

錠剤, カプセル剤	<ul style="list-style-type: none"> ・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) 	<ul style="list-style-type: none"> ・崩壊性 (口腔内崩壊錠)
顆粒剤, 散剤	<ul style="list-style-type: none"> ・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%以下の場合には崩壊性は規定しない) 	
経口服液	<ul style="list-style-type: none"> ・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	<ul style="list-style-type: none"> ・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%以下の場合には崩壊性は規定しない) 	
経口ゼリー剤	<ul style="list-style-type: none"> ・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) 	<ul style="list-style-type: none"> ・崩壊性
口腔用錠剤	<ul style="list-style-type: none"> ・製剤均一性 	<ul style="list-style-type: none"> ・溶出性又は崩壊性
口腔用スプレー剤		<ul style="list-style-type: none"> ・噴霧量の均一性 (定量噴霧式製剤)
含嗽剤	<ul style="list-style-type: none"> ・製剤均一性 (分包品に規定する) 	
注射剤	<ul style="list-style-type: none"> ・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) 	<ul style="list-style-type: none"> ・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	<ul style="list-style-type: none"> ・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) 	<ul style="list-style-type: none"> ・製剤の均一性 (用時溶解して用いるもの)
吸入剤		<ul style="list-style-type: none"> ・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	<ul style="list-style-type: none"> ・無菌 ・不溶性異物 ・不溶性微粒子 	<ul style="list-style-type: none"> ・粒子径 (懸濁した製剤の最大粒子径)
眼軟膏剤	<ul style="list-style-type: none"> ・無菌 ・金属性異物 	<ul style="list-style-type: none"> ・粒子径 (製剤に分散した固体の最大粒子径)
点耳剤	<ul style="list-style-type: none"> ・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
錠錠，錠用坐剤	・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．乳化又は懸濁したものを除く．）	
スプレー剤		・噴霧量の均一性（定量噴霧式製剤）
貼付剤	・製剤均一性（経皮吸収型製剤に規定する）	・粘着性 ・放出性
丸剤	・崩壊性	

1556 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
1557 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
1558 る場合もある。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。

1559 3.19.1.2 エンドトキシン試験の設定

1560 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
1561 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
1562 付資料に記載する。

1563 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
1564 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
1565 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
1566 シン試験を設定する。

1567 3.19.1.3 製剤均一性試験の設定

1568 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
1569 差試験を設定する。ただし、顆粒剤、散剤、経口服液剤、シロップ剤、含嗽剤、外用固形剤、外用液剤の分包品
1570 の製剤均一性試験は、含量均一性試験を設定する。

1571 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
1572 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
1573 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、
1574 「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
1575 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
1576 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
1577 については、質量偏差試験を設定できる。

1578 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
1579 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。

1580 3.19.1.4 溶出試験の設定

1581 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
1582 を設定する。溶出性の規格設定では、パドル法の回転数50rpmを基本とし、試験液は提出された4液でのプ
1583 ロファイルから判断して水及び溶出試験第2液を優先し、規格値は標準製剤の平均溶出率がプラトーに達した
1584 時点で、15%下位で設定する。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
1585 以上で設定する。判定値としては、承認で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。なお、
1586 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、
1587 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
1588 については溶出規格の設定は要しない。

1589 3.19.2 その他の製剤試験

1590 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、
1591 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
1592 設定する。

1593 3.19.3 製剤試験の記載順

1594 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、

1595 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。

1596 3.19.4 製剤試験の記載方法

1597 製剤試験の各試験項目は，次のように記載する。

1598 **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。

1599 [例] 1) 最大投与量が容量(mL)で規定されている場合

1600 エンドトキシン (4.01) ×EU/mL 未満。

1601 2) 最大投与量が質量 (mg) で規定されている場合

1602 エンドトキシン (4.01) ×EU/mg 未満。

1603 3) 最大投与量が当量 (mEq) で規定されている場合

1604 エンドトキシン (4.01) ×EU/mEq 未満。

1605 4) 最大投与量が生物学的単位で規定されている場合

1606 エンドトキシン (4.01) ×EU/単位未満。

1607 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

1608 エンドトキシン (4.01) ×EU 未満。ただし，脊髄腔内に投与する製品に適用する。

1609 **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。

1610 [例] 金属性異物 (6.01) 試験を行うとき，適合する。

1611 **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。

1612 [例] 採取容量 (6.05) 試験を行うとき，適合する。

1613 **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。

1614 [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。

1615 本品 1 個をとり， $\Delta\Delta\bigcirc\bigcirc$ 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， $\Delta\Delta\bigcirc\bigcirc$ mL
1616 を加えて $\bigcirc\bigcirc$ 分間激しく振り混ぜた後， $\Delta\Delta$ を加えて正確に $\bigcirc\bigcirc$ mL とし，ろ過する。初めのろ液 $\bigcirc\bigcirc$ mL
1617 を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，1 mL 中に $\bigcirc\bigcirc$ (分子式)約 $\bigcirc\bigcirc$ μg を含む液となるように $\Delta\Delta$ を加
1618 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。)

1619 [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。

1620 本品 1 包をとり，内容物の全量を取り出し， $\Delta\Delta\bigcirc\bigcirc$ mL を加えて \dots 試料溶液とする。(分包品
1621 の場合)

1622 [例] 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき，適合する。

1623 [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
1624 する。

1625 本品 1 個をとり， $\Delta\Delta\bigcirc\bigcirc$ 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， $\Delta\Delta\bigcirc\bigcirc$ mL
1626 を加えて $\bigcirc\bigcirc$ 分間激しく振り混ぜた後， $\Delta\Delta$ を加えて正確に $\bigcirc\bigcirc$ mL とし，ろ過する。初めのろ液 $\bigcirc\bigcirc$ mL
1627 を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，1 mL 中に $\bigcirc\bigcirc$ (分子式)約 $\bigcirc\bigcirc$ μg を含む液となるように $\Delta\Delta$ を加
1628 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。)

