

医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律関係事務の取扱いについて（平成12年3月31日付け12動薬A第418号）の一部改正 新旧対照表

（下線部分は改正部分）

改正後	改正前
<p>別添1－2 規格及び検査方法の記載の合理化について</p> <p>1 (略)</p> <p>2 (略)</p> <p>3 (略)</p> <p>4 記載例 (1)～(3) (略)</p> <p>(4) 具体的な記載例を以下に示す(ア～ウについては「<u>医薬品の品質に係る承認事項の変更に係る取扱い等について</u>」(平成30年3月9日付け厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品審査管理課長・監視指導・麻薬対策課長通知。以下(4)において「<u>通知</u>」という。)の別添の付録－1を、エ～モについては「<u>医療用医薬品の承認申請書の規格及び試験方法欄にかかる記載の合理化について</u>」(令和4年1月28日付け厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品審査管理課事務連絡。以下(4)において「<u>事務連絡</u>」という。)の別添1～6を参照。)。【 】内は注釈又は省略可能な記載を表す。</p> <p>ア 原薬の純度試験(試料溶液を希釈し標準溶液とする場合)の記載例(日局オフロキサシンの純度試験を参照)</p>	<p>別添1－2 規格及び検査方法の記載の合理化について</p> <p>1 (略)</p> <p>2 (略)</p> <p>3 (略)</p> <p>4 記載例 (1)～(3) (略)</p> <p>(4) 具体的な記載例を以下に示す(「<u>医薬品の品質に係る承認事項の変更に係る取扱い等について</u>」(平成30年3月9日付け厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品審査管理課長・監視指導・麻薬対策課長通知)の別添の付録－1を参照。)。【 】内は注釈を表す。</p> <p>ア 原薬の純度試験(試料溶液を希釈し標準溶液とする場合)の記載例(日局オフロキサシンの純度試験を参照)</p>

純度試験：類縁物質

試験法 (略)

規格値 (略)

分析方法

試料溶液：本品を希釈液にて溶解 (約0.2 mg/mL)

標準溶液：試料溶液を希釈液にて200倍に希釈

希釈液：水/アセトニトリル混液 (6 : 1)

注入量：10 $\mu$ L

試験条件 (略)

システム適合性 (略)

実施上の注意 (略)

注釈 (略)

イ 原薬の純度試験 (類縁物質の標準物質より標準溶液を作成する場合) の記載例 (日局アムホテリシンBの純度試験を参照)

純度試験：アムホテリシンA

試験法：紫外可視吸光度測定法、吸光度

規格値/判定基準：アムホテリシンA、5%以下 (注射剤原料)、15%以下 (注射剤以外原料)

アムホテリシンA (%)

$$= \frac{[MS \times \{(ASa1 \times AT2) - (ASa2 \times AT1)\} \times 25]}{[MT \times \{(ASa1 \times ASb2) - (ASa2 \times ASb1)\}]}$$

MS：ナイスタチン標準品秤取量 (mg)

MT：本品秤取量 (mg)

ASa1：標準溶液 (1)、282nm【での吸光度 (省略可)】

ASb1：標準溶液 (2)、282nm【での吸光度 (省略可)】

純度試験：類縁物質

試験法 (略)

規格値 (略)

分析方法

試料溶液：本品を希釈液にて溶解 (0.2 mg/mL)

標準溶液：試料溶液を希釈液にて200倍に希釈

希釈液：水/アセトニトリル混液 (6 : 1)

注入量：10 $\mu$ L

試験条件 (略)

システム適合性 (略)

実施上の注意 (略)

注釈 (略)

イ 原薬の純度試験 (類縁物質の標準物質より標準溶液を作成する場合) の記載例 (日局アムホテリシンBの純度試験を参照)

純度試験：アムホテリシンA

試験法：紫外可視吸光度測定法、吸光度

規格値/判定基準：アムホテリシンA、5%以下 (注射剤原料)、15%以下 (注射剤以外原料)

アムホテリシンA (%)

$$= \frac{[MS \times \{(ASa1 \times AT2) - (ASa2 \times AT1)\} \times 25]}{[MT \times \{(ASa1 \times ASb2) - (ASa2 \times ASb1)\}]}$$

MS：ナイスタチン標準品秤取量 (mg)

MT：本品秤取量 (mg)

