合は、別各条として規格を設定することができる。

なお、作用が緩和で水溶性が高く、15 分/85% 以上と速やかな溶出を示す水溶性ビタミンのような散剤については、溶出規格の設定は要しない。また、シロップ用剤のうち使用が用時溶解して用いることに限定されている製剤については溶出規格の設定は要しない。

3.22.2 その他の製剤試験

アルコール数は、エリキシル剤、酒精剤、チンキ剤、流エキス剤で設定を検討すべき項目である。また、特定の製剤機能を試験するなど特に規定することが望ましいと考えられるその他の試験があればその試験を設定する。

3.22.3 製剤試験の記載順

記載の順は、エンドトキシン（発熱性物質）、金属性異物、採取容量、重金属、製剤均一性、微生物限度、不溶性異物、不溶性微粒子、崩壊性、無菌、溶出性、及びその他の製剤試験とする。

3.22.4 製剤試験の記載方法

製剤試験の各試験項目は、次のように記載する。

エンドトキシン エンドトキシン規格値は、次のように記載する。

[例] 1) 最大投与量が容量(mL)で規定されている場合

エンドトキシン (4.0I) × EU/mL 未満。

2) 最大投与量が質量 (mg) で規定されている場合

エンドトキシン (4.0I) × EU/mg 未満。

3) 最大投与量が当量 (mEq) で規定されている場合

エンドトキシン (4.0I) × EU/mEq 未満。

4) 最大投与量が力価で規定されている場合

エンドトキシン (4.0I) 「ピペラシリン水和物」1 mg(力価)当たり 0.07 EU 未満。

5) 投与経路（例えば脊髄腔内投与）に限定して規定が必要な場合

エンドトキシン (4.0I) × EU/mg 未満。ただし、脊髄腔内に投与する製品に適用する。

金属性異物 眼軟膏の金属性異物試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。

[例] 金属性異物 (6.0I) 試験を行うとき、適合する。

採取容量 注射剤の採取容量試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。

[例] 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

製剤均一性 製剤均一性試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。

[例] 製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、**〇〇 mL を加えて錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる。次に、**〇〇 mL を加えて〇〇分間激しく振り混ぜた後、□□を加えて正確に〇〇 mL とし、ろ過する。初めのろ液〇〇 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、1 mL 中に** (分子式) 約〇〇 μ g を含む液となるように□□を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。（以下定量操作と同様。）

- 1909 [例] 製剤均一性 (6.02) 分包品は、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。
 1910 本品 1 包をとり、内容物の全量を取り出し、** ○○ mL を加えて・・・試料溶液とする。(分包品
 1911 の場合)
- 1912 [例] 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。
- 1913 [例] 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき、適合
 1914 する。
 1915 本品 1 個をとり、**○○ mL を加えて錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる。次に、**○○ mL
 1916 を加えて○○分間激しく振り混ぜた後、□□を加えて正確に○○ mL とし、ろ過する。初めのろ液○○ mL
 1917 を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、1 mL 中に** (分子式) 約○○ µg を含む液となるように□□を
 1918 加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。(以下定量操作と同様。)
- 1919 ただし、T 値はやむを得ない場合には設定することができるが、設定した場合には、それぞれ次のように記
 1920 載する。
- 1921 [例] 製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。(T: ○○)
- 1922 [例] 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。(T: ○○)
- 1923 **微生物限度** 微生物限度試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。
- 1924 [例] 微生物限度 (4.05) 本品 1 mL 当たり、総好気性微生物数の許容基準は 10² CFU、総真菌数の許容
 1925 基準は 10¹ CFU である。また、大腸菌を認めない。
- 1926 **不溶性異物** 注射剤について、注射剤の不溶性異物検査法に従い試験を行う場合、次のように記載する。
- 1927 [例] 不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、適合する。
- 1928 点眼剤について、水溶液のものにつき、点眼剤の不溶性異物検査法に従い試験を行う場合、次のように記
 1929 載する。
- 1930 [例] 不溶性異物 (6.11) 試験を行うとき、適合する。
- 1931 懸濁製剤について不溶性異物検査法に従い試験を行う場合、次のように記載する。
- 1932 [例] 不溶性異物 (6.06) 第 2 法により試験を行うとき、適合する。
- 1933 [例] 不溶性異物 (6.11) 試験を行うとき、たやすく検出される異物を認めない。
- 1934 **不溶性微粒子**
- 1935 注射剤について、注射剤の不溶性微粒子試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。
- 1936 [例] 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。
- 1937 [例] 不溶性微粒子 (6.07) 第 2 法により試験を行うとき、適合する。
- 1938 点眼剤について、点眼剤の不溶性微粒子試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。
- 1939 [例] 不溶性微粒子 (6.08) 試験を行うとき、適合する。
- 1940 **崩壊性** 崩壊試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。
- 1941 [例] 崩壊性 (6.09) 試験を行うとき、適合する。
- 1942 [例] 崩壊性 (6.09) 補助盤を使用して試験を行うとき、適合する。
- 1943 **無菌** 無菌試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。
- 1944 [例] 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。
- 1945 **溶出性** 溶出試験法に従い試験を行う場合、通例、試験条件及び規格値、並びに試験操作法を記載する。
- 1946 試験液は、試験条件に関する規定中に、試液名又は試験液組成を具体的に規定し、試験操作法においては
 1947 「試験液」と記載する。ただし、試験液が「水」である場合は、「試験液」ではなく、「水」と記載する。
- 1948 溶出液採取時間は、規格値に関する規定中に具体的な時間を規定し、試験操作法においては「規定時間」
 1949 と記載する。
- 1950 溶出試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。
- 1951 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に**○ mL を用い、パドル法により、毎分△回転で試験を行うとき、本品の
 1952 △分間の溶出率は△%以上である。
- 1953 本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液○ mL 以上をとり、孔径△ µm 以下のメンブ
 1954 ランフィルターでろ過する。初めのろ液○ mL 以上を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に……とし、標
 1955 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、……を測定する。

1956 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に**を用い、フロースルーセル法により、大型(又は小型)フロースルーセル
1957 を用い、脈流のある(又は無い)送液ポンプで毎分〇〇 mL で送液して試験を行うとき、本品の△分間の溶
1958 出率は〇〇%以上である。

1959 含量により試験条件及び規格値が異なる場合、及び判定値として Q 値を設定する場合の規格値は、それぞ
1960 れ次のように記載する。

1961 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に**〇 mL を用い、■法により、毎分△回転で試験を行うとき、〇 mg
1962 錠の△分間の溶出率は△%以上であり、〇 mg 錠の△分間の溶出率は△%以上である。

1963 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に**〇 mL を用い、パドル法により、毎分△回転で試験を行うとき、本品の
1964 △分間の Q 値は△%である。

1965 なお、顆粒剤や散剤のように、試験に供する試料の量が表示量により異なる場合の試験操作法の冒頭は、
1966 次のように記載する。

1967 [例] 本品の** (分子式) 約〇 mg に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に…

1968 シンカーを使用する場合は次のように記載する。ただし、使用するシンカーが一般試験法に規定されてい
1969 ないものの場合にはその形状を規定する。

1970 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第×液〇 mL を用い、シンカーを使用して、パドル法により、毎
1971 分△回転で試験を行うとき、本品の△分間の溶出率は△%以上である。

1972 また、試料溶液の調製法で、更に希釈を要する場合、試料溶液の調製法部分は、次のように記載する。

1973 [例] 本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液〇 mL 以上をとり、孔径△ μm 以下のメ
1974 ンブランフィルターでろ過する。初めのろ液〇 mL 以上を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、1 mL 中
1975 に** (分子式) 約〇 μg を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。

1976 また、計算式は次のように記載する。

1977 [例] 抗生物質

1978 セフテラム($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_9\text{O}_5\text{S}_2$)の表示量に対する溶出率(%)

1979
$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

1980 M_S : セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

1981 C : 1錠中のセフテラム($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_9\text{O}_5\text{S}_2$)の表示量[mg(力価)]

1982 腸溶性製剤の場合:

1983 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第 1 液及び溶出試験第 2 液 900 mL ずつを用い、パドル法により、
1984 毎分×回転で試験を行うとき、試験液に溶出試験第 1 液を用いた場合の△分間の溶出率は△%以下であり、
1985 試験液に溶出試験第 2 液を用いた場合の△分間の溶出率は△%以上である。

1986 本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液〇 mL 以上をとり、孔径△ μm 以下のメン
1987 ブランフィルターでろ過する。初めのろ液〇 mL 以上を除き、……

1988 徐放性製剤の場合:

1989 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に**〇 mL を用い、パドル法により、毎分×回転で試験を行うとき、本品
1990 の△時間、△時間及び△時間の溶出率はそれぞれ〇 ~ 〇%, 〇 ~ 〇%及び〇%以上であり、判定法 1 に
1991 従う。

1992 3.23 その他の試験

1993 3.23.1 その他の試験の設定

1994 消化力、制酸力、抗原性試験、異常毒性否定試験、チモール量、沈降試験、分子量、分子量分布、窒素含
1995 量、タンパク質量、異性体比、生化学的性能、生物学的性能等、品質評価や有効性及び安全性確保に直接関
1996 与する試験項目であって、ほかの項目の対象とならないものを規定するものであり、必要な場合に設定す
1997 る。

1998 3.23.2 その他の試験の記載順

1999 記載の順は項目名の五十音順とする。

2000 3.24 定量又は成分の含量

2001 3.24.1 定量法

2002 定量法は、成分の含量、力価などを物理的、化学的又は生物学的方法によって測定する試験法である。

3.24.2 定量法の設定

定量法は、真度、精度及び再現性を重視し、迅速性を考慮して、試験方法を設定することが必要である。特異性の高いクロマトグラフィー又は紫外可視吸光度測定法による相対試験法の採用が考えられる。

また、適切な純度試験により、混在物の限度が規制されている場合には、特異性の低い方法であっても、再現性のよい絶対量を測定しうる試験方法を設定することができる。

例えば、滴定法のような絶対定量法を採用する場合には、特異性に欠ける部分について、純度試験などに特異性の高い方法を用いることにより、相互に補完しあうことが望ましい。

3.24.2.1 製剤の定量法

製剤の定量法には、ほかの配合成分の影響を受けない、特異性の高い試験方法を設定する。

原則として試料の量は 20 個以上とする。

また、計算式の立て方は、粉末とする場合には、秤取した量中の定量成分の量を算出する式とし、粉碎せずに全量溶解させる場合には、本品 1 個中（1 錠又は 1 カプセル）の定量成分の量を算出する式とする。

生物薬品の製剤において、凍結乾燥製剤の定量法で得られた含量を算出する際、1 個（バイアルなど）当たりの含量を求めることを明確にするため、試験方法並びに計算式を検討する。また、用法用量が物質質量で設定されている場合には物質質量（タンパク質含量）を、単位で設定されている場合（物理化学的方法により含量を測定し、力価との相関係数を用いて力価を表示する場合を含む）には力価（生物活性）を、製剤の定量法として設定する。