1629 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
1630 載する。

1631 [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 : $\bigcirc\bigcirc$)

1632 [例] 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき，適合する。(T : $\bigcirc\bigcirc$)

1633 **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。

1634 [例] 微生物限度 (4.05) 本品 1 mL 当たり，絶対好気性微生物数の許容基準は 10^2 CFU，総真菌数の許容基
1635 準は 10^1 CFU である。また，大腸菌を認めない。

1636 **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。

1637 [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。

1638 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
1639 載する。

1640 [例] 不溶性異物 (6.11) 試験を行うとき，適合する。

1641 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。

1642 [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。

1643 **不溶性微粒子**

1644 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。

1645 [例] 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

1646 [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。

1647 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。

1648 [例] 不溶性微粒子 (6.08) 試験を行うとき、適合する。

1649 **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。

1650 [例] 崩壊性 (6.09) 試験を行うとき、適合する。

1651 [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。

1652 **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。

1653 [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。

1654 **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。

1655 試験液は、試験条件に関する規定中に、試験液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「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。

1656 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」と記載する。

1659 溶出試験法に従い試験を行う場合、次のように記載する。

1660 [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×分間の溶出率は×%以上である。

1662 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 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液× mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に……とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、……を測定する。

1665 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に○○を用い、フローズルーセル法により、大型(又は小型)フローズルーセルを用い、脈流のある(又は無い)送液ポンプで毎分×× mL で送液して試験を行うとき、本品の×分間の溶出率は××%以上である。

1668 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、それぞれ次のように記載する。

1670 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に○○ × mL を用い、○○法により、毎分×回転で試験を行うとき、× mg 錠の×分間の溶出率は×%以上であり、× mg 錠の×分間の溶出率は×%以上である。

1672 [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×分間のQ値は×%である。

1674 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、次のように記載する。

1676 [例] 本品の○○(分子式)約× 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…

1677 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ないもの場合にはその形状を規定する。

1679 [例] 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第×液 × mL を用い、シンカーを使用して、パドル法により、毎分×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。

1681 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。

1682 [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 × mL 以上をとり、孔径× μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 × mL 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試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。

1685 また、計算式は次のように記載する。

1686 [例] 抗生物質

1687 セフテラム(C₁₆H₁₇N₉O₅S₂)の表示量に対する溶出率(%)

1688 = $M_s \times A_T / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 90$

1689 M_s: セフテラムピボキシルメシレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

1690 C: 1錠中のセフテラム(C₁₆H₁₇N₉O₅S₂)の表示量[mg(力価)]

1691 腸溶性製剤の場合：
1692 〔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、
1693 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、
1694 試験液に溶出試験第 2 液を用いた場合の 90 分間の溶出率は 80%以上である。
1695 本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 以下のメンブ
1696 ランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、……

1697 徐放性製剤の場合：
1698 〔例〕 溶出性 (6.10) 試験液に〇〇× 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
1699 ×時間、×時間及び×時間の溶出率はそれぞれ×～×%、×～×%及び×%以上であり、判定法 1 に従
1700 う。

1701 3.20 その他の試験

1702 3.20.1 その他の試験の設定

1703 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
1704 量、タンパク質量、比活性、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
1705 に直接関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
1706 設定する。

1707 3.20.2 その他の試験の記載順

1708 記載の順は項目名の五十音順とする。

1709 3.21 定量又は成分の含量

1710 3.21.1 定量法

1711 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。

1712 3.21.2 定量法の設定

1713 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。
1714 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。

1715 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、
1716 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。

1717 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
1718 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。

1719 3.21.2.1 製剤の定量法

1720 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。

1721 原則として試料 20 個以上を取って粉末にする試験方法とする。ただし、吸着性があるもの、均一に粉碎でき
1722 ないもの、吸湿性が著しいもの又は健康被害を引き起こす可能性があるものなどは、その合理的理由、科学的
1723 根拠資料（吸着及び吸湿、ばらつきなど）を提出した上で試料の全量を溶解させる試験方法で設定してもよい
1724 が、試料の量は、原則として 20 個以上とする。

1725 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
1726 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。

1727 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
1728 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
1729 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
1730 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
1731 て設定する。

1732 3.21.3 タンパク質性医薬品の定量法

1733 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）
1734 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
1735 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。

1736 3.21.4 試験溶液の分割採取又は逆滴定の場合の記載

1737 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
1738 場合は「正確に」という言葉を付ける。

1739 〔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…」

- 1740 3.21.5 試験に関する記載
1741 滴定法の空試験については、次のように記載する。
1742 直接滴定の場合 「同様の方法で空試験を行い、補正する」
1743 逆滴定の場合 「空試験を行う」
- 1744 3.21.6 滴定における対応量の記載
1745 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。
1746 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。
- 1747 3.21.7 滴定の終点に関する記載
1748 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
1749 る。
1750 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
1751 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なるときとする。」と
1752 記載する。
- 1753 3.21.8 滴定において用いる無水酢酸/酢酸(100)混液の比率
1754 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
1755 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。
- 1756 3.22 貯法
1757 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。
1758 [例] 貯法
1759 保存条件 遮光して保存する。
1760 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。
1761 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。
- 1762 3.23 有効期間
1763 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。
1764 [例] 有効期間 製造後 24 箇月。
- 1765 3.24 その他
1766 3.24.1 記載の準用における原則
1767 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
1768 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。
- 1769 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
1770 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
1771 載は下記による。
- 1772 4.1 記載事項
1773 「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。
1774 「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。
1775 「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。
- 1776 4.2 試験条件の記載事項及び表記例
1777 「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 ガスク
1778 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範
1779 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、試験方法の設定
1780 根拠の作成に用いたシステムから得た数値を記載する。
1781 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
1782 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
1783 を当該欄に記載すること。
1784