ASa1：標準溶液 (1)、282nm【での吸光度】

ASb1：標準溶液 (2)、282nm【での吸光度】

ASa2：標準溶液（1）、304nm【での吸光度（省略可）】

ASb2：標準溶液（2）、304nm【での吸光度（省略可）】

AT1：試料溶液、282nm【での吸光度（省略可）】

AT2：試料溶液、304nm【での吸光度（省略可）】

分析方法（略）

実施上の注意（略）

注釈

- ・類縁物質の分子式・構造式を記載する場合は、規格及び検査方法の最後に記載する。
- ・「アムホテリシンB標準品をジメチルスルホキシドにて溶解（約5mg/mL）し」の場合も、「アムホテリシンB標準品に一定量のジメチルスルホキシドを加えて溶かすケース（A）」と「アムホテリシンB標準品にジメチルスルホキシドを加えて溶かし一定量にフィルアップするケース（B）」があるが、区別して合理化記載する必要はない。ただし、調製方法が分析結果に影響を与える場合には、合理化記載は認められないので、従前の記載とする。
- ・例示の計算式は、日局アムホテリシンBの純度試験と同じである。しかし、試料溶液及び標準溶液を濃度表記とし、本品及び標準品の秤取量を特定しない場合（「約50mg」を記載しない場合）には、以下の計算式とすることができる。その場合、標準溶液（2）におけるナスタチン標準品の溶解に使用するジメチルスルホキシドは試料溶液調製の4倍量とする記載（「試料溶液調製の4倍量の」）を削除又は変更することができる。  
アムホテリシンA（%）

ASa2：標準溶液（1）、304nm【での吸光度】

ASb2：標準溶液（2）、304nm【での吸光度】

AT1：試料溶液、282nm【での吸光度】

AT2：試料溶液、304nm【での吸光度】

分析方法（略）

実施上の注意（略）

注釈

- ・類縁物質の分子式・構造式を記載する場合は、規格及び検査方法の最後に記載する。
- ・「アムホテリシンB標準品をジメチルスルホキシドにて溶解（約5mg/mL）し」の場合も、「アムホテリシンB標準品に一定量のジメチルスルホキシドを加えて溶かすケース（A）」と「アムホテリシンB標準品にジメチルスルホキシドを加えて溶かし一定量にフィルアップするケース（B）」があるが、区別して合理化記載する必要はない。ただし、調製方法が分析結果に影響を与える場合には、合理化記載は認められないので、従前の記載とする。
- ・例示の計算式は、日局アムホテリシンBの純度試験と同じである。しかし、試料溶液及び標準溶液を濃度表記とし、本品及び標準品の秤取量を特定しない場合（「約50mg」を記載しない場合）には、以下の計算式とすることができる。その場合、標準溶液（2）におけるナスタチン標準品の溶解に使用するジメチルスルホキシドは試料溶液調製の4倍量とする記載（「試料溶液調製の4倍量の」）を削除又は変更することができる。  
アムホテリシンA（%）

$$= \{(ASa1 \times AT2) - (ASa2 \times AT1)\} / \{(ASa1 \times ASb2) - (ASa2 \times ASb1)\} \times CS / CT \times 100$$

ASa1 : 標準溶液 (1)、282nm 【での吸光度 (省略可)】

ASb1 : 標準溶液 (2)、282nm 【での吸光度 (省略可)】

ASa2 : 標準溶液 (1)、304nm 【での吸光度 (省略可)】

ASb2 : 標準溶液 (2)、304nm 【での吸光度 (省略可)】

AT1 : 試料溶液、282nm 【での吸光度 (省略可)】

AT2 : 試料溶液、304nm 【での吸光度 (省略可)】

CS : 標準溶液 (2) 中のナイスタチン濃度 (µg/mL)

CT : 試料溶液中のアムホテリシン B 濃度 (µg/mL)

ウ 製剤の定量法の記載例 (日局エストリオール錠の定量法を参照)

定量法

試験法 : 液体クロマトグラフィー、紫外吸光光度計、ピーク面積

$$\text{エストリオール (mg)} = MS \times QT / QS \times 1 / 25$$

MS : エストリオール標準品秤取量 (mg)

QT : 内標準物質に対する試料溶液のエストリオールの【ピーク面積 (省略可)】比

QS : 内標準物質に対する標準溶液のエストリオールの【ピーク面積 (省略可)】比

分析方法

試料溶液 (略)

標準溶液 (略)

$$= \{(ASa1 \times AT2) - (ASa2 \times AT1)\} / \{(ASa1 \times ASb2) - (ASa2 \times ASb1)\} \times CS / CT \times 100$$

ASa1 : 標準溶液 (1)、282nm 【での吸光度】

ASb1 : 標準溶液 (2)、282nm 【での吸光度】

ASa2 : 標準溶液 (1)、304nm 【での吸光度】

ASb2 : 標準溶液 (2)、304nm 【での吸光度】

AT1 : 試料溶液、282nm 【での吸光度】

AT2 : 試料溶液、304nm 【での吸光度】

CS : 標準溶液 (2) 中のナイスタチン濃度 (µg/mL)

CT : 試料溶液中のアムホテリシン B 濃度 (µg/mL)

ウ 製剤の定量法の記載例 (日局エストリオール錠の定量法を参照)

定量法

試験法 : 液体クロマトグラフィー、紫外吸光光度計、ピーク面積

$$\text{エストリオール (mg)} = MS \times QT / QS \times 1 / 25$$

MS : エストリオール標準品秤取量 (mg)

QT : 内標準物質に対する試料溶液のエストリオールの【ピーク面積】比

QS : 内標準物質に対する標準溶液のエストリオールの【ピーク面積】比

分析方法

試料溶液 (略)