3.24.3 タンパク質性医薬品の定量法

タンパク質性医薬品において含量規格をタンパク質当たりの力価で規定する場合、定量法は、通例、（1）タンパク質含量、（2）力価 として設定する。力価は単位で表示し、国際単位等とは表示しない。タンパク質定量法を設定する場合には、参考情報「タンパク質定量法」を参考にすること。

3.24.4 試験溶液の分割採取又は逆滴定の場合の記載

定量法において、試験溶液を分割して採取する場合又は逆滴定において初めに加える容量分析用標準液の場合は「正確に」という言葉を付ける。

【例】 「10 mL を正確に量り、0.01 mol/L 硝酸銀液 10 mL を正確に加える…」

3.24.5 試験に関する記載

滴定法の空試験については、次のように記載する。

直接滴定の場合 「同様の方法で空試験を行い、補正する」

逆滴定の場合 「同様の方法で空試験を行う」

3.24.6 滴定における対応量の記載

滴定において、対応する量を示す数値は mg 数で記載し、その桁数は 4 桁とする。

対応する量は、3.7.3 に従って規定した分子量又は式量から求める。

3.24.7 滴定の終点に関する記載

滴定の終点が一般試験法の容量分析用標準液の標定時の終点と同じ場合には、単に「…滴定する」と記載する。

滴定の終点が容量分析用標準液の標定時の終点と異なる場合には、例えば、クリスタルバイオレット試液を用いる指示薬法の場合、「ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする。」と記載する。

3.24.8 滴定において用いる無水酢酸／酢酸(100)混液の比率

滴定において用いる無水酢酸／酢酸(100)混液は、7 : 3 の比率を基本とする。なお、非水滴定用酢酸を使用する場合には、事前に酢酸(100)の使用が可能か否か検討すること。

3.25 貯法

通例、容器を設定する。安定性に関して特記すべき事項がある場合は、あわせて保存条件を設定する。

通則 5 の改正により、生薬を主たる有効成分として含む製剤を除いて製剤の貯法の項の容器は適否の判定基準を示すものではないとされたが、情報提供のため、従来通り記載する。

【例】 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

本品はプラスチック製水性注射剤容器を使用することができる。

2052 3.26 有効期間

2053 原則として設定しないが、有効期間が3年未満であるものについては設定することができる。

2054 [例] 有効期間 製造後24箇月。

2055 3.27 その他

2056 3.27.1 記載の準用における原則

2057 医薬品各条間における準用は、原則として原薬の記載をその原薬を直接用いる製剤に準用する場合及び同
2058 一各条内で準用する場合以外は行わない。また準用記載の準用（二段準用）は行わない。

2059 4. 液体クロマトグラフィー又はガスクロマトグラフィーを用いる場合の表記

2060 液体クロマトグラフィー（2.01）又はガスクロマトグラフィー（2.02）を用いる場合、その試験条件などの記
2061 載は下記による。

2062 4.1 記載事項

2063 「試験条件」及び「システム適合性」の2項に分割して記載する。

2064 「試験条件」の項には、液体クロマトグラフ及びガスクロマトグラフシステムの設定条件などを記載する。

2065 「システム適合性」の項には、試験に用いるシステムが満たすべき要件とその判定基準を記載する。

2066 4.2 試験条件の記載事項及び表記例

2067 「試験条件」の項には、以下の項目を記載する。一般試験法 2.01 液体クロマトグラフィー及び 2.02 ガス
2068 クロマトグラフィーに記載されているように、カラムの内径及び長さ等は、システム適合性の規定に適合する
2069 範囲内で一部変更できることから、試験実施時における参考としての数値を記載するものとし、試験方法の設
2070 定根拠の作成に用いたシステムから得た数値を記載する。

2071 なお、カラムの名称（型番）については、様式4のカラム情報欄に記載する。記載されたカラム情報は原案
2072 の意見公募時に開示することを原則とするが、用いたカラムの名称（型番）を開示できない場合は、その理由
2073 を当該欄に記載すること。

2074

2075 4.2.1 液体クロマトグラフィーの表記例

2076 1) 検出器

2077 [例1] 検出器：紫外吸光光度計（測定波長：226 nm）

2078 [例2] 検出器：可視吸光光度計（測定波長：440 nm 及び 570 nm）

2079 [例3] 検出器：蛍光光度計（励起波長：281 nm，蛍光波長：305 nm）

2080 [例4] 検出器：フォトダイオードアレイ検出器（測定波長：270 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 370
2081 nm）

2082 2) カラム：分析に使用したカラムの内径、長さ及びクロマトグラフィー管の材質、並びに充填剤の粒径及び
2083 種類を記載する。

2084 [例1] カラム：内径 8 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
2085 ルシリル化シリカゲルを充填する。

2086 [例2] カラム：内径 4.6 mm，長さ 50 cm のステンレス管に 11 µm の液体クロマトグラフィー用ゲル型強
2087 酸性イオン交換樹脂（架橋度 6%）を充填する。

2088 3) カラム温度

2089 [例] カラム温度：40℃付近の一定温度

2090 4) 反応コイル

2091 [例] 反応コイル：内径 0.5 mm，長さ 20 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

2092 5) 冷却コイル

2093 [例] 冷却コイル：内径 0.3 mm，長さ 2 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

2094 6) 移動相：混液の表記は 2.7.4 による。試薬・試液の項に収載されていない緩衝液・試液を使用する場合、そ
2095 の調製法は原則として本項に記載する。グラジエント法など複数の移動相を用いる場合はアルファベット番
2096 号（A，B，C・・・）を付す。

2097 [例1] 移動相：薄めたリン酸（1→1000）／アセトニトリル混液（3：2）

2098 [例2] 移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 8.70 g 及び無水硫酸ナトリウム 8.52 g を水 980 mL に
2099 溶かし、酢酸(100)を加えて pH 4.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 230 mL にメタノ
2100 ール 20 mL を加える。

2101 [例3] 移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を水 1000 mL に溶かす。

2102 移動相 B：水／アセトニトリル混液(1：1)

2103 7) 移動相の送液：グラジエント条件を表形式で記載する。再平衡化時間は、通例、記載しない。

2104 [例] 移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ~ 5	70	30
5 ~ 35	70 → 40	30 → 60
35 ~ 65	40	60

2105

2106 8) 反応温度：カラム温度と同様、実際に分析した際の反応温度を記載する。

2107 [例] 反応温度：100℃付近の一定温度

2108 9) 冷却温度：カラム温度と同様、実際に分析した際の冷却温度を記載する。

2109 [例] 冷却温度：15℃付近の一定温度

2110 10) 流量：試験法設定根拠となるデータを得たときの流量を分析対象物質の保持時間又は流量で記載する。保
2111 持時間と流量を併記する場合には、保持時間は参考を示されるものである。

2112 ポストラベル誘導体化を行う場合など、反応液も使用する場合は本項の名称は「移動相流量」とする。

2113 グラジエント法においては原則として設定流量を記載する。

2114 [例1] 流量：**の保持時間が約〇分になるように調整する。

2115 [例2] 流量：毎分 1.0 mL

2116 [例3] 流量：毎分 1.0 mL (**の保持時間約〇分)

2117 11) 反応液流量：試験法設定根拠となるデータを得たときの流量を記載する。移動相流量と同じ場合は「移動
2118 相流量と同じ」と記載できる。

2119 [例] 反応液流量：毎分 1.0 mL

2120 12) 面積測定範囲：分析対象物質の保持時間の倍数で記載する。グラジエント法においては時間を記載する。

2121 [例1] 面積測定範囲：溶媒のピークの後から**の保持時間の約〇倍の範囲

2122 [例2] 面積測定範囲：試料溶液注入後 40 分間

2123 [例3] 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後〇分まで

2124 4.2.2 ガスクロマトグラフィーの表記例

2125 1) 検出器

2126 [例1] 検出器：水素炎イオン化検出器

2127 [例2] 検出器：熱伝導度検出器

2128 2) カラム：分析に使用したカラムの内径、長さ及びクロマトグラフィー管の材質、充填剤の名称及び粒径、
2129 固定相液体の名称、固定相の厚さなどを記載する。

2130 [例1] カラム：内径 3 mm、長さ 1.5 m のガラス管に 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性
2131 エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径 0.0075 μm, 500 ~ 600 m²/g)を充填する。

2132 [例2] カラム：内径 3 mm、長さ 1.5 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50%フェニルーメチルシ
2133 リコーンポリマーを 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 ~ 3%の割合で被覆し
2134 たものを充填する。

2135 [例3] カラム：内径 0.53 mm、長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリ
2136 エチレングリコール 20M を厚さ 0.25 μm で被覆する。なお、必要ならば、ガードカラムを使用する。

2137 3) カラム温度

2138 [例1] カラム温度：210℃付近の一定温度

2139 [例2] カラム温度：40℃を 20 分間保持した後、毎分 10℃で 240℃まで昇温し、240℃を 20 分間保持する。

2140 4) 注入口温度：温度管理が重要な場合に記載する。

2141 [例] 注入口温度：140℃

2142 5) 検出器温度：温度管理が重要な場合に記載する。

2143 [例] 検出器温度：250℃

- 2144 6) キャリヤーガス
2145 [例] キャリヤーガス：ヘリウム
2146 7) 流量：原則として線速度を記載する。線速度を求めることが難しい場合、分析対象物質の保持時間を記載
2147 しても良い。
2148 [例 1] 流量：35 cm/秒
2149 [例 2] 流量：**の保持時間が約○分になるように調整する。
2150 8) スプリット比
2151 スプリット比はカラムに流れるキャリヤーガスの流量割合を通例 1 として表示する。
2152 [例 1] スプリットレス
2153 [例 2] スプリット比：1：5
2154 9) 面積測定範囲：分析対象物質の保持時間の倍数で記載する。
2155 [例] 面積測定範囲：空気のパークの後から**の保持時間の約○倍の範囲
2156 10) ヘッドスペース装置の操作条件
2157 [例] 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) のヘッドスペース法により試験を行う。
2158 ただし、パラメーターの名称や注入条件の記載等は、装置メーカーごとに適切な記載方法とする。
2159 保温温度：80℃
2160 保温時間：60 分
2161 注入 (又はトランスファーライン) 温度：120℃
2162 シリンジ (又はサンプルライン) 温度：110℃
2163 キャリヤーガス：ヘリウム
2164 加圧時間：1 分、試料注入量：1.0 mL (又は加圧：75 kPa、加圧時間：1 分、注入時間：1 分)

2165 4.3 システム適合性

2166 4.3.1 目的

2167 システム適合性は、医薬品の試験に使用する分析システムが、当該医薬品の試験を行うのに適切な性能で稼
2168 動していることを一連の品質試験ごとに確かめることを目的としている。システム適合性の試験方法及び適合
2169 要件は、医薬品の品質規格に設定した試験法の中に規定されている必要がある。規定された適合要件を満たさ
2170 ない場合には、その分析システムを用いて行った品質試験の結果を採用してはならない。

2171 システム適合性は一連の分析ごとに実施されるルーチン試験としての性格をもつことから、多くの時間と労
2172 力を費やすことなく確認できる方法を設定することが望ましい。4.3.2 は化学薬品を例にとって記載したもので
2173 あり、製品の特性や試験の目的によって、品質試験を行うのに適切な状態を維持しているかどうかを評価する
2174 ために必要な項目を設定する。