1785 4.2.1 液体クロマトグラフィーの表記例

1786 1) 検出器

1787 [例 1] 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：226 nm)

1788 [例 2] 検出器：可視吸光光度計(測定波長：440 nm 及び 570 nm)

1789 [例 3] 検出器：蛍光光度計(励起波長：281 nm, 蛍光波長：305 nm)

1790 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種類を記載する。

1791 [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ルシリル化シリカゲルを充填する。

1792 [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酸性イオン交換樹脂(架橋度 6%)を充填する。

1796 3) カラム温度

1797 [例] カラム温度：40℃付近の一定温度

1798 4) 反応コイル

1799 [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

1800 5) 冷却コイル

1801 [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

1802 6) 移動相：混液の表記は 2.7.4 による。試薬・試液の項に記載されていない緩衝液・試液を使用する場合、そ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号 (A, B, C・・・) を付す。

1805 [例 1] 移動相：薄めたリン酸(1→1000)/アセトニトリル混液(3：2)

1806 [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 にメタノール 20 mL を加える。

1809 [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。

1810 移動相 B：水/アセトニトリル混液(1：1)

1811 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。

1812 [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

1813

1814 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。

1815 [例] 反応温度：100℃付近の一定温度

1816 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。

1817 [例] 冷却温度：15℃付近の一定温度

1818 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。保持時間と流量を併記するか又は流量のみの記載でもよい。

1820 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。

1821 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。

1822 [例 1] 流量：○○の保持時間が約×分になるように調整する。

1823 [例 2] 流量：毎分 1.0 mL (○○の保持時間約×分)

1824 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「移動相流量と同じ」と記載できる。

1826 [例] 反応液流量：毎分 1.0 mL

1827 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。

1828 [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×倍の範囲

1829 [例 2] 面積測定範囲：試料溶液注入後 40 分間

1830 [例 3] 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後×分まで

1831 4.2.2 ガスクロマトグラフィーの表記例

1832 1) 検出器

1833 [例1] 検出器：水素炎イオン化検出器

1834 [例2] 検出器：熱伝導度検出器

1835 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、
1836 固定相液体の名称、固定相の厚さなどを記載する。

1837 [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
1838 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 m^2/g)を充填する。

1839 [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-メチルシ
1840 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
1841 たものを充填する。

1842 [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
1843 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。

1844 3) カラム温度

1845 [例1] カラム温度：210 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

1846 [例2] カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ を 20 分間、その後、毎分 10 $^{\circ}\text{C}$ で 240 $^{\circ}\text{C}$ まで昇温し、240 $^{\circ}\text{C}$ を 20 分間保持する。

1847 4) 注入口温度：温度管理が重要な場合に記載する。

1848 [例] 注入口温度：140 $^{\circ}\text{C}$

1849 5) 検出器温度：温度管理が重要な場合に記載する。

1850 [例] 検出器温度：250 $^{\circ}\text{C}$

1851 6) キャリヤースガス

1852 [例] キャリヤースガス：ヘリウム

1853 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
1854 しても良い。

1855 [例1] 流量：35 cm/秒

1856 [例2] 流量：〇〇の保持時間が約 \times 分になるように調整する。

1857 8) スプリット比

1858 スプリット比はカラムに流れるキャリヤースガスの流量割合を通例 1 として表示する。

1859 [例1] スプリット比：スプリットレス

1860 [例2] スプリット比：1 : 5

1861 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。

1862 [例] 面積測定範囲：空気のピークの後から〇〇の保持時間の約 \times 倍の範囲

1863 4.3 システム適合性

1864 4.3.1 目的

1865 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
1866 働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
1867 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
1868 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。

1869 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
1870 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
1871 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
1872 ために必要な項目を設定する。

1873 4.3.2 システム適合性の記載事項

1874 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
1875 これらに加えて「検出の確認」が求められる場合がある。

1876 4.3.2.1 検出の確認

1877 「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
1878 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
1879 えていることを検証する。

1880 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%」等、原則として理論値の±30%の幅で規定する。

1883 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。

4.3.2.2 システムの性能

1886 「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。

1888 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準物質）との分離度、及び必要な場合には溶出順を規定する。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、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、必要な場合にはシンメトリー係数を併せて規定する。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、3以上の場合には有効数字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リー係数は、幅で規定する。

1895 「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。

1896 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用しない。

4.3.2.3 システムの再現性

1903 「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。

1906 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。

1911 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い。

1915 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、適切なレベルに設定する。

4.3.3 システム適合性の表記例

4.3.3.1 一般的な表記例

[例1] 定量法

1920 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、その分離度は×.×以上である。

1922 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。

[例2] 定量法

1925 システムの性能：□□□× g及び△△△× gを○○○× mLに溶かす。この液× μLにつき、上記の条件で操作するとき、□□□、△△△の順に溶出し、その分離度は×以上である。

1927 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1.0%以下である。

[例3] 純度試験

1930 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。

1932 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
1933 件で操作するとき、□□□、△△△の順に溶出し、その分離度は×以上である。
1934 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
1935 の相対標準偏差は2.0%以下である。

1936 [例4] 純度試験

1937 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
1938 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
1939 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
1940 確認する。

1941 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
1942 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。

1943 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、□
1944 □□のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

1945 [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）

1946 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○
1947 ○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。

1948 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
1949 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
1950 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
1951 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
1952 （必要に応じて複数の分離度を設定する）。

1953 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
1954 相対標準偏差は×%以下である。

1955 [例6] 純度試験（システム適合性試験用標準品に、原薬○○を含む類縁物質の混合物の場合）

1956 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
1957 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
1958 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。

1959 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
1960 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×
1961 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
1962 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）。

1963 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、○
1964 ○のピーク面積の相対標準偏差は×%以下である。