標準溶液 (略)

内標準溶液：エストリオール試験用安息香酸メチル  
をメタノールに溶解（約0.2mg/mL）

注入量：20μL

試験条件（略）

システム適合性（略）

実施上の注意（略）

注釈

- ・標準溶液において「・・・の25倍量とする」とは、日局エストリオール錠の定量法の「この液4 mLを正確に量り、・・・メタノールを加えて100mLとし、標準溶液とする」などの希釈操作による計算上の希釈倍率が25倍となる調製を含む記載である。
- ・例示の計算式は、日局エストリオール錠の定量法と同じである。しかし、試料溶液及び標準溶液を濃度表記とし、本品及び標準品の秤取量を特定しない場合には、以下の計算式とすることができる。その場合、標準溶液は試料溶液の25倍量とする記載（「して試料溶液の25倍量と」）を削除又は変更することができる。

エストリオールの表示量に対する含量（%）

$$=QT/QS \times CS/CT \times 100$$

QT：内標準物質に対する試料溶液のエストリオールの【ピーク面積（省略可）】比

QS：内標準物質に対する標準溶液のエストリオールの【ピーク面積（省略可）】比

CT：試料溶液中のエストリオールの理論濃度（μg/mL）

CS：標準溶液中のエストリオール濃度（μg/mL）

エ 純度試験（残留溶媒の場合）の記載例1（日局ピペラシ

内標準溶液：エストリオール試験用安息香酸メチル  
をメタノールに溶解（0.2mg/mL）

注入量：20μL

試験条件（略）

システム適合性（略）

実施上の注意（略）

注釈

- ・標準溶液において「・・・の25倍量とする」とは、日局エストリオール錠の定量法の「この液4 mLを正確に量り、・・・メタノールを加えて100mLとし、標準溶液とする」などの希釈操作による計算上の希釈倍率が25倍となる調製を含む記載である。
- ・例示の計算式は、日局エストリオール錠の定量法と同じである。しかし、試料溶液及び標準溶液を濃度表記とし、本品及び標準品の秤取量を特定しない場合には、以下の計算式とすることができる。その場合、標準溶液は試料溶液の25倍量とする記載（「して試料溶液の25倍量と」）を削除又は変更することができる。

エストリオールの表示量に対する含量（%）

$$=QT/QS \times CS/CT \times 100$$

QT：内標準物質に対する試料溶液のエストリオールの【ピーク面積】比

QS：内標準物質に対する標準溶液のエストリオールの【ピーク面積】比

CT：試料溶液中のエストリオールの理論濃度（μg/mL）

CS：標準溶液中のエストリオール濃度（μg/mL）

（新設）

リン水和物を参照)

純度試験：残留溶媒

試験法：ガスクロマトグラフィー、ヘッドスペース法、  
水素炎イオン化検出器、ピーク面積

規格値／判定基準：酢酸エチル0.045 %以下

分析方法

試料溶液：本品を飽和炭酸水素ナトリウム溶液にて  
溶解（約10 mg/mL）

標準溶液：飽和炭酸水素ナトリウム溶液／酢酸エチ  
ル溶液（1→400）混液（500：1）

加熱条件：90°C、10分間

試料気体及び標準気体の注入量：0.5 mL

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：ガラス管、多孔性スチレンージビニルベン  
ゼン共重合体（平均孔径0.0085 μm、300～400  
m<sup>2</sup>/g）、内径3 mm、長さ1 m

カラム温度：145°C付近

キャリアーガス：窒素

流量：酢酸エチルの保持時間約4分

スプリット比：1:15

システム適合性

システムの性能：飽和炭酸水素ナトリウム溶液／  
酢酸エチル溶液（1→400）／アセトン溶液（1  
→400）混液（500:1:1）で、アセトン、酢酸エ  
チルの順に流出し、分離度2.0以上

システムの再現性：飽和炭酸水素ナトリウム溶液  
／酢酸エチル溶液（1→400）混液（500:1）の  
酢酸エチルの相対標準偏差（繰り返し6回）

10 %以下

実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

オ 純度試験（残留溶媒の場合）の記載例 2（事務連絡の別添 1 を参照）

（新設）

純度試験：残留溶媒

試験法：ガスクロマトグラフィー、ヘッドスペース法、  
水素炎イオン化検出器、ピーク面積

規格値／判定基準：エタノール0.2 %以下、酢酸エチル0.1 %以下

$$\text{エタノール (\%)} = M_{Sa}/M_T \times A_{Ta}/A_{Sa} \times 0.2$$

$$\text{酢酸エチル (\%)} = M_{Sb}/M_T \times A_{Tb}/A_{Sb} \times 0.1$$

$M_{Sa}$ ：エタノールの採取量 (g)

$M_{Sb}$ ：酢酸エチルの採取量 (g)

$M_T$ ：本品の採取量 (g)