2175 4.3.2 システム適合性の記載事項

2176 別に規定するもののほか、「システムの性能」及び「システムの再現性」を規定する。純度試験においては
2177 これらに加えて「検出の確認」が求められる場合がある。

2178 4.3.2.1 検出の確認

2179 「検出の確認」は、純度試験において、対象とする類縁物質等のピークがその規格限度値レベルの濃度で確
2180 実に検出されることを確認することにより、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備
2181 えていることを検証する。

2182 類縁物質の総量を求める場合などの定量的な試験では、規格限度値レベルの溶液を注入したときのレスポ
2183 ンスの幅を規定し、限度値付近でレスポンスが直線性をもつことを示す。レスポンスの許容範囲は「7 ~ 13%」
2184 等、原則として理論値の±30%の幅で規定する。値が小数になる場合は、±30%の内側に丸める。

2185 限度試験のように、規格限度値と同じ濃度の標準溶液を用いて、それとの比較で試験を行う場合や、限度値
2186 レベルでの精度が「システムの再現性」などで確認できる場合には「検出の確認」の項は設けなくてもよい。

2187 4.3.2.2 システムの性能

2188 「システムの性能」は、被検成分に対する特異性が担保されていることを確認することによって、使用する
2189 システムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

2190 定量法では、原則として被検成分と分離確認用物質 (隣接するピークが望ましいが、内標準法の場合は内標
2191 準物質) との分離度、及び必要な場合には溶出順 (液体クロマトグラフィーの場合、ガスクロマトグラフィー
2192 の場合は流出順、以下同様) を規定する。純度試験では、原則として被検成分と分離確認用物質 (基本的には、
2193 隣接するピークが望ましい) との分離度及び溶出順で規定する。また、必要な場合にはシメトリー係数を併
2194 せて規定する。ただし、システム適合性試験用標準品又は適当な分離確認用物質がない場合には、被検成分の

2195 理論段数及びシンメトリー係数で規定しても差し支えない。なお、分離度は3未満の場合は有効数字2桁で、
2196 3以上の場合は有効数字1桁で規定する。また、ピークにリーディングが認められる場合のピークのシンメト
2197 リー係数は、幅で規定する。

2198 「システムの性能」において、分離度に代わるピークバレー比の使用は個別に判断する。

2199 システム適合性試験用標準品を用いない設定では、「システムの性能」の項のために新たに標準品を秤取し
2200 て溶液を調製するような方法とはせず、標準溶液を用いて設定することが望ましい。原薬を分解させて分解産
2201 物との分離度を規定する場合は、分解物の生成量が十分大きいこと、また分解条件をなるべく詳細に示すこと
2202 が必要である。また、既収載試薬などを添加してシステム適合性試験用溶液を調製しても差し支えないが、こ
2203 の場合にあっても安全性に懸念のある類縁物質の標準物質など、市販されていない特殊な試薬は原則として使
2204 用しない。

2205 4.3.2.3 システムの再現性

2206 「システムの再現性」は、標準溶液又はシステム適合性試験用溶液を繰り返し注入したときの被検成分のレ
2207 スポンスのばらつきの程度（精度）が、試験の目的にかなうレベルにあることを確認することによって、使用
2208 するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

2209 通例、標準溶液又はシステム適合性試験用溶液を繰り返し注入して得られる被検成分のレスポンスの相対標
2210 準偏差（RSD）で規定する。純度試験に定量法のシステム適合性を準用する場合、システムの再現性は定量法
2211 のシステムの再現性を準用せず、原則として純度試験における標準溶液又はシステム適合性試験用溶液を用い
2212 て規定する。試料溶液の注入を始める前に標準溶液の注入を繰り返す形だけでなく、標準溶液の注入を試料溶
2213 液の注入の前後に分けて行う形や試料溶液の注入の間に組み込んだ形でシステムの再現性を確認しても良い。

2214 繰り返し注入の回数は6回を原則とするが、グラジエント法を用いる場合や試料中に溶出が遅い成分が混在
2215 する場合など、1回の分析に時間がかかる場合には、6回注入時とほぼ同等のシステムの再現性が担保される
2216 ように、達成すべきばらつきの許容限度値を厳しく規定することにより、繰り返し注入の回数を減らしてもよ
2217 い。

2218 ばらつきの許容限度は、当該分析法の適用を検討した際のバリデーションデータに基づき、適切なレベルに
2219 設定する。

2220 4.3.3 システム適合性の表記例

2221 液体クロマトグラフィーの場合の記載例を以下に示す。ガスクロマトグラフィーの場合は、「溶出」を「流
2222 出」とする。

2223 4.3.3.1 一般的な表記例

2224 [例1] 定量法

2225 システムの性能：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、
2226 その分離度は○. ○以上である。

2227 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6回繰り返すとき、内標準物質のピーク
2228 面積に対する**のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

2229 [例2] 定量法

2230 システムの性能：**○ g及び□□○ gを■●○ mLに溶かす。この液○ μLにつき、上記の条件で操
2231 作するとき、**、□□の順に溶出し、その分離度は△以上である。

2232 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6回繰り返すとき、**のピーク面積の
2233 相対標準偏差は1.0%以下である。

2234 [例3] 純度試験

2235 検出の確認：標準溶液○ mLを正確に量り、**を加えて正確に○ mLとする。この液○ μLから得た
2236 □□のピーク面積が、標準溶液の□□のピーク面積の○～○%になることを確認する。

2237 システムの性能：□□○ g及び■●○ gを▽▽○ mLに溶かす。この液○ μLにつき、上記の条件で操
2238 作するとき、□□、■●の順に溶出し、その分離度は△以上である。

2239 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6回繰り返すとき、□□のピーク面積の
2240 相対標準偏差は2.0%以下である。

2241 [例4] 純度試験

2242 検出の確認：試料溶液○ mLに**を加えて○ mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム
2243 適合性試験用溶液○ mLを正確に量り、■●を加えて正確に○ mLとする。この液○ μLから得た▽
2244 ▽のピーク面積が、システム適合性試験用溶液の▽▽のピーク面積の○～○%になることを確認する。

2245 システムの性能：システム適合性試験用溶液○ μLにつき、上記の条件で操作するとき、▽▽のピークの
2246 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：システム適合性試験用溶液○ μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、▽
▽のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

[例5] 純度試験（システム適合性試験用標準品が、原薬**を含まない類縁物質の混合物の場合）

検出の確認：標準溶液○ mLを正確に量り、□□を加えて正確に○ mLとする。この液○ μLから得た
▽▽のピーク面積が、標準溶液の▽▽のピーク面積の○～○%になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用**標準品○ mgを移動相に溶かし、○ mLとする。この液○
mLに標準溶液○ mLを加えた液○ μLにつき、上記の条件で操作し、▽▽に対する相対保持時間約△
の類縁物質A、約△の類縁物質B及び約△の類縁物質Cのピークを確認する。また、類縁物質Aと類
縁物質B、類縁物質Bと□□及び■と類縁物質Cとの分離度はそれぞれ○以上、○以上及び○以上で
ある（必要に応じて複数の分離度を設定する）。

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6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。

[例6] 純度試験（システム適合性試験用標準品が、原薬**を含む類縁物質の混合物の場合）

検出の確認：試料溶液○ mLに□□を加えて○ mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム
適合性試験用溶液○ mLを正確に量り、■を加えて正確に○ mLとする。この液○ μLから得た▽
▽のピーク面積が、システム適合性試験用溶液の▽▽のピーク面積の○～○%になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用**標準品○ mgを□□に溶かし、○ mLとする。この液○ μL
につき、上記の条件で操作し、▽▽に対する相対保持時間約△の類縁物質A、約△の類縁物質B、約△
の類縁物質C及び約△の類縁物質Dのピークを確認する。また、類縁物質Bと□□及び■と類縁物
質Cとの分離度はそれぞれ○以上及び○以上である（必要に応じて複数の分離度を設定する）。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液○ μLにつき、上記の条件で試験を6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。

[例7] 純度試験（システム適合性試験用標準品が、類縁物質の単品の場合）

検出の確認：試料溶液○ mLに□□を加えて○ mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム
適合性試験用溶液○ mLを正確に量り、■を加えて正確に○ mLとする。この液○ μLから得た▽
▽のピーク面積が、システム適合性試験用溶液の▽▽のピーク面積の○～○%になることを確認する。

システムの性能：**標準品○ mg、システム適合性試験用**類縁物質B標準品○ mg及びシステム適
合性試験用**類縁物質C標準品○ mgを□□に溶かし、○ mLとする。この液○ μLにつき上記の
条件で操作するとき、類縁物質B、▽▽、類縁物質Cの順に溶出し、類縁物質Bと▽▽及び▽▽と類縁
物質Cとの分離度はそれぞれ○以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液▽▽ μLにつき、上記の条件で試験を6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。

[例8] 純度試験（定量的な試験に類縁物質の標準品を用いている場合）

検出の確認：標準溶液▽▽ mLを正確に量り、□□を加えて正確に○ mLとする。この液○ μLから得た
▽▽のピーク面積が、標準溶液の▽▽のピーク面積の○～○%になることを確認する。

システムの性能：標準溶液○ μLにつき、上記の条件で操作するとき、類縁物質A及び類縁物質Bのピ
ークの▽▽に対する相対保持時間は約△及び△であり、類縁物質Aと類縁物質Bの分離度は○以上、
類縁物質Bと▽▽の分離度は○以上である。

システムの再現性：標準溶液○ mLに移動相を加えて○ mLとする。この液○ μLにつき、上記の条件
で試験を6回繰り返すとき、類縁物質A、類縁物質B及び▽▽のピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ
○%以下である。

4.3.3.2 「システムの性能」に関する他の表記例

1) 溶出順、分離度及びシンメトリー係数を規定する場合

[例] **○ g及び□□○ gを■○ mLに溶かす。この液○ μLにつき、上記の条件で操作するとき、
、□□の順に溶出し、その分離度は○以上であり、のピークのシンメトリー係数は○.○以下で
ある。

2) 溶出順、分離度、理論段数及びシンメトリー係数を規定する場合

[例] **○ g及び□□○ gを■○ mLに溶かす。この液○ μLにつき、上記の条件で操作するとき、
、□□の順に溶出し、その分離度は○以上であり、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。

3) 適当な分離対象物質がないため理論段数及びシンメトリー係数を規定する場合

2298 [例] **○ g を□□○ mL に溶かす。この液○ μL につき、上記の条件で操作するとき、**のピーク
2299 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。

2300 4) 試料溶液を強制劣化させ、被検成分と分解物の溶出順及び分離度を規定する場合

2301 [例] 試料溶液を○℃の水浴中で○分間加熱後、冷却する。この液○ mL に**を加えて○ mL とした液
2302 ○ μL につき、上記の条件で操作するとき、□□に対する相対保持時間約○.○のピークと□□の分離度
2303 は△以上であり、□□のシンメトリー係数は○.○以下である。