1965 [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）

1966 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
1967 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
1968 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。

1969 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
1970 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
1971 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
1972 質 C との分離度はそれぞれ×以上である。

1973 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、○
1974 ○のピーク面積の相対標準偏差は×%以下である。

1975 4.3.3.2 「システムの性能」に関する他の表記例

1976 1) 溶出順、分離度及びシンメトリー係数を規定する場合

1977 [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
1978 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
1979 ×.×以下である。

1980 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

1981 [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
1982 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
1983 トリー係数は、それぞれ×段以上、×.×以下である。

- 1984 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
 1985 [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
 1986 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。
 1987 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
 1988 [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
 1989 液× 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
 1990 分離度は×以上であり、□□□のシンメトリー係数は×.×以下である。

1991 4.4 その他の記載例

1992 4.4.1 グラジエント法

1993 [例]

1994 試験条件

1995 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215 nm)

1996 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
 1997 リル化シリカゲルを充填する。

1998 カラム温度：×℃付近の一定温度

1999 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)

2000 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)

2001 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 ~ ×	×	×
× ~ ×	× → ×	× → ×
× ~ ×	×	×

2002 流量：毎分 1.0 mL

2003 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
 2004 : 溶媒のピークの後から注入後×分まで

2005 システム適合性

2006 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
 2007 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。

2008 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
 2009 件で操作するとき、□□□、△△△の順に溶出し、その分離度は×以上である。

2010 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
 2011 の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

2012 4.4.2 構成アミノ酸

2013 一般試験法のタンパク質のアミノ酸分析法を用いる場合は、加水分解の方法、アミノ酸分析の方法、規格
 2014 値並びに操作法として加水分解(複数の方法を組み合わせる等、変法を用いている例があるため、詳細な方
 2015 法を規定する)及びアミノ酸分析の方法の順に記載する。

2016 なお、発色液等は分析装置と一体となっている場合が多いので、詳細な組成比、調製法について必ずしも
 2017 規定する必要はない。

2018 [例] セルモロイキン(遺伝子組換え)確認試験(2)

2019 タンパク質のアミノ酸分析法(2.04)「1.タンパク質及びペプチドの加水分解」の方法 1 及び方法 4 に
 2020 より加水分解し、「2.アミノ酸分析方法」の方法 1 により試験を行うとき、グルタミン酸(又はグルタミ
 2021 ン)は 17 又は 18、トレオニンは 11 ~ 13、アスパラギン酸(又はアスパラギン)は 11 又は 12、リシ
 2022 ンは 11、イソロイシンは 7 又は 8、セリンは 6 ~ 9、フェニルアラニンは 6、アラニンは 5、プロリンは 5 又
 2023 は 6、アルギニン及びメチオニンはそれぞれ 4、システイン及びバリンはそれぞれ 3 又は 4、チロシン及
 2024 びヒスチジンはそれぞれ 3、グリシンは 2 及びトリプトファンは 1 である。

2025 操作法

2026 (i) 加水分解 定量法(1)で得た結果に従い、総タンパク質として約 50 μg に対応する量を 2 本の加水分解管
 2027 にそれぞれとり、減圧で蒸発乾固する。一方に薄めた塩酸(69→125)/メルカプト酢酸/フェノール混液

2028 (100 : 10 : 1) 100 μ Lを加えて振り混ぜる。この加水分解管をバイアルに入れ、バイアル内を薄めた塩酸
2029 (59→125)/メルカプト酢酸/フェノール混液(100 : 10 : 1) 200 μ Lを加えて湿らせる。バイアル内部を不
2030 活性ガスで置換又は減圧して、約115℃で24時間加熱する。減圧乾燥した後、0.02 mol/L塩酸試液0.5 mL
2031 に溶かし、試料溶液(1)とする。もう一方の加水分解管に氷冷した過ギ酸100 μ Lを加え、1.5時間氷冷下で
2032 酸化した後、臭化水素酸50 μ Lを加えて減圧乾固する。水200 μ Lを加えて減圧乾固する操作を2回繰り返
2033 した後、この加水分解管をバイアルに入れ、バイアル内を薄めた塩酸(59→125) 200 μ Lを加えて湿らせる。
2034 バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧して、約115℃で24時間加熱する。減圧乾燥した後、0.02 mol/L
2035 塩酸試液0.5 mLに溶かし、試料溶液(2)とする。別にL-アスパラギン酸60 mg, L-グルタミン酸100 mg,
2036 L-アラニン17 mg, L-メチオニン23 mg, L-チロシン21 mg, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物24 mg, L-
2037 トレオニン58 mg, L-プロリン22 mg, L-シスチン14 mg, L-イソロイシン45 mg, L-フェニルア
2038 ラニン37 mg, L-アルギニン塩酸塩32 mg, L-セリン32 mg, グリシン6 mg, L-バリン18 mg, L-ロ
2039 イシン109 mg, L-リシン塩酸塩76 mg及びL-トリプトファン8 mgを正確に量り、0.1 mol/L塩酸試液に
2040 溶かし、正確に500 mLとする。この液40 μ Lをそれぞれ2本の加水分解管にとり、減圧で蒸発乾固した後、
2041 試料溶液(1)及び試料溶液(2)と同様に操作し、標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする。
2042 (ii) アミノ酸分析 試料溶液(1), 試料溶液(2), 標準溶液(1)及び標準溶液(2)250 μ Lずつを正確にとり、
2043 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、試料溶液(1), 試料溶液(2), 標準溶液(1)及
2044 び標準溶液(2)から得た各アミノ酸のピーク面積から、それぞれの試料溶液 1 mL 中に含まれる構成アミノ
2045 酸のモル数を求め、更にセルモロイキン 1 mol 中に含まれるロイシンを 22 としたときの構成アミノ酸の
2046 個数を求める。