$A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$ ：試料溶液及び標準溶液のエタノール

【のピーク面積（省略可）】

$A_{Tb}$  及び  $A_{Sb}$ ：試料溶液及び標準溶液の酢酸エチル

【のピーク面積（省略可）】

分析方法

試料溶液：本品のベンジルアルコール溶液（約0.1 g/mL）

標準溶液：：エタノール及び酢酸エチルをベンジルアルコールで希釈（約0.2 mg/mL 及び約0.1 mg/mL）

加熱条件：120°C、15分間

試料気体及び標準気体の注入量：1 mL

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：フューズドシリカ管、ポリエチレングリコール（厚さ0.5 μm で被覆）、内径0.25 mm、長さ60 m

カラム温度：70℃を15分間保持後、毎分30℃で240℃まで昇温し、240℃で15分間保持

注入口温度：200℃

検出器温度：250℃

キャリアーガス：ヘリウム

流量：エタノールの保持時間約7分

スプリット比：1:40

面積測定範囲：エタノールの保持時間の約2倍

システム適合性

システムの性能：標準気体で、酢酸エチル、エタノールの順に溶出し、分離度10以上

システムの再現性：標準気体のエタノールの相対標準偏差（繰り返し6回）10%以下

実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

カ 製剤試験（製剤均一性試験の場合）の記載例（日局アセメタシン錠を参照）

（新設）

製剤均一性

試験法：含量均一性試験、液体クロマトグラフィー、紫外吸光度計、ピーク面積

規格値／判定基準：適合

アセメタシン (mg) =  $M_s \times Q_t / Q_s \times V / 25$

$M_s$ ：定量用アセメタシン秤取量 (mg)

$Q_t$ ：内標準物質に対する試料溶液のアセメタシンの【ピーク面積（省略可）】比



Q<sub>s</sub> : 内標準物質に対する標準溶液のアセメタシンの【ピーク面積 (省略可)】比

分析方法

試料溶液 : 本品 1 個に水 3 mL を加え、メタノールを加えて振り混ぜた後、メタノールを加えて V mL とする (アセメタシン理論濃度として約 1.2 mg/mL)。この液を固液分離し、ろ液に内標準溶液を加えてメタノールにて希釈 (アセメタシン約 0.12 mg/mL)。

標準溶液、内標準溶液、試験条件、システム適合性、実施上の注意 : 定量法を準用。ただし、標準溶液は試料溶液の 25/V 倍量相当。

注釈 : 事務連絡では「倍容量」とされているが、通知では「倍量」とされていることから、(4) では「倍量」に統一した。

キ 製剤試験 (溶出試験の場合) の記載例 (日局アセメタシン錠を参照)

(新設)

溶出性

試験法 : 溶出試験法、パドル法、紫外可視吸光度測定法、吸光度

規格値 / 判定基準 : 80 % 以上 (45 分間)

アセメタシン (%) =  $M_s \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M<sub>s</sub> : 乾燥した定量用アセメタシン秤取量 (mg)

A<sub>T</sub> : 試料溶液 【、319 nm での吸光度 (省略可)】

A<sub>S</sub> : 標準溶液 【、319 nm での吸光度 (省略可)】

C : 1 錠中のアセメタシンの表示量 (mg)

V : 試料溶液の採取容量

V' : 試料溶液の調製容量

### 分析方法

試料溶液：ろ液を試験液で希釈（アセメタシン理論濃度約33 µg/mL）

標準溶液：定量用アセメタシンを試験液にて溶解（約33 µg/mL）

試験液及び試験液量：溶出試験第2液、900 mL

回転数：毎分50回転

測定波長：319 nm

### 実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

定量用アセメタシン：105°C，2 時間乾燥

## ク 製剤の定量法の記載例（日局アセメタシン錠を参照）

（新設）

### 定量法

試験法：液体クロマトグラフィー、紫外吸光光度計、ピーク面積

アセメタシン (mg) =  $M_s \times Q_t / Q_s \times 20$

$M_s$ ：定量用アセメタシン秤取量 (mg)

$Q_t$ ：内標準物質に対する試料溶液のアセメタシン

【のピーク面積（省略可）】比

$Q_s$ ：内標準物質に対する標準溶液のアセメタシン

【のピーク面積（省略可）】比

### 分析方法

試料溶液：本品20個以上を粉末とする。粉末にメタノールを加えて分散させ、更にメタノールで希釈する（アセメタシン理論濃度として約3 mg/mL）。

この液を固液分離し、ろ液に内標準溶液を加えてメタノールで希釈（アセメタシン約0.12 mg/mL）。

標準溶液：定量用アセメタシンをメタノールにて溶

解させ、内標準溶液を加えてメタノールにて希釈して試料溶液の1/20倍量とする（アセメタシン約0.12 mg/mL）。なお、内標準溶液は、試料溶液におけるアセメタシン理論量に対する内標準物質の量と同一になるように添加する。