2304 4.4 その他の記載例

2305 4.4.1 グラジエント法

2306 [例]

2307 試験条件

2308 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215 nm)

2309 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
2310 リル化シリカゲルを充填する。

2311 カラム温度：×℃付近の一定温度

2312 移動相 A：水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(4：1)

2313 移動相 B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(3：2)

2314 移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ～ ×	×	×
× ～ ×	× → ×	× → ×
× ～ ×	×	×

2315 流量：毎分 1.0 mL

2316 面積測定範囲：溶媒のピークの後から**の保持時間の約○倍の範囲

2317 : 溶媒のピークの後から注入後×分まで

2318 システム適合性

2319 検出の確認：標準溶液○ mL を正確に量り、□□を加えて正確に○ mL とする。この液○ μL から得た
2320 ▽▽のピーク面積が、標準溶液の▽▽のピーク面積の○～○%になることを確認する。

2321 システムの性能：**○ g 及び□□○ g を■●○ mL に溶かす。この液○ μL につき、上記の条件で操
2322 作するとき、**、□□の順に溶出し、その分離度は○以上である。

2323 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 6 回繰り返すとき、**のピーク面積の
2324 相対標準偏差は 2.0% 以下である。

2325 4.4.2 昇温ガスクロマトグラフィー

2326 試験条件

2327 検出器：水素炎イオン化検出器

2328 カラム：内径 0.32 mm (又は 0.53 mm)、長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー
2329 用ポリエチレングリコール 20M を厚さ 0.25 μm で被覆する。なお、必要ならば、ガードカラムを使用す
2330 る。

2331 カラム温度：50℃を 20 分間保持した後、毎分 6℃で 165℃まで昇温し、165℃を 20 分間保持する。

2332 注入口温度：140℃付近の一定温度

2333 検出器温度：250℃付近の一定温度

2334 キャリヤーガス：ヘリウム

2335 流量：35 cm/秒

2336 スプリット比：1：5

2337 システム適合性

2338 システムの性能：標準溶液○ μL につき、上記の条件で操作するとき、それぞれのピークの分離度は 1.5 以
2339 上である。(注：被検物質が複数の場合)

2340 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 3 回繰り返すとき、被検物質のピーク面積
2341 の相対標準偏差は 15% 以下である。

5. ICP 発光分光分析法及び ICP 質量分析法を用いる場合の記載例

5.1 ICP 発光分光分析法

[例]

1) 定量法 本品約〇〇 mgを精密に量り、**酸〇 mLを加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に〇mLとする。この液〇 mLを正確に量り、**酸〇 mL及び水を加えて正確に〇mLとし、試料溶液とする。
**酸△ mLに水を加えて正確に〇mLとし、ブランク溶液とする。元素#標準液(△ ppm)〇 mL、〇 mL、〇 mL及び〇 mLずつを正確に量り、それぞれに水を加えて正確に〇 mLとし、元素#標準溶液(1)、元素#標準溶液(2)、元素#標準溶液(3)及び元素#標準溶液(4)とする。試料溶液、ブランク溶液及び元素#標準溶液(1)、元素#標準溶液(2)、元素#標準溶液(3)及び元素#標準溶液(4)につき、次の条件で誘導結合プラズマ発光分光分析法(2.63)により試験を行い、ブランク溶液及び元素#標準溶液の発光強度から得た検量線を用いて元素#の含量を求める。

試験条件

波長：元素# 〇〇〇.〇〇〇 nm

システム適合性

システムの再現性：元素#標準溶液(1)につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、元素#の発光強度の相対標準偏差は〇%以下である。

2) 純度試験 元素# 本品〇〇 mgを精密に量り、**酸〇 mLを加え、マイクロ波分解装置により加熱、分解する。冷後、分解容器を水で数回洗い込み、さらに、水を加えて正確に〇 mLとし、試料溶液とする。
酸〇 mLに水を加えて正確に〇 mLとしブランク溶液とする。元素#標準液(△ ppm)〇 mLを正確に量り、酸〇 mLを加えた後、水を加えて正確に〇 mLとし、元素#標準原液とする。元素#標準原液〇 mL、〇 mL、〇 mL及び〇 mLずつを正確に量り、それぞれに**酸〇 mL及び水を加えて正確に〇 mLとし、元素#標準溶液(1)、元素#標準溶液(2)、元素#標準溶液(3)及び元素#標準溶液(4)とする。試料溶液、ブランク溶液及び元素#標準溶液(1)、元素#標準溶液(2)、元素#標準溶液(3)及び元素#標準溶液(4)につき、次の条件で誘導結合プラズマ発光分光分析法(2.63)により試験を行い、ブランク溶液及び元素#標準溶液(1)、元素#標準溶液(2)、元素#標準溶液(3)及び元素#標準溶液(4)の発光強度から得た検量線を用いて元素#の含量を求めるとき、〇.〇 ppm以下である。

試験条件

波長：元素# 〇〇〇.〇〇〇 nm

システム適合性

システムの再現性：元素#標準溶液(1)につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、元素#の発光強度の相対標準偏差は〇%以下である。

5.2 ICP 質量分析法

[例]

1) 元素#定量法 本品約〇〇 mgを精密に量り、**酸〇 mL及び**酸〇 mLを加え、ホットプレート上で徐々に加熱する。褐色ガスの発生がなくなり、反応液が淡黄色澄明になった後、放冷する。冷後、この液に内標準溶液〇 mLを正確に加えた後、水を加えて〇 mLとし、試料溶液とする。
酸〇 mLに、酸〇 mL及び内標準溶液〇 mLを正確に加えた後、水を加えて〇 mLとし、ブランク溶液とする。元素#標準液(△ ppm)〇 mL、〇 mL、〇 mL及び〇 mLずつを正確に量り、**酸〇 mL、**酸〇 mL及び内標準溶液〇 mLをそれぞれ正確に加えた後、水を加えて〇 mLとし、元素#標準溶液(1)、元素#標準溶液(2)、元素#標準溶液(3)及び元素#標準溶液(4)とする。試料溶液、ブランク溶液及び元素#標準溶液(1)、元素#標準溶液(2)、元素#標準溶液(3)及び元素#標準溶液(4)につき、次の条件で誘導結合プラズマ質量分析法(2.63)により試験を行い、内標準物質のイオンカウント数に対するブランク溶液及び元素#標準溶液(1)、元素#標準溶液(2)、元素#標準溶液(3)及び元素#標準溶液(4)のイオンカウント数の比から元素#の含量を求める。

内標準溶液 元素\$標準液(△ ppm)〇 mLを正確に量り、水を加えて正確に〇 mLとする。

試験条件

測定 m/z ：元素# m/z ●, 元素\$ m/z ▲

システム適合性

システムの再現性：元素#標準溶液(1)につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質に対する元素#のイオンカウント数比の相対標準偏差は〇%以下である。

2) 純度試験 元素#1、#2 及び #3 本品〇〇 mgを精密に量り、**酸〇 mLを加え、マイクロ波分解装置により加熱、分解する。冷後、分解容器を水で数回洗い込み、内標準溶液〇 mLを正確に加え、水を加え

2394 て○ mLとし、試料溶液とする。＊＊酸○ mLに内標準溶液○ mLを正確に加え、水を加えて○ mLとしブラ
2395 ンク溶液とする。各元素＃1、＃2及び＃3の標準液(△ ppm)○ mLずつを正確に量り、＊＊酸○ mLを加えた
2396 後、水を加えて○ mLとし、元素＃1、＃2及び＃3標準原液とする。各元素＃1、＃2、＃3 標準原液○ mL、
2397 ○ mL、○ mL及び○ mLをそれぞれ正確に量り、＊＊酸○ mL、内標準溶液○ mLを正確に加え、水を加え
2398 て○ mLとし、元素＃1、＃2及び＃3の標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)とする。ただ
2399 し、各元素標準液は、互いに干渉がない限り、混合して用いることができる。試料溶液、ブランク溶液及び各
2400 標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)につき、次の条件で誘導結合プラズマ質量分析法(2.63)
2401 により試験を行い、内標準物質のイオンカウント数に対するブランク溶液及び元素＃1、＃2及び＃3の標準溶
2402 液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)のイオンカウント数の比から各元素＃1、＃2 及び ．
2403 量#3の含
2404 量を求めるとき、各々○.○ ppb以下である。

2405 内標準溶液 元素\$ 標準液(△ ppm)○ μLを正確に量り、水を加えて正確に○ mLとする。

2406 試験条件

2407 測定- m/z : 元素＃1 m/z ●, 元素＃2 m/z ▲, 及び元素＃3 m/z ×, 元素\$ m/z □

2408 コリジョン・リアクションセル導入ガスを使用(必要に応じて、ガスの名前)

2409 システム適合性

2410 システムの再現性: 元素＃1、＃2及び＃3標準溶液(1)につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内
2411 標準物質に対する元素＃のイオンカウント数比の相対標準偏差は○%以下である。

2412 6. 核磁気共鳴スペクトル測定法による定量NMR(qNMR)を用いる場合の記載例

2413 核磁気共鳴スペクトル測定法は、化合物中の測定原子核の数の比がピーク面積比に対応する特性を持つた
2414 め、定量性が確保できる条件で測定することで、化合物の純度を調べることができる。日局 17 では、核磁気
2415 共鳴スペクトル測定法(2.21)において、内標準物質を用いた定量NMRについての記載があり、さらに生薬試
2416 験法(5.01) 10. 核磁気共鳴(NMR)法を利用した生薬及び漢方処方エキスの定量指標成分の定量で具体的な
2417 試験法が示されている。さらに、参考情報核磁気共鳴(NMR)法を利用した定量技術の日本薬局方試薬への
2418 応用に、試験法設定の背景と試験法の解説等が記載されている。

2419 6.1 定量¹H NMR 測定法

2420 ¹H NMRによる定量では、測定対象の化合物とSIトレーサブルな純度既知の内部基準物質をそれぞれ精密に
2421 量り、重水素化溶媒に溶解した溶液で¹H NMR測定を行う。得られたスペクトル上に観測される測定対象の化
2422 合物と内部基準物質に由来するピーク面積、プロトン数、調製質量及び分子量の関係から、定量値を算出する。

2423 [例] 定量法 ウルトラマイクロ化学はかりを用い、本品○ mg及び核磁気共鳴スペクトル測定用内部基準
2424 物質＊＊○ mgをそれぞれ精密に量り、核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化＊＊○ mLに溶かし、試料
2425 溶液とする。この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ、核磁気共鳴スペクトル測定用内部基準物質＊＊を
2426 内部基準物質として、次の試験条件で核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)及び(5.01)により、¹H NMR
2427 を測定する。内部基準物質のシグナルをδ 0 ppmとし、δ ○.○○ ppm及びδ △.△△ ppm付近のそれぞれの
2428 シグナルの面積強度A1(水素数●に相当)及びA2(水素数■に相当)を算出する。

2429 本品(分子式)の量(%)

2430
$$= M_s \times I \times P / (M \times N) \times [(\text{本品の分子量}) / (\text{内部基準物質} \text{＊＊の分子量})]$$