[例]

試験条件

2049 検出器：可視吸光度計 [測定波長：440 nm(プロリン)及び570 nm(プロリン以外のアミノ酸)]

2050 カラム：内径 4 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体
2051 クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(Na型)を充填する。

2052 カラム温度：試料注入時は 57℃の一定温度。一定時間後に昇温し、62℃付近の一定温度

2053 反応槽温度：98℃付近の一定温度

2054 発色時間：約 2 分

2055 移動相：移動相 A, 移動相 B 及び移動相 C を次の表に従って調製後、それぞれにカプリル酸 0.1 mL を加
2056 える。

2057 (表省略)

2058 移動相の送液：移動相 A, 移動相 B 及び移動相 C の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

2059 (表省略)

2060 移動相及びカラム温度の切り替え：アミノ酸標準溶液 0.25 mL につき、上記の条件で操作するとき、アス
2061 パラギン酸, トレオニン, セリン, . . . , アルギニンの順に溶出し、シスチンとバリンの分離度が 2.0
2062 以上、アンモニアとヒスチジンの分離度が 1.5 以上になるように、移動相 A, 移動相 B, 移動相 C を順
2063 次切り替える。また、グルタミン酸とプロリンの分離度が 2.0 以上になるように、一定時間後に昇温す
2064 る。

2065 反応試薬：酢酸リチウム二水和物 408 g を水に溶かし、酢酸(100) 100 mL 及び水を加えて 1000 mL とす
2066 る。この液にジメチルスルホキシド 1200 mL 及び 2-メトキシエタノール 800 mL を加えて(I)液とす
2067 る。別にジメチルスルホキシド 600 mL 及び 2-メトキシエタノール 400 mL を混和した後、ニンヒド
2068 リン 80 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 0.15 g を加えて(II)液とする。(I)液 3000 mL に、20 分間窒素
2069 を通じた後、(II)液 1000 mL を速やかに加え、10 分間窒素を通じ混和する。

2070 移動相流量：毎分約 0.275 mL

2071 反応試薬流量：毎分約 0.3 mL

システム適合性

2073 システムの性能：アミノ酸標準溶液 0.25 mL につき、上記の条件で操作するとき、トレオニンとセリンの
2074 分離度は 1.5 以上である。

4.4.3 昇温ガスクロマトグラフィー

試験条件

2077 検出器：水素炎イオン化検出器

2078 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
2079 用ポリエチレングリコール20Mを厚さ0.25 μ mで被覆する。なお、必要ならば、ガードカラムを使用す

2080 する。
 2081 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。
 2082 注入口温度：140℃付近の一定温度
 2083 検出器温度：250℃付近の一定温度
 2084 キャリヤーガス：ヘリウム
 2085 流量：35 cm/秒
 2086 スプリット比：1：5
 2087 システム適合性
 2088 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
 2089 上である。(注：被検物質が複数の場合)
 2090 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
 2091 の相対標準偏差は15%以下である。

2092 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

2093 5.1 ICP 発光分光分析法

2094 [例]

2095 1) 定量法 本品約○○ mgを精密に量り、○酸△ mLを加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に○
 2096 △ mLとする。この液□ mLを正確に量り、○酸△mL及び水を加えて正確に○× mLとし、試料溶液とする。
 2097 ○酸△ mLに水を加えて正確に○× mLとし、ブランク溶液とする。元素#標準液(× ppm)○ mL、△ mL、
 2098 × mL及び□ mLずつを正確に量り、それぞれに水を加えて正確に○× mLとし、元素#標準溶液(1)、元素#
 2099 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
 2100 (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
 2101 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
 2102 素#の含量を求める。

2103

2104 試験条件

2105 波長：元素# ○○○.○○○ nm

2106 システム適合性

2107 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
 2108 度の相対標準偏差は○%以下である。

2109 2) 純度試験 元素# 本品○○ mgを精密に量り、○酸△ mLを加え、マイクロ波分解装置により加熱、分
 2110 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○× mLとし、試料溶液とする。○
 2111 酸△ mLに水を加えて正確に○× mLとしブランク溶液とする。元素#標準液(× ppm)○ mLを正確に量り、
 2112 ○酸×mLを加えた後、水を加えて正確に○× mLとし、元素#標準原液とする。元素#標準原液○ mL、△ mL、
 2113 × mL及び□ mLずつを正確に量り、それぞれに○酸△ mL及び水を加えて正確に○× mLとし、元素#標準
 2114 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
 2115 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
 2116 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)、
 2117 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、○
 2118 ○ ppm以下である。

2119 試験条件

2120 波長：元素# ○○○.○○○ nm

2121 システム適合性

2122 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
 2123 度の相対標準偏差は○%以下である。

2124 5.2 ICP 質量分析法

2125 [例]

2126 1) 元素#定量法 本品約○○ mgを精密に量り、○酸△ mL及び□酸× mLを加え、ホットプレート上で
 2127 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
 2128 標準溶液□ mLを正確に加えた後、水を加えて正確に○× mLとし、試料溶液とする。○酸△ mLに、□酸×
 2129 mL及び内標準溶液□ mLを正確に加えた後、水を加えて正確に○× mLとし、ブランク溶液とする。元素#
 2130 標準液(× ppm)○ mL、△ mL、□ mL及び× mLずつを正確に量り、○酸△ mL、□酸× mL及び内標準溶

2131 液口 mLをそれぞれ正確に加えた後、水を加えて正確に $O \times$ mLとし、元素#標準溶液(1)、元素#標準溶液(2)、
2132 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
2133 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)
2134 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
2135 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。

2136 内標準溶液 元素\$標準液(\times ppm) Δ mLを正確に量り、水を加えて正確に $\Delta \times$ mLとする。

2137 試験条件

2138 測定 m/z : 元素# m/z O , 元素\$ m/z Δ

2139 システム適合性

2140 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
2141 る元素#のイオンカウント数比の相対標準偏差は $O\%$ 以下である。