内標準溶液：パラオキシ安息香酸ヘキシルをメタノールに溶解（約4 mg/mL）

注入量：10  $\mu$ L

試験条件

測定波長：254 nm

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（5  $\mu$ m）、内径4.6 mm、長さ25 cm

カラム温度：40°C付近

移動相：アセトニトリル／酢酸ナトリウム三水合物溶液（13.6 g/L）でpH 3.2に調整した薄めた酢酸（3→500）混液（3：2）

流量：アセメタシンの保持時間約7分

システム適合性

システムの性能：アセメタシン（約0.12 mg/mL）、インドメタシン（約0.12 mg/mL）及び内標準物質（約80  $\mu$ g/mL）のメタノール溶液で、アセメタシン、インドメタシン、内標準物質の順に溶出し、アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンと内標準物質の分離度それぞれ3以上

システムの再現性：内標準物質に対する標準溶液のアセメタシンの比の相対標準偏差（繰り返し6回）1.0%以下

実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

定量用アセメタシン：105℃，2 時間乾燥

ケ ICP 発光分光分析法/質量分析法（誘導結合プラズマ発光分光分析法を用いた定量法の場合）の記載例（日局原案作成要領のICP 発光分光分析法の項を参照）

（新設）

定量法

試験法：誘導結合プラズマ発光分光分析法、発光強度規格値/判定基準：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から元素#の含量を求める。

分析方法

試料溶液：本品に○酸を加えて加熱溶解し、冷後、水及び○酸にて希釈。

（水/○酸混液（○/△）、元素#約▽ μg/mL）

ブランク溶液：水/○酸混液（○/△）

元素#標準溶液（水で希釈）：元素#約●、▲、▼、■ μg/mL

試験条件

波長：元素# ○○○.○○○ nm

システム適合性

システムの再現性：元素#標準溶液（約● μg/mL）の元素#の発光強度の相対標準偏差（繰り返し6回）○ %以下

実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

コ ICP 発光分光分析法/質量分析法（誘導結合プラズマ発光分光分析法を用いた純度試験の場合）の記載例 1（日局原案作成要領のICP 発光分光分析法の項を参照）

（新設）

純度試験 元素 #

試験法：誘導結合プラズマ発光分光分析法、発光強度規格値／判定基準：

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から元素 # の含量を求める。

元素 # 〇.〇 ppm 以下

分析方法

試料溶液：本品に〇酸を加え、マイクロ波分解装置により加熱、分解（約◎ mg/mL）し、冷後、水にて希釈。

（水/〇酸混液（〇/△）、約▽ µg/mL）

ブランク溶液：水/〇酸混液（〇/△）

元素 # 標準溶液：元素 # 約●、▲、▼、■ µg/mLの水/〇酸混液（〇/△）溶液。

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（約● µg/mL）の元素 # の発光強度の相対標準偏差（繰り返し6回）〇 %以下

実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

サ ICP 発光分光分析法/質量分析法（誘導結合プラズマ発光分光分析法を用いた純度試験の場合）の記載例 2（事務連絡の別添 3 を参照）

（新設）

純度試験 元素 #

試験法：誘導結合プラズマ発光分光分析法、発光強度比

規格値/判定基準：

ブランク溶液及び元素#標準溶液の【内標準物質に  
対する元素#の(省略可)】発光強度【の比(省略可)】  
から得た検量線から元素#の含量を求める。

元素# ○.○ ppm 以下

分析方法

試料溶液：本品に○酸を加え、マイクロ波分解装置  
により加熱、分解(約◎ mg/mL)し、冷後、内標準  
溶液を加えた後、水にて希釈。

(水/○酸混液(○/△)、本品約▽ µg/mL、元素\$約  
◇ µg/mL)

ブランク溶液：水/○酸混液(○/△)、元素\$約◇  
µg/mL

元素#標準溶液：元素#約●、▲、▼、■ µg/mL、元  
素\$約◇ µg/mLの水/○酸混液(○/△)溶液。

内標準溶液：元素\$約◆ µg/mL溶液

試験条件

波長：元素# ○○○.○○○ nm

システム適合性

システムの再現性：元素#標準溶液(約● µg/mL)  
の元素#の発光強度の相対標準偏差(繰り返し  
6回)○ %以下

実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

シ ICP 発光分光分析法/質量分析法(誘導結合プラズマ質  
量分析法を用いた定量法の場合)の記載例(日局原案作  
成要領のICP 質量分析法の項を参照)  
定量法

(新設)

試験法：誘導結合プラズマ質量分析法、イオンカウン  
ト数比

規格値／判定基準：

ブランク溶液及び元素＃標準溶液の【内標準物質に  
対する元素＃の（省略可）】イオンカウント数【の比  
（省略可）】から得た検量線から元素＃の含量を求め  
る。

分析方法

試料溶液：本品に○酸及び□酸を加え（○酸/□酸混  
液（○/△）、本品約◎ mg/mL）、ホットプレート上  
で徐々に加熱し、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  
液に内標準溶液を加えた後、水にて希釈。