2431 M : 本品の秤取量(mg)

2432 M_s : 核磁気共鳴スペクトル測定用内部基準物質＊＊の秤取量(mg)

2433 I : 核磁気共鳴スペクトル測定用内部基準物質＊＊のシグナルの面積強度を△△.△△△としたときの各
2434 シグナルの面積強度A1及びA2の和

2435 N : A1及びA2に由来する各シグナルの水素数の和

2436 P : 核磁気共鳴スペクトル測定用内部基準物質＊＊の純度(%)

2437 試験条件

2438 装置: ¹H共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペクトル測定装置

2439 デジタル分解能: 0.25 Hz以下

- 2440 観測スペクトル幅：-5 ～ 15 ppmを含む20 ppm以上
 2441 スピニング：オフ
 2442 パルス角：90°
 2443 ¹³C核デカップリング：あり
 2444 遅延時間：繰り返しパルス待ち時間60秒以上
 2445 積算回数：8回以上
 2446 ダミースキャン：2回以上
 2447 測定温度：20 ～ 30℃の一定温度
 2448 システム適合性
 2449 検出の確認：試料溶液につき、上記の条件で測定するとき、 δ 〇.〇〇 ppm及び δ Δ . Δ Δ ppm付近の
 2450 各シグナルのSN比は100以上である。
 2451 システムの性能：試料溶液につき、上記の条件で測定するとき、 δ 〇.〇〇 ppm及び δ Δ . Δ Δ ppm付
 2452 近のシグナルについて、明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する。また、試料
 2453 溶液につき、上記の条件で測定するとき、各シグナル間の面積強度比 $A1/A2$ は、それぞれ0.99 ～
 2454 1.01である。
 2455 システムの再現性：試料溶液につき、上記の条件で測定を6回繰り返すとき、面積強度 $A1$ 又は $A2$ の内部
 2456 基準物質の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 2457 NMR 試料管は高品質で清浄なもの(例: Wilmad No.535 等)を使用し、重水素化溶媒は、重水素化率 99.9%
 2458 以上のものを用いる。
 2459 内部基準物質の核磁気共鳴スペクトル測定用 1,4-BTMSB- d_4 、核磁気共鳴スペクトル測定用 DSS- d_6 等
 2460 の SI トレーサブルな値付けに用いる認証標準物質(NMIJ CRM)は、独立行政法人産業技術総合研究所計量標
 2461 準総合センター(AIST NMIJ)より供給されている。
- 2462 7. その他
- 2463 7.1 標準品及び標準物質
- 2464 7.1.1 標準品及び標準物質の定義
- 2465 標準物質とは、医薬品等の化学量、物理量又は生物活性量の定量的又は定性的計測、医薬品等の試験に用
 2466 いる測定装置の校正や正確さの確認などにおいて基準として用いる物質をいう。標準品とは医薬品の品質評価
 2467 における試験等に用いるために一定の品質に調製され、特定の用途に相応しい品質を有することが公的に保
 2468 証され、供給される標準物質である。
- 2469 7.1.2 標準品の名称
- 2470 定量的試験に用いる標準品の名称は、「3.2.1 原薬の日本名」に準じた成分名に“標準品”の用語を付して
 2471 「〇〇標準品」とする。ただし、標準品原料物質が水和物であっても原則として成分名に“水和物”の用語は
 2472 付さない。
 2473 一般的名称において、スペースを入れて名称を付与した場合でも標準品の名称はスペースを入れない。
 2474 [例]
 2475 エストラジオール安息香酸エステル標準品
 2476 アスポキシシリン標準品 (各条名はアスポキシシリン水和物)
 2477 セフロキシムアキシセチル標準品 (各条名はセフロキシム アキシセチル)
 2478 定量的試験以外の用途のみを有する標準品は必要に応じその用途を付して命名する。複数の用途を有する場
 2479 合には、原則として、より高い品質を要求、又は、より重要と考えられる用途を付す。
 2480 [例]
 2481 確認試験用モンテルカストナトリウム標準品
 2482 純度試験用〇〇標準品
 2483 純度試験用〇〇類縁物質 B 標準品
 2484 システム適合性試験用モンテルカスト標準品
- 2485 7.1.3 標準品の使用量
- 2486 標準品の使用に当たっては、試験の目的を損なわない範囲でその使用量の低減を図る。なお、化学薬品の
 2487 場合、定量法での使用量の目安は 20 ～ 50 mg が一般的である。

7.1.4 標準品の設定

標準品は溶出試験又は製剤均一性試験の含量均一性試験のみを使用目的とする場合、原則として設定しない。

7.1.5 標準品の設定に関する資料の作成

標準品を新たに設定する場合、化学薬品及び生薬成分等に関する標準品では別添1に従って様式-標1～標6の資料を作成し、生物薬品に関する標準品では別添2に従って様式-標生1～標生4の資料を作成する。

システム適合性試験用〇〇標準品を新たに設定する場合、別添3に従って様式-標シ1～標シ5の資料を作成する。

7.1.6 標準品の用途

日本薬局方標準品は医薬品各条及び一般試験法に規定された定量法、確認試験、純度試験、装置の校正、分析システムの適合性試験などで使用されるが、これら標準品には特定の用途のみを有するものと複数の用途に使用できるものがある。

7.1.7 標準品以外の標準物質（定量用試薬等）

化学薬品については、製剤の定量法、溶出試験又は製剤均一性試験の含量均一性試験など、製剤の定量的試験にのみ使用する標準物質は、定量用試薬として設定することができる。また、生薬等の定量指標成分等で定量法に用いる標準物質についても定量用試薬として設定することができる。これらの場合、“〇〇、定量用”として一般試験法「9.41 試薬・試液」に規定し、医薬品各条においては“定量用〇〇”と記載する。

製剤及び生薬等のクロマトグラフィーによる確認試験で使用する標準物質は、試薬として設定することができる。これらの場合には、一般試験法「9.41 試薬・試液」に規定する。試薬の名称には必要に応じて“確認試験用”又は“薄層クロマトグラフィー用”などの語を冠することができる。

7.2 試薬・試液等

7.2.1 試薬

試薬は日本薬局方における試験に用いるものである。日本薬局方において、日本工業規格（JIS）に収載されている試薬を用いるときは、原則としてJIS名を用い、容量分析用標準試薬、特級、1級、水分測定用などと記載したもの、又は単に試薬名を記載したものは、それぞれJIS試薬の容量分析用標準物質、特級、1級、水分測定用など、又は級別のないものの規格及び試験方法に適合する。日本薬局方の試薬名がJISと相違する場合は、JIS名を併記する。

各条医薬品を定量用標準物質などの試薬に用いるときは、原則として医薬品各条名を試薬名とする。ただし、水和数の異なる物質が存在する場合は、水和数も記載する。医薬品各条と記載したものは、医薬品各条で定める規格に適合するものである。単に試験方法を記載してある試薬については、日本薬局方の試験方法を準用する。また、各条医薬品を標準品以外の一般的な試薬として用いるときは、JIS試薬などに各条医薬品に代えて試薬として使用できるものがないことを確認して用いる。

7.2.2 試液

試液は日本薬局方における試験に用いるために試薬を用いて調製した液である。

7.2.3 試薬・試液の記載

試薬・試液及び容量分析用標準液の記載方法は「第十七改正日本薬局方」及び下記による。

7.2.3.1 試薬及び試液の名称の原則

- 1) 各条医薬品を定量用標準物質などの試薬に用いるときは、医薬品各条名を試薬名とする。
- 2) JIS規格に適合する試薬を用いるときは、JIS名を試薬名とする。
- 3) 上記1)、2)に該当しない試薬を用いるときには、原則としてIUPACの化合物命名法に準拠した名称を試薬名とする。その際、試薬名は、日本化学会制定の化合物命名法に準拠した日本語名とする。
- 4) 上記1)、2)に該当しない試薬を用いるときには、上記3)の規定にかかわらず、広く一般に用いられている慣用名や旧JIS試薬名を試薬名として用いることができる。
- 5) 試液の名称は、溶質名及び溶媒名から命名する。ただし、溶媒が水のときは、原則として名称に含めない。また、溶質の溶解後、その使用に影響がない「N水和物」、「無水」などの表記を除いて命名する。
- 6) エタノール(99.5)のように濃度を付して表記するものを溶媒とする試液の名称は、濃度を付さないことによる混乱が予測される場合を除き、「〇〇・エタノール試液」のように濃度を付さない名称とする。

7.2.3.2 試薬の名称の記載例

- 1) 試薬・試液名は、カタカナと漢字で表示する。（JIS試薬では、日本語はひらがな表示、例えば、りん酸、

- くえん酸、ひ素などと表記することに定められているが、日本薬局方には取り入れない)
- 2) 試薬名「○○」の後にカッコを付けて「○○(100)」のように示すとき、カッコの数字は分子式で示されている物質の含量(%)を示す。
- 〔例〕 エタノール(95)、エタノール(99.5)、酢酸(31)、酢酸(100)、過酸化水素(30)、アンモニア水(28)
- 3) 定量用などの標準物質として医薬品各条の医薬品を用いる場合には、各条名を試薬名とする。標準物質以外の試薬として用いるときは、原則として試薬の命名による。ただし、広く一般的に用いられている慣用名はこれを用いてもよい。
- 4) 特殊な用途の試薬は、「○○用××」とする。これらの試薬は医薬品各条においては「○○用××」と記載し、一般試験法「9.41 試薬・試液」には並び順が明らかになるよう「××, ○○用」として記載する。
- 〔例〕 液体クロマトグラフィー用ヘキサン
ヘキサン, 液体クロマトグラフィー用
- 5) 1, 2, 3 級アミン類の塩酸塩は、「○○塩酸塩」とし、「塩化○○」とはしない。無機塩については陽イオンと陰イオンの数に誤解を生じない場合には数を記載しない。有機化合物においては塩の数をできるだけ記載する。
- 〔例〕 *N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム二塩酸塩
- 6) D, L-符号などを用いる。
- 〔例〕 L-アスコルビン酸
- 7) 水和物は「○○N 水和物」とし、(Nは漢数字) 水の数が不明なときは「○○*n* 水和物」とする。無水の試薬は単に「○○」とする。ただし、混乱を防止するため「無水○○」も必要に応じて用いる。各条品ではない試薬の水和物については、可能な範囲で水和水の数を特定する。
- 〔例〕 リン酸水素二ナトリウム十二水和物, リンモリブデン酸 *n* 水和物
- 8) 無機の化合物は必要に応じてローマ数字で価数表示する。
- 〔例〕 酸化鉛(II), 酸化鉛(IV)
- ### 7.2.4 試薬・試液の新規設定
- 日本薬局方に既記載の試薬・試液をなるべく使用する。単純な溶液及びある各条でのみ用いる溶液は、可能であればその調製方法を各条中に記載する。
- 試薬・試液を新規に設定する場合は、目的・用途に応じ適切な品質規格とする。既記載の試薬とは品質水準が異なる場合などは「○○用」などとし、名前と内容を区別する。
- 試薬・試液として規定する培地については組成を規定する。ただし、一般的に広く使用され培地構成成分が公知の場合には単に培地名のみを記載する。また、培地に用いられている成分の規格は、必ずしも設定する必要はない。
- ### 7.2.5 「定量用○○」の新規設定
- 製剤各条の試験(確認試験, 定量的試験)に各条医薬品を定量用標準物質として使用する場合には、「定量用○○(医薬品各条名)」を試薬に設定する。
- 規格は原則として医薬品各条を準用するか、必要に応じて含量などの規定をより厳しく設定する。
- 「定量用○○」を液体クロマトグラフィーによる定量的試験に用いるとき、原薬各条での純度試験が薄層クロマトグラフィーにより規定されている場合には、定量的試験と同じ試験条件の液体クロマトグラフィーによる方法に変更するなど、用途に応じた試験方法を必要に応じて設定する。
- ### 7.2.6 容量分析用標準液, 標準液の新規設定
- 容量分析用標準液, 標準液を新規に設定する場合は、一次標準へのトレーサビリティを確立する。
- ### 7.2.7 クロマトグラフィー用担体/充填剤の新規設定
- 平均孔径, 架橋度等について、新たに設定する場合、細かな設定は「9.42 クロマトグラフィー用担体/充填剤」には記載せず、各条の試験条件, カラムの項に具体的に記載する。