2142 2) 純度試験 元素#1, #2 及び #3 本品 $O \times$ mgを精密に量り、 $O \Delta$ mLを加え、マイクロ波分解装
2143 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 O mLを正確に加え、水を加えて
2144 正確に $O \times$ mLとし、試料溶液とする。 $O \Delta$ mLに内標準溶液 O mLを正確に加え、水を加えて正確に $O \times$
2145 mLとしブランク溶液とする。各元素#1, #2及び#3の標準液(\times ppm) O mLずつを正確に量り、 $O \Delta \times$ mL
2146 を加えた後、水を加えて正確に $O \Delta$ mLとし、元素#1, #2及び#3標準原液とする。各元素#1, #2, #3 標
2147 準原液 O mL, Δ mL, \times mL及び \square mLをそれぞれ正確に量り、 $O \Delta$ mL, 内標準溶液 O mLを正確に加
2148 え、水を加えて正確に $O \times$ 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
2149 溶液(4)とする。ただし、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、
2150 ブランク溶液及び各標準溶液(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
2151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#1,
2152 #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)のイオンカウント数の比から各元素#1,
2153 #2 及び #3の含量を求めるとき、各々 $O \cdot O$ ppb以下である。

2154

2155 内標準溶液 元素\$標準液(\times ppm) O μ Lを正確に量り、水を加えて正確に $\Delta \times$ mLとする。

2156 試験条件

2157 測定- m/z : 元素#1 m/z O , 元素#2 m/z Δ , 及び元素#3 m/z \times , 元素\$ m/z \square

2158 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)

2159 システム適合性

2160 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
2161 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 $O\%$ 以下である。

2162 6.その他

2163 6.1 標準品及び標準物質

2164 6.1.1 標準品及び標準物質の定義

2165 標準物質とは医薬品の試験に標準として用いる物質の総称で、試験の目的や用途に相応しい品質であるこ
2166 とが保証されたものである。標準物質のうち、公的に供給される標準物質を標準品という。

2167 6.1.2 標準品の名称

2168 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
2169 「 $O \cdot O \cdot O$ 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
2170 は付さない。

2171 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。

2172 [例]

2173 エストラジオール安息香酸エステル標準品

2174 アスポキシリン標準品 (各条名はアスポキシリン水和物)

2175 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)

2176 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てその用途を付して命名する。

2177 [例]

2178 確認試験用モンテルカストナトリウム標準品 ; モンテルカストナトリウム標準品, 確認試験用

2179 純度試験用 $O \cdot O \cdot O$ 標準品 ; $O \cdot O \cdot O$ 標準品, 純度試験用

2180 純度試験用〇〇類縁物質 B 標準品；〇〇類縁物質 B 標準品，純度試験用
2181 装置校正用シュウ酸カルシウム-水和物標準品；シュウ酸カルシウム-水和物標準品，装置校正用
2182 システム適合性試験用モンテルカスト標準品；モンテルカスト標準品，システム適合性試験用

2183 6.1.3 標準品の使用量

2184 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
2185 場合，その使用量の目安は 20 ～ 50 mg が一般的である。

2186 6.1.4 標準品の設定

2187 標準品は定量法での使用を目的として設定する。確認試験，溶出試験又は製剤均一性試験の含量均一性試
2188 験のみを使用目的とする標準品は，原則として設定しない。

2189 6.1.5 標準品の設定に関する資料の作成

2190 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
2191 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。

2192 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
2193 する。

2194 6.1.6 標準品の用途

2195 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
2196 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
2197 使用できるものがある。

2198 6.1.7 標準品以外の標準物質（定量用試薬等）

2199 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
2200 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。この場合，“〇〇〇，定量用”とし
2201 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“定量用〇〇〇”と記載する。

2202 製剤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
2203 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“薄層クロマトグラフ
2204 ィー用”などの語を冠することができる。

2205 6.2 試薬・試液等

2206 6.2.1 試薬

2207 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
2208 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
2209 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，
2210 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
2211 場合は，JIS 名を併記する。

2212 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
2213 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
2214 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
2215 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
2216 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。

2217 6.2.2 試液

2218 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。

2219 6.2.3 試薬・試液の記載

2220 試薬・試液及び容量分析用標準液の記載方法は「第十六改正日本薬局方」及び下記による。

2221 6.2.3.1 試薬及び試液の名称の原則

- 2222 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。
- 2223 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。
- 2224 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
2225 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。
- 2226 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
2227 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。
- 2228 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。

- 2229 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。
- 2230 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、「○○・エタノール試液」のように濃度を付さない名称とする。
- 2231
- 2232 **6.2.3.2 試薬の名称の記載例**
- 2233 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、
- 2234 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)
- 2235 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
- 2236 いる物質の含量(%)を示す。
- 2237 [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)
- 2238 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。標準品以外
- 2239 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
- 2240 はこれを用いてもよい。
- 2241 4) 特殊な用途の試薬は、「○○用××」とする。
- 2242 [例] 液体クロマトグラフィー用ヘキサン
- 2243 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
- 2244 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
- 2245 だけ記載する。
- 2246 [例] *N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム二塩酸塩
- 2247 6) D, L-符号などを用いる。
- 2248 [例] L-アスコルビン酸
- 2249 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
- 2250 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
- 2251 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。
- 2252 [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
- 2253 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。
- 2254 [例] 酸化鉛(II), 酸化鉛(IV)
- 2255 **6.2.4 試薬・試液の新規設定**
- 2256 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
- 2257 能であればその調製方法を各条中に記載する。
- 2258 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
- 2259 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。
- 2260 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
- 2261 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
- 2262 要はない。
- 2263 **6.2.5 「定量用○○」の新規設定**
- 2264 原薬各条の試験に日本薬局方標準品を使用しないが、製剤各条の試験(確認試験、定量的試験)に各条医薬
- 2265 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。
- 2266 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。
- 2267 「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
- 2268 クロマトグラフィーにより規定されている場合には、液体クロマトグラフィーによる方法に変更するなど、
- 2269 用途に応じた試験方法を必要に応じて設定する。
- 2270 **6.2.6 容量分析用標準液、標準液の新規設定**
- 2271 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。
- 2272

