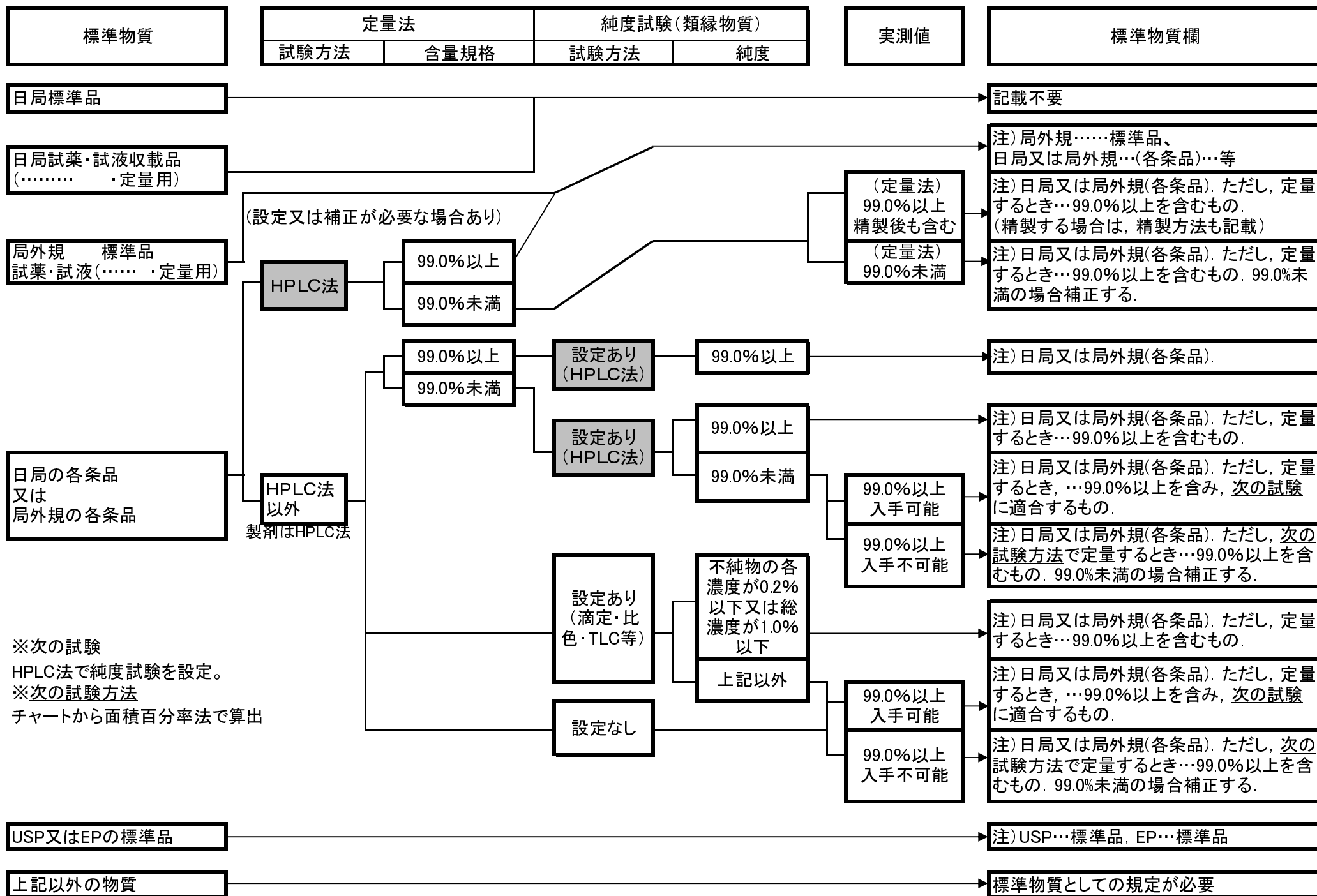


標準物質欄の記載方法



日局標準品等のない成分を定量用標準物質として使用する場合の純度試験の記載方法

・最新の日本薬局方の定量用試薬、各条品の純度試験の類縁物質の記載を参照。

<HPLCによる純度試験の設定例>

別紙規格〇〇について

①含量が99.0%以上のものが入手可能な場合は自動積分法により純度試験を設定

(記載例)

別紙規格〇〇。ただし、定量するとき、〇〇(分子式:分子量)99.0%以上を含み、次の試験に適合するもの。

純度試験 類縁物質

別紙規格〇〇▽▽mgを(溶媒名)▽▽mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mL^{※1}を正確に量り、(溶媒名)を加えて正確に100mL^{※1}とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液▽▽μL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。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の〇〇以外のピークの合計面積は、標準溶液の〇〇のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法(番号)の試験条件を準用する。

面積測定範囲: <溶媒のピークの後から>〇〇の保持時間の約▽倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、(溶媒名)を加えて正確に10mL^{※2}とする。この液▽▽μLから得た〇〇のピーク面積が、標準溶液の〇〇のピーク面積の7~13%^{※2}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、〇〇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}

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、〇〇のピーク面積の相対標準偏差は▽.▽%以下である。

※1この操作の希釈率を100倍以上にする必要あり。

※2試験法により適宜設定する。設定幅は±30%(1mL→20mLの場合は3.5~6.5%)

※3試験法により分離度及び溶出順でも設定可能。

※システムの性能は定量法を準用できる場合あり。

(例)システムの性能は定量法(番号)のシステム適合性を準用する。(システム適合性の次の位置に記載する。)

② 含量が99.0%以上のものが入手困難な場合は面積百分率法により純度試験を設定

(記載例)

別紙規格○○. ただし、次の試験方法により定量するとき、○○(分子式:分子量)99.0%以上を含むもの、99.0%未満の場合は補正する。

別紙規格○○▽▽mgを(溶媒名)▽▽mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液▽▽ μ L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う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により○○の量を求める。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法(番号)の試験条件を準用する。

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

システム適合性

検出の確認: 試料溶液1mL^{※1}を正確に量り、(溶媒名)を加えて正確に100mL^{※1}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1mLを正確に量り、(溶媒名)を加えて正確に10mL^{※2}とする。この液▽▽ μ L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7~13%^{※2}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溶液▽▽ μ L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。^{※3}

システムの再現性: システム適合性試験用溶液▽▽ μ L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。

※1 この操作の希釈率を100倍以上にする必要あり。

※2 試験法により適宜設定する。設定幅は±30%(1mL→20mLの場合は3.5~6.5%)

※3 試験法により分離度及び溶出順でも設定可能。

※システムの性能は定量法を準用できる場合あり。

(例)システムの性能は定量法(番号)のシステム適合性を準用する。(システム適合性の次の位置に記載する。)