2581 **第二部**

2582 **医薬品各条原案の提出資料とその作成方法**

2583 日本薬局方医薬品各条の原案（以下、原案という）提出にあたっては、以下の1.から7.の資料を、それぞれ
2584 の作成方法に留意し、所定の様式に従って作成し提出すること。ただし、既収載各条の改正の場合は、様式
2585 2, 5, 6 の提出は必要ない。

2586 **1. 様式1：日本薬局方医薬品各条原案総括表**

2587 各項目について正確に記載する。

2588 公定書名とは日本薬局方外医薬品規格（局外規）、米国薬局方、欧州薬局方、英国薬局方又は食品添加物公
2589 定書などをいう。これらに収載されていない場合は「収載なし」と記載する。

2590 担当者連絡先には、本件に関する問い合わせなどへの対応を行う担当者の会社名、氏名、連絡先住所、電話
2591 番号、FAX 番号、電子メールアドレスを必ず記入すること。

2592 なお、希少疾病用医薬品（オーファンドラッグ）として承認された医薬品の場合は、備考欄に「オーファン
2593 ドラッグ」と明記すること。

2594 **2. 様式2：原案と局外規等との項目ごとの比較表**

2595 原案について、局外規に収載の場合は原案と局外規における規格及び試験方法を、局外規に未収載の場合
2596 は原案と当該品目の製造（輸入）販売承認における規格及び試験方法を、項目ごとに比較した表を様式2によ
2597 り作成する。

2598 作成にあたっては、各項目の概要ではなく、局外規、又は製造（輸入）販売承認書の規定どおりに全文を正
2599 確に記載すること。ただし、判読が可能な範囲で縮小したコピー等を貼付することで差し支えない。

2600 **3. 様式3：医薬品各条案**

2601 「第一部 第十八改正日本薬局方原案の作成に関する細則」に基づき、原案を様式3により作成する。既収
2602 載各条の改正の場合は、改正する項目以外も現行記載を全て様式3に示した上で、改正する箇所を見え消し記
2603 載すること。

2604 **4. 様式4：実測値**

2605 新医薬品の承認申請に際して添付すべき資料に関するガイドラインなどを参考に、様式4により作成する。

2606 **【記載するデータについて】**

2607 原案設定の根拠となった資料として、3ロット各3回以上のデータ及び試験方法の分析法バリデーションデ
2608 ータを提出すること。なお、含量違いや容器違い（注射剤におけるプラスチック製水性注射剤容器など）があ
2609 る製剤については、原則としてそれぞれの実測値の提出が必要である。なお、長期安定性試験の成績及び貯法
2610 に保存条件の規定が必要な場合には苛酷試験の成績も提出すること。経口固形製剤各条の貯法の容器について、
2611 気密容器を規定する場合は、温度及び湿度に対する苛酷試験結果等を示し、容器の妥当性を説明すること。注
2612 射製剤各条の貯法の容器について、意見公募・改正要望において、承認に基づき、密封容器の後にプラスチッ
2613 ク製水性注射剤容器・着色容器の追記を希望する場合には、事務局が承認内容を確認し、必要であれば委員会
2614 にて追記の妥当性を審議することとする。純度試験の残留溶媒に関しては、項目として規定しない場合でも、
2615 製造工程で使用している溶媒名・試験方法・実測値（3ロット1回でも可）のデータを提出すること。溶出性
2616 に関しては、原則として基本4液性での溶出プロファイル及び溶解度、分析法バリデーション（品質再評価終
2617 了品目については不要）並びに6ベッセルの個々のデータを提出すること。基本4液性とは、溶出試験第1液、
2618 pH4.0の0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液、溶出試験第2液、水を用いた場合をいう。

2619 ただし、局外規、又は製造（輸入）販売承認内容と同一の試験方法を採用する場合は、あらためて実測値を
2620 とる必要はなく、過去に測定されたデータ及び分析法バリデーションデータを提出することで差し支えない。
2621 この場合にあつては、各ロットにつき必ずしも3回繰り返し測定したデータである必要はない。

2622 **5. 様式5：原案と外国薬局方等の他の公定書との比較表**

2623 米国薬局方、欧州薬局方、英国薬局方、又は食品添加物公定書などの公定書に当該医薬品が収載されてい
2624 る場合は、各項目ごとに比較した表を様式5により作成する。作成にあたっては、各項目の概要ではなく、
2625 他の公定書の規格及び試験方法の全文を記載する。ただし、縮小したコピー等を貼付することで差し支えな
2626 い。なお、英語については翻訳する必要はないが、英語以外の言語については日本語訳で比較表を作成する

2627 こと。
2628 様式 2 において、局外規と比較した場合にあっては、局外規の欄の右側に欄を追加して記載することで様
2629 式 5 を省略できる。この場合は、様式 1 の備考欄に「様式 5 は様式 2 に包括」と記入すること。局外規以外の
2630 公定書に収載されていないため様式 5 を省略する場合は、様式 1 の備考欄に「様式 5 を省略」と記載するこ
2631 と。

2632 6. 様式 6 : 名称及び化学名等

2633 原薬の原案については、JAN, INN 及び他の公定書等の名称などを様式 6 に記載する。
2634 化学名及び構造式に関しては、それらの選択理由及び簡単な解説を、また CAS 登録番号に関しては、塩基、
2635 塩、無水物など関連のものを含めて、記載する。
2636 なお、日本薬局方に製剤のみが収載される場合は、その原薬に関する様式 6 を作成すること。

2637 7. 標準品に関する資料

2638 新たに日本薬局方標準品を設定する必要がある場合は、別添 1 (生物薬品標準品を除く標準品の場合)、別
2639 添 2 (生物薬品標準品の場合) 又は別添 3 (システム適合性試験用標準品の場合) に従って、「標準品品質標
2640 準」原案を作成する。

2641 8. 資料の提出方法

2642 資料は様式 1 から様式 6 をその順に綴じ、標準品を設定する場合は別添 1、別添 2 又は別添 3 の様式を同様
2643 に綴じて、正本 1 部及び副本 1 部 (正本の写しで差し支えない) を書面及び電子ファイルで提出すること。
2644 なお、電子ファイルについては、様式 3、様式 6 及び様式-標 2 は MS-Word を品目毎に作成し、他の様式も
2645 含む一式を別途担当者宛メールに添付して送信するか CD/DVD の電子媒体に記録したものを添付すること。
2646

2647
2648
2649
2650
2651

(様式1)

平成 年 月 日

厳重管理

日本薬局方医薬品各条原案総括表

整 理 番 号		*
日 本 名		
英 名		
日 本 名 別 名		
標 準 品 の 使 用		有 () ・ 無
収 載 公 定 書 名		
担 当 者 連 絡 先	会 社 名	
	氏 名	
	連 絡 先 住 所	〒
	電 話 ・ FAX 番 号	電話 FAX
	電 子 メール ア ド レ ス	
備 考		

2652
2653
2654
2655
2656
2657

(備考)

1. 用紙は、日本工業規格 A4 縦とすること。
2. *印の箇所は記入しないこと。
3. 標準品については、有又は無を○で囲み、有の場合は純度試験、定量法等の試験項目を括弧内に記入すること。

2658 (様式2)
2659

項 目	規格及び試験方法 (案)	局外規, 又は製造 (輸入) 販売承認規格
日本名		
英名		
日本名別名		
構造式		
分子式及び分子量		
化学名 (CAS 番号)		
基原及び含量規定		
製造要件		
性状		
(以下略)		

- 2660 (備考)
- 2661 1. 用紙は, 日本工業規格 A4 縦又は横とすること.
- 2662 2. 用紙が 2 枚以上となる場合は, それぞれの用紙の下に, 当該品目名とページ数を記入すること.
- 2663 3. 局外規又は製造 (輸入) 販売承認規格に標準品の規定がある場合には, 項目の一つとして記載すること.
- 2664 4. 試薬・試液も項目の一つとして記載すること.

2665 (様式3)

2666

	[日本名]
	[英名]
	[日本名別名]
	[構造式]
	[分子式及び分子量]
	[化学名, CAS 番号]
基原・含量規定	
性状	
確認試験	
示性値	
純度試験	
乾燥減量又は水分	
強熱残分	
製剤試験	
その他の試験	
定量法	
貯法	
標準品	
試薬・試液	
備考	

2667 (備考)

2668 1. 用紙は, 日本工業規格 A4 縦とすること.

2669 2. 用紙が 2 枚以上となる場合は, それぞれの用紙の下に, 当該品目名とページ数を記入すること.

2670 3. 作成にあつては, 書式の外枠を設定する必要はないこと.

2671 4. 備考欄には, 類縁物質の化学名英名を記載すること.