2273 第二部

2274

医薬品各条原案の提出資料とその作成方法

2275 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
2276 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
2277 2, 5, 6の提出は必要ない。

2278 1. 様式1：日本薬局方医薬品各条原案総括表

2279 各項目について正確に記載する。

2280 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
2281 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。

2282 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
2283 番号、FAX番号、電子メールアドレスを必ず記入すること。

2284 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
2285 ドラッグ」と明記すること。

2286 2. 様式2：原案と局外規等との項目ごとの比較表

2287 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
2288 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
2289 り作成する。

2290 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
2291 確に記載すること。ただし、縮小したコピー等を貼付することで差し支えない。

2292 3. 様式3：医薬品各条案

2293 「第一部 第十七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。ただ
2294 し、既収載各条の改正の場合は、改正する項目についてのみ様式3に記載すること（改正しない項目は記載し
2295 ないこと）。

2296 4. 様式4：実測値

2297 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。

2298 【記載するデータについて】

2299 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
2300 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
2301 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
2302 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。溶出性に関しては基本4液性での溶出プ
2303 ロファイル、溶解性、分析法バリデーション（品質再評価終了品目については不要）並びに6ベッセルの個々
2304 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、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝
2305 液、溶出試験第2液、水を用いた場合をいう。

2306 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
2307 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。
2308 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。

2309 5. 様式5：原案と外国薬局方等の他の公定書との比較表

2310 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
2311 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、
2312 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
2313 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
2314 こと。

2315 様式2において、局外規と比較した場合にあつては、局外規の欄の右側に欄を追加して記載することで様
2316 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
2317 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
2318 と。

2319 **6. 様式6：名称及び化学名等**

2320 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。

2321 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、
2322 塩、無水物など関連のものを含めて、記載する。

2323 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。

2324 **7. 標準品に関する資料**

2325 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
2326 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
2327 準」原案を作成する。

2328 **8. 資料の提出方法**

2329 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）を書面で提出すること。

2331 なお、様式3、様式6及び様式-標2の電子ファイル（例えば、MS-Word）を品目毎に作成し、適当な電子
2332 媒体に記録したものを添付すること。また、上記以外の各様式についても適当な電子媒体に記録したものを
2333 添付することが望ましい。

2334

2335
2336
2337
2338
2339

(様式1)

厳重管理

平成 年 月 日

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		

2340
2341
2342
2343
2344
2345

(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。

2346 (様式2)
2347

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) 基原及び含量規格 性状 (以下略)		

2348 (備考)

- 2349 1. 用紙は, 日本工業規格 A4 縦又は横とすること.
- 2350 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.
- 2351 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.
- 2352 4. 試薬・試液も項目の一つとして記載すること.

2353
2354

(様式 3)

	[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

2355
2356
2357
2358
2359

(備考)

1. 用紙は、日本工業規格 A4 縦とすること。
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. 作成にあつては、書式の外枠を設定する必要はないこと。

2360
2361

(様式4)

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		

2362
2363
2364

(備考)

1. 用紙は、日本工業規格 A4 縦とすること。
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。

2365 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
2366 たカラム情報は原案の意見公募時に開示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
2367 すること。
2368

2369
2370

(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		

2371
2372
2373
2374
2375
2376
2377

(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。

1464 びその混在量の限度又は混在量を規定するための試験法を設定する。分解物が生成する場合は、規格設定の
1465 根拠を示すデータを添付すること。

1466 3.17 乾燥減量、水分又は強熱減量

1467 3.17.1 乾燥減量又は水分の設定

1468 乾燥減量を設定する場合は、乾燥条件下で試料が分解しないことを確認する（乾燥した試料をほかの試験に
1469 用いることができる乾燥条件を設定する）。また、乾燥したものの吸湿性が著しい場合は、各試験操作の中で
1470 吸湿を避けるなどの記載を行う。

1471 乾燥条件で医薬品が分解する場合には、原則として水分を設定する。

1472 水和物の場合は、原則として水分を設定し、規格値は幅で規定する。

1473 用量が微量な医薬品の場合にあつては、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
1474 で支障のない場合には、設定を省略しても差し支えない。

1475 3.17.2 乾燥減量

1476 3.17.2.1 乾燥減量試験

1477 乾燥減量試験は、乾燥することによって失われる医薬品中の水分、結晶水の全部又は一部及び揮発性物質
1478 などの量を測定するものであり、乾燥減量試験法又は熱分析法の第2法により試験を行う。ただし、生薬等に
1479 ついては、生薬試験法の乾燥減量により試験を行う。

1480 3.17.2.2 乾燥減量試験法による場合の記載

1481 乾燥減量試験法により規定する場合は、次のように記載する。乾燥減量の規格値の記載は付表（乾燥減量及
1482 び強熱残分の％記載法）による。

1483 【例】 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1 g, 105℃, 3時間)。

1484 これは「本品約1gを精密に量り、乾燥器に入れ、105℃で、3時間乾燥するとき、その減量は0.5%以下
1485 である」を意味する。

1486 【例】 乾燥減量 (2.41) 4.0%以下[0.5 g, 減圧, 酸化リン(V), 110℃, 4時間]。

1487 これは「本品約0.5gを精密に量り、酸化リン(V)を乾燥剤とした乾燥器に入れ、2.0 kPa以下の減圧で、
1488 110℃, 4時間乾燥するとき、その減量は4.0%以下である」を意味する。