（水/○酸/□酸混液（○/△/×）、本品約▽ µg/mL、  
元素\$約◇ ng/mL）

ブランク溶液：水/○酸/□酸混液（○/△/×）、元素  
\$約◇ ng/mL）

元素＃標準溶液：元素＃約●、▲、▼、■ µg/mL、元  
素\$約◇ ng/mLの水/○酸/□酸混液（○/△/×）  
溶液。

内標準溶液：元素\$約◆ ng/mL 溶液。

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（約● µg/mL）  
の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（繰り返し6回）○ %以下

実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

ス ICP 発光分光分析法/質量分析法 (誘導結合プラズマ質量分析法を用いた純度試験の場合) の記載例 (日局原案作成要領のICP 質量分析法の項を参照)

(新設)

純度試験 元素 # 1、# 2 及び # 3

試験法：誘導結合プラズマ質量分析法、イオンカウン  
ト数比

規格値/判定基準：

ブランク溶液及び元素 # 標準溶液の【内標準物質に  
対する元素 # 1、# 2 及び # 3 の (省略可)】イオン  
カウント数【の比 (省略可)】から得た検量線から元  
素 # 1、# 2 及び # 3 の含量を求める。

元素 # 1 ○.○ppb 以下、元素 # 2 ○.○ppb 以下、  
元素 # 3 ○.○ppb 以下

分析方法

試料溶液：本品に○酸を加え、マイクロ波分解装置  
により加熱、分解 (約◎ mg/mL) し、冷後、内標準  
溶液を加えた後、水にて希釈。

(水/○酸混液 (○/△)、本品約▽ µg/mL、元素 \$ 約  
◇ ng/mL)

ブランク溶液：水/○酸混液 (○/△)、元素 \$ 約◇  
ng/mL

元素 # 標準溶液：元素 # 1、# 2 又は # 3 の約●、  
▲、▼、■ µg/mL、元素 \$ 約◇ ng/mLの水/○酸混  
液 (○/△) 溶液。

内標準溶液：元素 \$ 約◆ ng/mL 溶液。

試験条件

測定m/z：元素 # 1 m/z ○，元素 # 2 m/z △，元  
素 # 3 m/z ×，元素 \$ m/z □



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)

システム適合性

システムの再現性：元素#標準溶液(元素#1、#2及び#3の約● µg/mL)の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(繰り返し6回) ○ %以下

実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

セ 赤外吸収スペクトル測定法(参照スペクトルを用いた確認試験の場合)の記載例1(日局コデインリン酸塩水和物を参照) (新設)

確認試験

試験法：赤外吸収スペクトル測定法、臭化カリウム錠剤法

規格値/判定基準：参照スペクトルと一致

試料調製：本品を乾燥(105°C, 4時間)

ソ 赤外吸収スペクトル測定法(参照スペクトルを用いた確認試験の場合)の記載例2(日局シアナミドを参照) (新設)

確認試験

試験法：赤外吸収スペクトル測定法、薄膜法

規格値/判定基準：参照スペクトルと一致

試料調製：本品のアセトン溶液(1→100)を臭化カリウム錠剤に滴加し、風乾

タ 赤外吸収スペクトル測定法(参照スペクトルを用いた) (新設)

確認試験の場合)の記載例3(日局ジメルカプロールを参照)

確認試験

試験法:赤外吸収スペクトル測定法、液膜法

規格値/判定基準:参照スペクトルと一致

試料調製:本品を試料とする

チ 赤外吸収スペクトル測定法(波数を用いた確認試験の場合)の記載例1(日局クロルジアゼポキシド錠を参照)

(新設)

確認試験

試験法:赤外吸収スペクトル測定法、臭化カリウム錠剤法

規格値/判定基準:波数1625 cm<sup>-1</sup>、1465 cm<sup>-1</sup>、1265 cm<sup>-1</sup>、850cm<sup>-1</sup>及び765cm<sup>-1</sup>付近に吸収

試料調製:本品を粉末とし、ジエチルエーテルを加えて分散(クロルジアゼポキシドとして約1 mg/mL)させ、遠心分離し、上澄液5 mLをとり、水浴上で蒸発

ツ 赤外吸収スペクトル測定法(波数を用いた確認試験の場合)の記載例2(日局精製ヒアルロン酸ナトリウム点眼液を参照)

(新設)

確認試験

試験法:赤外吸収スペクトル測定法、ATR法

規格値/判定基準:波数1605 cm<sup>-1</sup>、1404 cm<sup>-1</sup>、1375 cm<sup>-1</sup>、1150 cm<sup>-1</sup>、1025 cm<sup>-1</sup>及び945 cm<sup>-1</sup>付近に吸収

試料調製:精製ヒアルロン酸ナトリウム[(C<sub>14</sub>H<sub>20</sub>NNaO<sub>11</sub>)<sub>n</sub>] 7.5 mg に対応する容量を量り、2倍量のアセトンを加えて、遠心分離し、アセトンを

除去し、沈殿をアセトン／水混液(5:1)で洗浄し、酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で5時間減圧(0.67 kPa 以下)乾燥