2672

2673 (様式 4)
2674

原案番号	品名	担当者
項 目	原案によるデータ	
試料明細	I, II, III (ロット番号等)	(解説)
性状	色 溶解性 その他の特性	
確認試験		
(示性値)		
旋光度		
融点		
その他		
純度試験	(1)溶 状 (2)塩化物 (3)硫酸塩 (4)重金属 (5)ヒ 素 (6)類縁物質 その他	
乾燥減量 又は水分		
強熱残分		
製剤試験		
その他の試験		
定量法		
貯法		
標準品		
試薬・試液		
カラム情報		

- 2675 (備考)
- 2676 1. 用紙は、日本工業規格 A4 縦とすること。
- 2677 2. 用紙が 2 枚以上となる場合は、それぞれの用紙の下に、当該品目名とページ数を記入すること。

- 2678 3. カラム情報は、カラムを用いている試験法毎に、使用したカラムの名称（型番）を記載する。記載され
2679 たカラム情報は原案の意見公募時に PMDA のホームページに開示され、他媒体にも引用されうる公知
2680 情報することを原則とするが、開示できない場合はその理由を記載すること。
- 2681 4. NMR スペクトル、IR スペクトル等を別紙で添付する場合は、大きく明瞭な解像度の高いものとし、多
2682 重度等が確認できるよう必要に応じて部分拡大すること。（A3 版の紙面でも差し支えない）
2683

2684
2685

(様式 5)

項 目	規格及び試験方法 (案)	他の公定書 (名称)
日本名		
英名		
日本名別名		
構造式		
分子式及び 分子量		
化学名 (CAS 番号)		
基原及び 含量規定		
性状		
確認試験		
以下略		

2686
2687
2688
2689
2690
2691
2692

- (備考)
1. 用紙は、日本工業規格 A4 縦又は横とすること。
 2. 用紙が 2 枚以上となる場合は、それぞれの用紙の下に、当該品目名とページ数を記入すること。
 3. 他の公定書の名称欄には、例えば米国薬局方など、具体的な名称を記載するとともに、複数の公定書がある場合には、適宜欄を設けること。
 4. 試薬・試液も項目の一つとして記載すること。

2693 (様式 6)
2694

項 目	採用案及び関係情報
名 称	採用案 日本名 英名 日本名別名 関係情報 JAN, INN 等 採用理由など
化学名	採用案 関係情報 JAN, INN 等 採用理由など
C A S 番号	採用案 関係情報 (塩基, 塩, 無水物等関連するものの番号など)
構造式	採用案 関係情報 JAN, INN 等 採用理由など

2695 (備考)

- 2696 1. 用紙は, 日本工業規格 A4 縦とすること.
- 2697 2. 用紙が 2 枚以上となる場合は, それぞれの用紙の下に, 当該品目名とページ数を記入すること.
- 2698 3. 作成にあつては, 書式の外枠を設定する必要はないこと.
- 2699

2700 別添 1
2701

「標準品品質標準」原案の提出資料とその作成方法

2702 日本薬局方標準品品質標準の原案提出にあたっては、以下の 1) から 6) の資料を様式-標 1～標 6 に従って
2703 作成して提出すること。

2704 資料の提出にあたっては、様式-標 1 から様式-標 6 の紙媒体と電子媒体の両方の資料を医薬品各条原案と同
2705 様に提出すること。

2706 1) 「日本薬局方標準品品質標準」原案の総括表

2707 作成方法：「様式-標 1」を用いて作成する。

2708 作成上の留意事項

2709 ① 省略した様式がある場合は、備考欄にその理由を記載すること。

2710 ② 「適用医薬品各条名」欄には、当該標準品の使用を規定する全ての医薬品各条について網羅的に記載す
2711 ること。

2712 ③ 「適用規格項目」欄には、当該標準品の使用が規定される全ての規格項目を記載すること。

2713 ④ 「試験方法」欄には、当該標準品の使用が規定される規格項目の試験方法を簡略記載すること。

2714 ⑤ 「使用量」欄には、医薬品各条の記載に従って試験を 1 回実施するのに必要な量を記載すること。使用
2715 量が各条に記載されていない場合は、大略の使用量を括弧書きで示すこと。乾燥後秤量の場合は、「乾
2716 燥後」と記載すること。また、別途水分を測定する場合などでは、別途測定に必要な量を付記すること。

2717 2) 「日本薬局方標準品品質標準」原案に関する資料

2718 作成方法：「様式-標 2」を用いて作成する。

2719 作成上の留意事項

2720 ① 標準品原料候補の品質評価に必要なデータを得るために実施すべき品質試験項目とその試験方法を記載
2721 すること。

2722 ② 標準品の用途項目の試験方法は、用途の試験方法に一致させること。

2723 ③ 医薬品各条とは目的を異にするものであるため、試験方法等の記載は日局原案作成要領に従う必要はない。

2724 ④ 試験方法には、品質試験を支障なく実施するのに必要な事項を洩れなくできるだけ詳細に記載すること。

2725 ⑤ 試験方法の記載においては、日局の記載方法に拘束されることなく、特殊な試薬、カラム等を銘柄名で記
2726 載しても差し支えない。

2727 ⑥ 標準品原料候補を製造機関に供給する際は、様式-標 2 に従った試験成績を添付することが望ましい。

2728 3) 標準品品質標準に基づいた実測値に関する資料

2729 作成方法：「様式-標 3」を用いて作成する。

2730 作成上の留意事項

2731 ① 標準品相当品又は現在使用している自家標準物質の品質試験実測値を記載する。

2732 ② 数値結果で評価する試験については、適否の評価結果ではなく、各試験の測定値などを記載すること。

2733 ③ 代表的なスペクトルデータやクロマトグラム、液体クロマトグラフィーの試験条件やシステム適合性デ
2734 ータなども記載すること。なお、赤外吸収スペクトル、核磁気共鳴スペクトル等のスペクトルでは帰属
2735 も記載し、液体クロマトグラフィーなどにおいては分析法バリデーションも提出すること。

2736 ④ 試験に用いた機器など（測定機器、カラム、薄層板、特殊試薬等を含む）の具体的名称（銘柄名等）も
2737 記載すること。特に、水分測定用試液（容量滴定法）又は水分測定用陽極液及び陰極液（電量滴定法）
2738 についてはその銘柄名を必ず記載すること。

2739 ⑤ 不純物の本質が特定されている場合には、不純物の化学名、構造式のほか、該当する場合にはクロマト
2740 グラフィーにおける感度係数等を記載すること。

2741 4) 日本薬局方標準品の保存方法及び安定性に関する資料

2742 作成方法：「様式-標 4」を用いて作成する。

2743 作成上の留意事項

- 2744 ① 標準品原料提供者における自家標準物質の実際の保存方法による保存条件及び保存容器を記載する。
2745 ② 安定性のデータは標準品原料提供者の実際の保存方法におけるデータを記載すること。
2746 ③ 安定性データには、試験方法（試験条件を含む）を明示し、クロマトグラムなどのデータも添付すること。
2747
2748 ④ 密封容器を使用する場合や冷蔵又は冷凍保存である場合には、保存方法の設定理由を記載すること。なお、安定性試験に基づいて設定した場合はその根拠となったデータ（適切な時点におけるクロマトグラム等を含む）を別に添付すること。
2749
2750
2751 ⑤ 標準品の取扱いにおいて留意すべき性質を洩れなく記載すること。
2752 ⑥ その他の項には、「酸化を受けやすいので不活性ガス置換して保存する必要がある」などの標準品の取扱い及び保存上留意すべき性質について記載すること。
2753

2754 **5) 日本薬局方標準品原料の精製法に関する資料**

2755 作成方法：「様式-標 5」を用いて作成する。

2756 作成上の留意事項

- 2757 ① 入手した原料の品質が標準品としての品質に相応しくないと判断された場合に、標準品製造機関は精製などを行うことがあるので、その参考としての精製法を記載すること。
2758
2759 ② 当該標準品原料の精製法が極めて特殊な技術を要する場合、精製法が知的財産権の範疇にある場合、又は精製の必要がある場合に原料提供者が精製することを確約できる場合などにあつては、その旨を備考欄に記載することによって、「精製法」欄の記載を省略することができる。
2760
2761

2762 **6) 日本薬局方標準品原料の供給に関する資料**

2763 作成方法：「様式-標 6」を用いて作成する。

2764 作成上の留意事項

- 2765 ① 標準品に相応しい品質の原料を供給可能な提供者及び提供要件について記載すること。
2766 ② 供給可能量は、「〇〇 ～ 〇〇 g」、「〇〇 g 以下」のような記載でも差し支えない。標準品品質標準の試験の実施と標準品製造に、通常、少なくとも 100 g 程度は必要であることを考慮して記載すること。
2767
2768 ③ 価格は、「〇〇 円/g 程度」などの概数でも差し支えない。無償の場合は「無償」と記載すること。
2769 ④ 納期の項には、受注から納品までに要する標準的期間を記載すること。
2770 ⑤ その他の項には、供給予定の標準品原料に関するその他の情報（例：約〇〇 mg ずつをアンプル充填して供給する）や、継続的な供給が見込めない場合にはその旨を記載すること。
2771
2772 ⑥ 万が一供給不可となった場合、代替の提供者についての情報を提供する等、標準品供給に支障がないように協力すること。
2773

2774 （注）提出方法は、**第二部 8. 資料の提出方法**を参照すること。

2775 （備考）

2776 1. 用紙は、日本工業規格 A4 縦とすること。

2777 2. 用紙が 2 枚以上となる場合は、様式ごとに用紙の下に、当該標準品名とページ数を記入すること。

2778 3. 各用紙の欄外に記載された（備考）及び「記載上の留意点」は提出資料の作成においては記載する必要はない。
2779

2780

2781
2782
2783
2784

「日本薬局方標準品品質標準」原案総括表

(様式-標1)

平成 年 月 日

原 案 整 理 番 号		＊		
標 準 品 名 称		標準品		
担 当 者 連 絡 先	会 社 名			
	氏名			
	所属部署			
	連絡先住所	〒		
	電話・FAX番号	電話	FAX	
	電子メールアドレス			
適用医薬品各条名* ¹		適用規格項目* ²	試験方法* ³	使用量* ⁴
備 考 * ⁵				

2785
2786
2787
2788
2789
2790
2791
2792
2793
2794
2795

(備考) ＊印の箇所は記入しないこと。

記載上の留意点

*¹：当該標準品の使用が規定されることになる全ての医薬品各条名を網羅的に記載すること。

*²：当該標準品の使用が規定されることになる全ての規格項目を記載すること。

*³：当該標準品の使用が規定されることになる規格項目での試験方法名を記載すること。

*⁴：使用量は局方記載に従って試験を1回実施するのに必要な量を記載すること。

使用量が各条に記載されていない場合は、大略の使用量を括弧書きで示すこと。

乾燥後秤量の場合は、「乾燥後」と記載すること

別途水分測定などの場合には別途測定に必要な量を付記すること

*⁵：省略した様式がある場合は、その理由を記載すること。

2796
2797
2798

「日本薬局方標準品品質標準」原案に関する資料

(様式-標2)

[標準品の名称]
標準品の構造式
[分子式及び分子量] [化学名, CAS 番号]
性状：外観 (色, 形状を記載する.)
確認試験 1. 紫外可視吸収スペクトルによる確認試験法 2. 赤外吸収スペクトルによる確認試験法 3. 核磁気共鳴スペクトルによる確認試験法 (全てのプロトンシグナルを規定する. 記載方法は科学論文の標準的な書き方に従う.) 4. 薄層クロマトグラフィーによる確認試験法 5. 対イオンの確認試験法 (原則として1, 2及び3の試験法を設定し, 必要に応じて5の試験法を設定し, 用途試験法に応じて4の試験法を設定する. 感度係数が0.7 ~ 1.3を超えない場合であっても, 感度係数を設定する.)
示性値 1. 融点 2. 旋光度 3. その他 (必要に応じて1, 2, 又は3を設定する.)
純度試験 1. 類縁物質 (原則として液体クロマトグラフィーによる試験法を設定し, 用途試験法に応じて薄層クロマトグラフィーによる試験法も設定する. 感度係数が0.7 ~ 1.3を超えない場合であっても, 感度係数を設定する.) 2. 残留溶媒 (必要に応じて, ガスクロマトグラフィー又は液体クロマトグラフィーによる試験法を設定する.)
乾燥減量又は水分 (医薬品各条での用途に応じていずれかを設定する.)
定量法 (滴定法などによる絶対定量法を設定する. 自家標準物質をマスバランス法で評価している場合であっても, 絶対定量法がある場合はその方法を設定する.)
貯法 保存条件 容器 (自家標準物質の実際の保存条件及び容器を記載することで差し支えないが, 安定性試験に基づいて設定する場合は貯法の根拠となったデータを様式-標4に添付すること.)