1489 3.17.2.3 熱分析法第2法による場合の記載

1490 熱分析法第2法により規定する場合は、次のように記載する。

1491 【例】 乾燥減量 本品約○ mgにつき、次の操作条件で熱分析法 (2.52) の第2法により試験を行うとき、
1492 △%以下である。

1493 操作条件

1494 加熱速度：毎分5℃

1495 測定温度範囲：室温～200℃

1496 雰囲気ガス：乾燥窒素

1497 雰囲気ガスの流量：毎分40 mL

1498 なお、規格値は小数第1位まで規定する。

1499 3.17.3 水分

1500 3.17.3.1 水分測定

1501 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
1502 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
1503 合、電量滴定法の採用を検討する。

1504 3.17.3.2 水分の記載

1505 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
1506 記載する。

1507 【例】 水分 (2.48) 4.0～5.5%(0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

1508 これは「本品約0.2g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
1509 ある」を意味する。

1510 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
1511 記載する。

- 1512 3.17.4 強熱減量
- 1513 3.17.4.1 強熱減量試験
- 1514 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
- 1515 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。
- 1516 3.17.4.2 強熱減量の記載
- 1517 強熱減量は、次のように記載する。
- 1518 [例] 強熱減量 (2.43) 12.0%以下(1g, 850 ~ 900℃, 恒量)。
- 1519 これは「本品約1g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
- 1520 下である」を意味する。
- 1521 3.17.5 製剤の乾燥減量、水分又は強熱減量の設定
- 1522 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
- 1523 に影響を及ぼす場合に原薬に準じて設定する。
- 1524 3.18 強熱残分、灰分又は酸不溶性灰分
- 1525 3.18.1 強熱残分、灰分又は酸不溶性灰分の設定
- 1526 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
- 1527 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
- 1528 属塩の場合は、原則として設定する必要はない。
- 1529 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
- 1530 で支障のない場合には、設定を省略しても差し支えない。
- 1531 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
- 1532 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。
- 1533 3.18.2 強熱残分、灰分又は酸不溶性灰分の記載
- 1534 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
- 1535 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
- 1536 で記載する。
- 1537 [例] 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。
- 1538 これは「本品約1g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
- 1539 である」を意味する。
- 1540 [例] 灰分 (5.01) 5.0%以下。
- 1541 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。
- 1542 [例] 酸不溶性灰分 (5.01) 3.0%以下。
- 1543 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
- 1544 る。
- 1545 3.19 製剤試験
- 1546 3.19.1 製剤試験の設定
- 1547 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
- 1548 製剤試験設定の基本的な考え方を示す。
- 1549 3.19.1.1 製剤総則に規定された試験の設定
- 1550 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。
- 1551 吸入剤などのように「適切な○○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
- 1552 の設定について」（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試験の設
- 1553 定を検討する。ただし、「適切な○○性」とした製剤特性においては、製造販売承認書に規定されていないも
- 1554 のは設定する必要はない。
- 1555 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○○性」とした製剤特性など設定 を検討すべき項目例

2378
2379

(様式6)

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
CAS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

2380
2381
2382
2383
2384

(備考)

1. 用紙は, 日本工業規格 A4 縦とすること.
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. 作成にあつては, 書式の外枠を設定する必要はないこと.

2385 別添 1
2386

「標準品品質標準」原案の提出資料とその作成方法

2387 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
2388 作成して提出すること。

2389 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
2390 様に提出すること。

2391 1) 「日本薬局方標準品品質標準」原案の総括表

2392 作成方法：「様式-標 1」を用いて作成する。

2393 作成上の留意事項

- 2394 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。
2395 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
2396 ること。
2397 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。
2398 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。
2399 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
2400 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
2401 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。

2402 2) 「日本薬局方標準品品質標準」原案に関する資料

2403 作成方法：「様式-標 2」を用いて作成する。

2404 作成上の留意事項

- 2405 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
2406 すること。
2407 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。
2408 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。
2409 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。
2410 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
2411 載しても差し支えない。
2412 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。

2413 3) 標準品品質標準に基づいた実測値に関する資料

2414 作成方法：「様式-標 3」を用いて作成する。

2415 作成上の留意事項

- 2416 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。
2417 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。
2418 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
2419 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吸収
2420 の帰属も記載し、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。
2421 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）の具体的な名称（銘柄名等）も
2422 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）
2423 についてはその銘柄名を必ず記載すること。
2424 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。

2425 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

2426 作成方法：「様式-標 4」を用いて作成する。

2427 作成上の留意事項

- 2428 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。

- 2429 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。
2430 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。
2431
2432 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。
2433
2434 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。
2435 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。
2436
2437

2438 5) 日本薬局方標準品原料の精製法に関する資料

2439 作成方法：「様式-標5」を用いて作成する。

2440 作成上の留意事項

- 2441 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。
2442
2443 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。
2444
2445

2446 6) 日本薬局方標準品原料の供給に関する資料

2447 作成方法：「様式-標6」を用いて作成する。

2448 作成上の留意事項

- 2449 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。
2450 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100g程度は必要であることを考慮して記載すること。
2451 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。
2452 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。
2453 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。
2454 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。
2455
2456
2457

2458 (注) 提出方法は、第二部 8. 資料の提出方法を参照すること。

2459 (備考)

2460 1. 用紙は、日本工業規格 A4 縦とすること。

2461 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。

2462 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。
2463
2464

2465
2466
2467
2468

「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}				

2469 (備考) *印の箇所は記入しないこと。

2470 記載上の留意点

2471 *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。

2472 *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。

2473 *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。

2474 *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。

2475 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。

2476 乾燥後秤量の場合は、「乾燥後」と記載すること

2477 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

2478 *5: 省略した様式がある場合は、その理由を記載すること。

2479