テ 赤外吸収スペクトル測定法(波数を用いた確認試験の場合)の記載例3(日局ヒプロメロース酢酸エステルコハク酸エステルを参照) (新設)

確認試験

試験法: 赤外吸収スペクトル測定法、ATR法

規格値/判定基準: 波数2840 cm<sup>-1</sup>、1737 cm<sup>-1</sup>、1371 cm<sup>-1</sup>、1231 cm<sup>-1</sup> 及び1049 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収

試料調製: 本品を試料とする

ト 赤外吸収スペクトル測定法(参照スペクトルを用いた確認試験でスペクトルに差を認める場合)の記載例(日局L-グルタミン酸を参照) (新設)

確認試験

試験法: 赤外吸収スペクトル測定法、臭化カリウム錠剤法

規格値/判定基準: 参照スペクトルと一致

試料調製: 本品を試料とする

試料再調製(スペクトルに差を認める場合): 水で溶解後、60℃、減圧乾燥

ナ 赤外吸収スペクトル測定法(確認試験に複数の試験法を設定する場合及びスペクトルに差を認める場合)の記載例(日局モンテルカストナトリウムを参照) (新設)

確認試験

試験法: 赤外吸収スペクトル測定法、ペースト法、臭化

カリウム錠剤法又はATR法

規格値／判定基準：

参照スペクトル又は標準品のスペクトルと一致（ペー  
ースト法）

標準品のスペクトルと一致（臭化カリウム錠剤法、  
ATR法）

参照スペクトル又は標準品のスペクトルと一致（試  
料再調製時）

試料及び標準品調製：本品を試料とする

試料再調製（スペクトルに差を認める場合）：本品及び  
標準品をトルエンに溶かし、ヘプタンを加えて、混  
和後、静置し、上澄液を除去し、75℃で16時間減圧乾  
燥

三 紫外可視吸光度測定法（参照スペクトルを用いた確認  
試験の場合）の記載例（事務連絡の別添5を参照）

（新設）

確認試験

試験法：紫外可視吸光度測定法

規格値／判定基準：参照スペクトルと一致

分析方法：

試料溶液：エタノール(95)溶液（1→〇〇）

又 紫外可視吸光度測定法（標準品のスペクトルを用いた  
確認試験の場合）の記載例（事務連絡の別添5を参照）

（新設）

確認試験

試験法：紫外可視吸光度測定法

規格値／判定基準：標準品のスペクトルと一致

分析方法：

試料溶液：エタノール(95)溶液（1→〇〇）

標準溶液：\*\*標準品のエタノール(95)溶液（1→〇〇）

ネ 紫外可視吸光度測定法（極大吸収波長を用いた確認試験の場合）の記載例（事務連絡の別添5を参照） (新設)

確認試験

試験法：紫外可視吸光度測定法

規格値／判定基準：極大吸収波長〇〇〇～〇〇〇 nm

及び□□□～□□□ nm

分析方法：

試料溶液：エタノール(95)溶液（1→〇〇）

ノ 紫外可視吸光度測定法（極大吸収波長及び吸収極大の波長における吸光度比を用いた確認試験の場合）の記載例（日局プロパフェノン塩酸塩錠を参照） (新設)

確認試験

試験法：紫外可視吸光度測定法

規格値／判定基準：吸収極大波長247～251 nm (A1)

及び302～306 nm (A2)、吸光度比A1/A2=2.30～

2.55

分析方法：

試料溶液：本品に水を加えて加温崩壊し、冷後、上澄液を水にて希釈（プロパフェノン塩酸塩として約0.03 mg/mL）。

ハ 呈色反応を用いた確認試験の記載例1（日局タルチレリン水和物を参照） (新設)

確認試験

試験法：呈色反応

規格値／判定基準：液は赤色

分析方法

試料溶液：本品の水溶液（約 3 mg/mL）

反応：試料溶液 1 容量に4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液(1→2000) 4 容量及び pH9.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 6 容量を添加

ヒ 呈色反応を用いた確認試験の記載例 2（日局タルチレリン錠を参照）

（新設）

確認試験

試験法：呈色反応

規格値／判定基準：液は赤色

分析方法

試料溶液：本品に水を添加、ろ過後のろ液（タルチレリン水和物として約 3 mg/mL）

反応：試料溶液 1 容量に4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液(1→2000) 4 容量及び pH9.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 6 容量を添加

フ 沈殿反応を用いた確認試験の記載例（日局チアラミド塩酸塩を参照）

（新設）

確認試験

試験法：沈殿反応

規格値／判定基準：橙色の沈殿

分析方法

試料溶液：本品の0.1 mol/L 塩酸試液溶液（約 1

mg/mL)

反応：ドラーゲンドルフ試液を添加

へ 分解反応を用いた確認試験の記載例（日局フロモキセフナトリウムを参照）

(新設)