2799 (備考) 作成にあつては, 書式の外枠を設定する必要はない.

2800 記載上の留意点

- 2801 ① 標準品原料候補の品質評価に必要なデータを得るために実施すべき品質試験項目とその試験方法を記載
2802 すること.
2803 ② 試験方法には, 品質試験を支障なく実施するのに必要な事項を洩れなくできるだけ詳細に記載すること.
2804 ③ 試験方法の記載においては, 日局の記載方法に拘束されことなく, 特殊な試薬などを銘柄名により指

2805 定しても差し支えない。

2806 ④ 標準品原料候補を製造機関に供給する際は、様式-標 2 に従った試験成績を添付することが望ましい。

2807

2808

標準品品質標準に基づいた実測値に関する資料

2809

(様式-標3)

2810

原案整理番号	*	標準品名		担当者	
試料明細	試料番号 (ロット番号) :				
項 目		原案によるデータ			
性状	色 形状				(解説)
確認試験	(1) UV 法 (2) IR 法 (3) NMR 法 (4) TLC 法 (5) 対イオン				
旋光度 融点 その他					
純度試験	(6) 類縁物質 (7) 残留溶媒 (8) その他				
乾燥減量 又は 水分					
定量法	滴定法				

2811

(備考) *印の箇所は記入しないこと。

2812

記載上の留意点

2813

① 標準品相当品又は現在使用している自家標準物質の品質試験実測値を記載する。

2814

② 数値結果で評価する試験については、適否の評価結果ではなく、実測データなどを記載すること。

2815

③ HPLC の試験条件やシステム適合性データ、スペクトル、クロマトグラム等も記載すること。

2816

④ 試験に用いた機器等 (測定機器、カラム、薄層板、特殊試薬等を含む) の具体的名称 (銘柄名など) も記載すること。特に、水分測定用試液 (容量滴定法) 又は水分測定用陽極液及び陰極液 (電量滴定法) についてはその銘柄名を必ず記載すること。

2817

2818

2819

⑤ 不純物の本質が特定されている場合には、不純物の化学名、構造式等を記載すること。

2820

⑥ 本資料のために新たに試験を実施することなく、自家標準物質確立時のデータを提出しても差し支えない。

2821

2822

2823

日本薬局方標準品の保存方法及び安定性に関する資料

2824 (様式-標4)

原案整理番号	*
標準品名称	標準品

2825

保存容器* ¹				
保存条件* ¹				
上記の保存容器、保存条件における安定性（不純物量などの経時変化）* ²				
不純物総量* ³ (%)	初期値	月	月	月
	試験方法：			
水分／乾燥減量 (%)	初期値	月	月	月
保存方法の設定理由* ⁴				
その他のコメント				

2826

吸湿性	有	無
	根拠データ：	
光安定性		
その他* ⁵		

2827 (備考) *印の箇所は記入しないこと。

2828 記載上の留意点

2829 *1：標準品原料提供者における自家標準物質の実際の保存方法による保存条件及び保存容器を記載する。

2830 *2：安定性のデータは標準品原料提供者の実際の保存方法におけるデータを記載すること。クロマトグラム等は別に添付する。

2831 *3：不純物のデータには、試験方法を明示すること。

2832 *4：密封容器を使用する場合や冷蔵又は冷凍保存である場合には、保存方法の設定理由を記載すること。なお、安定性試験に基づいて設定した場合は貯法の根拠となったデータ（適切な時期におけるクロマトグラムなどを含む）を別に添付すること。

2833 *5：その他の項には、「酸化を受けやすいので不活性ガス置換して保存する必要がある」などの標準品の取扱い及び保存において留意すべき性質について記載すること。

2837

2838

2839

日本薬局方標準品原料の精製法に関する資料

2840 (様式-標5)
2841

標準品名称	標準品
精製法	
備考	

2842 記載上の留意点
2843 「精製法」を記載しない場合は、備考欄にその理由を記載すること。
2844

2845

日本薬局方標準品原料の供給に関する資料

2846

(様式-標6)

2847

原 案 整 理 番 号		*	
標 準 品 名 称		標準品	
標準 品原 料提 供者 及び 連絡 先 *1	会 社 名		
	担当者氏名		
	所属部署		
	連絡先住所	〒	
	電 話 ・ F A X 番 号	電話	FAX
	電 子 メ ー ル ア ド レ ス		
供 給 可 能 量 *2			
価 格 *3			
納 期 *4			
そ の 他 *5			
備 考			

2848

(備考) *印の箇所は記入しないこと。

2849

記載上の留意点

2850

*1: 標準品としての品質に相応しい原料の供給可能な提供者について記載し、標準品原料の品質や入手等に関する問い合わせに対応できる担当者及び連絡先を記入する。

2851

2852

*2: 供給可能量は、1回の供給依頼に対して対応できる量の概数を記載し、「〇〇 ~ 〇〇 g」, 「〇〇 kg 以下」のような記載でも差し支えない。標準品品質標準の試験の実施と標準品製造に、通常、少なくとも100 g 程度は必要であることを考慮して記載すること。

2853

2854

2855

*3: 価格は「〇〇 円/g 程度」などの概数でも差し支えない。無償の場合は「無償」と記載すること。

2856

*4: 受注から納品までに要する標準的期間を記載すること。

2857

*5: その他の項には、供給予定の標準品原料に関するその他の情報(例: 約〇〇 mg ずつをアンプル充填して供給する)や、継続的な供給が見込めない場合にはその旨を記載すること。

2858

2859

2860

2861 別添 2

2862

「標準品品質標準」原案の提出資料とその作成方法

2863

(生物薬品 (バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品) 標準品)

2864

日本薬局方 (生物薬品 (バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品)) 標準品品質標準の原案提出にあたっては、以下の 1) から 4) の資料を様式-標生 1 ~ 標生 4 に従って作成し提出すること。

2865

2866

資料の提出にあたっては、様式-標生 1 から様式-標生 4 の紙媒体と電子媒体の両方の資料を医薬品各条原案と同様に提出すること。

2867

2868

1) 「日本薬局方標準品品質標準」原案の総括表

2869

作成方法: 「様式-標生 1」を用いて作成する。

2870

作成上の留意事項

2871

① 省略した様式がある場合は、備考欄にその理由を記載すること。

2872

② 「適用医薬品各条名」欄には、当該標準品の使用を規定する全ての医薬品各条について網羅的に記載すること。

2873

2874

③ 「適用規格項目」欄には、当該標準品の使用が規定される全ての規格項目を記載すること。

2875

④ 「試験方法」欄には、当該標準品の使用が規定される規格項目の試験方法を簡略記載すること。

2876

⑤ 「使用量」欄には、医薬品各条の記載に従って試験を 1 回実施するのに必要な量を記載すること。使用量が医薬品各条に記載されていない場合は、大略の使用量を括弧書きで示すこと。乾燥後秤量の場合は、「乾燥後」と記載すること。また、別途水分を測定する場合などでは、別途測定に必要な量を付記すること。

2877

2878

2879

2880

2) 「日本薬局方標準品品質標準」原案に関する資料

2881

作成方法: 「様式-標生 2」を用いて作成する。

2882

作成上の留意事項

2883

① 標準品確立時に標準品原料候補の品質評価に必要なデータを得るために実施すべき品質試験項目とその試験方法を記載すること。

2884

② 標準品の単位の値付けの方法 (単位の定義設定の経緯も含む) 及び標準品の更新の方法について記載すること。

2885

2886

③ 貯法の保存条件及び保存期間に関する情報を記載すること。

2887

④ 適切な国際標準品がある場合については、国際標準品を基準に品質標準の設定を行う。

2888

⑤ 適切な国際標準品などが無い場合については、承認書に規定されている標準物質の規格に基づき、品質標準を設定する。

2889

⑥ 医薬品各条とは目的を異にするものであるため、試験方法などの記載は日局原案作成要領に従う必要はない。

2890

2891

⑦ 試験方法には、品質試験を支障なく実施するのに必要な事項を洩れなく記載すること。

2892

⑧ 試験方法の記載においては、日局の記載方法に拘束されることなく、特殊な試薬、カラム等を銘柄名で記載しても差し支えない。

2893

2894

2895

⑨ 必要に応じて、標準品の日局各条における用途試験への適合性を確認する試験項目と方法を記載すること。また、可能な場合、適否の判定基準も記載すること。

2896

2897

2898

3) 標準品品質標準に基づいた実測値に関する資料

2899

作成方法: 「様式-標生 3」を用いて作成する。

2900

作成上の留意事項

2901

① 標準品相当品又は現在使用している自家標準物質の品質試験実測値を記載すること。

2902

② 数値結果で評価する試験については、適否の評価結果ではなく、各試験の測定値などを記載すること。

2903

③ 液体クロマトグラフィーを用いた場合、代表的なクロマトグラム、試験条件やシステム適合性データなども記載すること。

2904

2905

④ 試験に用いた機器など (測定機器、カラム、特殊試薬などを含む) の具体的名称 (銘柄名など) も記

- 2906 載すること。
2907 ⑤ 不純物が特定されている場合、関係データを記載すること。
2908 ⑥ 本資料のために新たに試験を実施することなく、自家標準物質確立時のデータを提出しても差し支え
2909 ない。自家標準物質確立時と異なる新規の品質標準を設定する場合には新規の品質標準に基づくデー
2910 タも提出すること。

2911 4) 日本薬局方標準品原料の供給に関する資料

2912 作成方法：「様式-標生4」を用いて作成する。

2913 作成上の留意事項

- 2914 ① 標準品に相応しい品質の原料を供給可能な提供者及び提供要件について記載すること。
2915 ② 供給可能量は、「〇〇 ～ 〇〇 g」, 「〇〇 g 以下」のような記載でも差し支えない。
2916 ③ 価格は、「〇〇 円/g 程度」などの概数でも差し支えありません。無償の場合は「無償」と記載する
2917 こと。
2918 ④ 納期の項には、受注から納品までに要する標準的期間を記載すること。
2919 ⑤ その他の項には、供給予定の標準品原料に関するその他の情報（例：約〇〇 mg ずつをアンプル充填
2920 して供給する）や、継続的な供給が見込めない場合にはその旨を記載すること。

2921 （注）提出方法は、**第二部 8. 資料の提出方法**を参照すること。

2922 （備考）

- 2923 1. 用紙は、日本工業規格 A4 縦とすること。
2924 2. 用紙が2枚以上となる場合は、様式ごとに用紙の下に、当該標準品名とページ数を記入すること。
2925 3. 各用紙の欄外に記載された（備考）及び「記載上の留意点」は提出資料の作成においては記載する必要は
2926 ない。
2927