確認試験

試験法：分解反応、酸素フラスコ燃焼法

規格値／判定基準：液は青紫色

分析方法

検液：本品を吸収液（本品0.1 g あたり0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水200 mL）で分解した液

反応：検液 4 容量にアリザリンコンプレキソン試液／pH4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液の混液(1：1：1) 3 容量を添加

ホ 核磁気共鳴スペクトル測定法を用いた確認試験の記載例（日局アルプラゾラムを参照）

(新設)

確認試験

試験法：核磁気共鳴スペクトル測定法、<sup>1</sup>H

規格値／判定基準：

δ 2.6 ppm：単一線のシグナルA

δ 4.0 ppm 及び δ 5.4 ppm：二重線のシグナルB 及び C

δ 7.1 ～ 7.9 ppm：幅広いシグナルD

シグナルの面積強度比A：B：C：D = 3：1：1：8

分析方法

試料溶液：本品を希釈液にて溶解（約0.07 g/mL）

希釈液：核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロ

ロホルム

内部基準物質：核磁気共鳴スペクトル測定用テトラ  
メチルシラン

周波数：400 MHz 以上

マ クロマトグラフィー（液体クロマトグラフィーによる  
確認試験）の記載例（日局タカルシトールローションを  
参照）

（新設）

確認試験

試験法：液体クロマトグラフィー、フォトダイオード  
アレイ検出器、吸収スペクトル、保持時間

規格値／判定基準：試料溶液及び標準溶液の主ピーク  
の保持時間は一致、試料溶液及び標準溶液の吸収ス  
ペクトルは一致

分析方法

試料溶液：定量法準用

標準溶液：定量法準用

注入量：30  $\mu$ L

試験条件

カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法の試  
験条件を準用.

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波  
長：265 nm、スペクトル測定範囲：210 ~ 400  
nm)

システム適合性

システムの性能：定量法のシステム適合性を準用

ミ クロマトグラフィー（薄層クロマトグラフィーを用い  
た確認試験の場合で液/液抽出の場合）の記載例（日局ア

（新設）



クリノール水和物を参照)

確認試験

試験法：薄層クロマトグラフィー

規格値／判定基準：試料溶液及び標準溶液のスポットは青色の蛍光、Rf 値は一致

分析方法

試料溶液：本品にジエチルエーテル（本品 1 g に対して 10 mL）、酢酸（100）（本品 1 g に対して 2 mL）及び水（本品 1 g に対して 10 mL）を添加後の水層

標準溶液：アクリノールを酢酸（100）（本品 5 mg に対して 1 mL）及び水（本品 1 mg に対して 1 mL）にて溶解

スポット量：5 µL

薄層版：シリカゲル

展開溶媒：ジエチルエーテル／エタノール（95）／酢酸（100）混液（40：10：1）

展開距離：約 10 cm

主波長：365 nm

△ クロマトグラフィー（薄層クロマトグラフィーを用いた確認試験の場合で前処理がある場合）の記載例（日局アスコルビン酸・パントテン酸カルシウム錠を参照）

（新設）

確認試験

試験法：薄層クロマトグラフィー

規格値／判定基準：試料溶液の 1 個のスポット及び標準のスポットは紫色、Rf 値は一致

分析方法

試料溶液：本品に希釈液を添加（パントテン酸カル

シウム約0.15 mg/mL)、上澄液  
標準溶液：パントテン酸カルシウムを希釈液にて溶解（約0.15 mg/mL）  
希釈液：エタノール（95）  
スポット量：10  $\mu$ L  
薄層版：シリカゲル  
展開溶媒：酢酸エチル／メタノール／希酢酸混液（5：3：2）  
展開距離：約10 cm  
発色試薬：ニンヒドリンのエタノール（95）溶液（1→200）【発色試薬がある場合】  
加熱温度及び時間：発色試薬噴霧後、120° C で20分間【薄層板の加熱温度及び時間】

メ クロマトグラフィー（薄層クロマトグラフィーを用いた確認試験の場合でRf値が規定されている場合）の記載例（日局イオヘキソールを参照）

（新設）

確認試験

試験法：薄層クロマトグラフィー、Rf値  
規格値／判定基準：主スポットは2個，Rf値は約0.2 及び約0.3

分析方法

試料溶液：本品をメタノールにて溶解（約10 mg/mL）  
スポット量：10  $\mu$ L  
薄層版：シリカゲル（蛍光剤入り）  
展開溶媒：1-ブタノール／水／酢酸（100）液（50：25：11）  
展開距離：約12 cm  
主波長：254 nm

モ 定性反応を用いた確認試験の記載例（日局クロルプロマジン塩酸塩を参照）

（新設）

確認試験

試験法：定性反応

規格値／判定基準：塩化物の定性反応（2）

分析方法

試料溶液：本品を水にて溶解後（本品 1 g に対して 10 mL）、アンモニア試液添加（本品 1 g に対して

4 mL）、水浴上で5分間加熱、冷後、ろ液

反応：試料溶液に希硝酸を加えて酸性化

（以下略）

（以下略）