

動薬協会発 132 号  
令和 4 年 12 月 22 日

公益社団法人日本動物用医薬品協会  
会員各位

公益社団法人日本動物用医薬品協会  
理事長 池田 一樹  
(公 印 省 略)

「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」の一部改正について

平素より協会事業にご理解とご支援を賜り、御礼申し上げます。

さて、標記のことについて、別添のとおり動物医薬品検査所長通知（4 動薬第 2118 号）がありましたので、お知らせします。

4 動薬第2118号  
令和4年12月19日

公益社団法人 日本動物用医薬品協会 理事長 殿

農林水産省動物医薬品検査所長

「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」の一部改正について

平素より動物薬事行政の推進に御理解、御協力いただき感謝いたします。

動物用医薬品の製造販売承認申請書における規格及び検査方法欄の記載については、「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号農林水産省動物医薬品検査所長通知。以下「所長通知」という。）の別添1において、日本薬周方の記載に準じて検査の実施手順を詳細に記載することとしているところです。

今般、人用医薬品における運用を参考に、動物用医薬品においても、一定の条件を満たす場合には、当該欄の記載方法の合理化を認めることとしました。

また、併せて、米国薬局方及び欧州薬局方の一般試験法を準用する場合に求めていた当該試験法に係る具体的な記載を不要とすることとしました。

これらのことについて、所長通知の一部を別紙新旧対照表のとおり改正し、本日から適用することとしたので通知します。

なお、既に承認されている動物用医薬品について本改正による運用を適用する場合は、合理化した記載の妥当性を確認する必要があることから、製造販売承認事項変更承認申請により承認事項の変更を行う必要があります。

つきましては、御了知の上、貴会会員への周知方お願いいたします。



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）

改正案	現行
<p>別添1 動物用医薬品製造販売承認申請書等の記載等に関する指針</p> <p>第1 動物用医薬品等の申請書等の記載及び取扱いについて</p> <p>1 動物用医薬品等の申請書の記載について</p> <p>動物用医薬品等の申請書における各項目の記載については、次のとおりとする。</p> <p>(1) ～ (6) (略)</p> <p>(7) 規格及び検査方法について</p> <p>原薬及び製剤並びに動物用医薬部外品の規格及び検査方法については、次のアからウまで及び本指針の別表1に掲げる例に従って記載すること。</p> <p>既に承認されている動物用医薬品と有効成分が明らかに異なる動物用医薬品の原薬及び製剤の規格及び検査方法については、これらに加え、本通知の別添2の3-1及び3-2に従って記載すること。</p> <p>ただし、生物学的製剤の規格及び検査方法については、動物用生物学的製剤基準に準拠して記載するものとし、これらの記載要領は適用しない。</p>	<p>別添1 動物用医薬品製造販売承認申請書等の記載等に関する指針</p> <p>第1 動物用医薬品等の申請書等の記載及び取扱いについて</p> <p>1 動物用医薬品等の申請書の記載について</p> <p>動物用医薬品等の申請書における各項目の記載については、次のとおりとする。</p> <p>(1) ～ (6) (略)</p> <p>(7) 規格及び検査方法について</p> <p>既に承認されている動物用医薬品と有効成分が明らかに異なる動物用医薬品（以下「<u>新有効成分含有動物用医薬品</u>」という。）の原薬及び製剤の規格及び検査方法については、本通知の別添2の3-1及び3-2並びに本指針の別表1に掲げる例によるほか、次のアからウまでに従って記載すること。</p> <p><u>新有効成分含有動物用医薬品以外の原薬及び製剤並びに動物用医薬部外品の規格及び検査方法については、新有効成分含有動物用医薬品の場合と同様とすることが望ましい。ただし、生物学的製剤の規格及び検査方法には適用しない。</u></p>

ア 規格及び検査方法の記載

原薬及び製剤の規格及び検査方法は、原則として、日本薬局方の通則及び一般試験法に準拠すること。これに加えて、生薬たる原薬の規格及び検査方法は日本薬局方の生薬総則に、製剤の規格及び検査方法は日本薬局方の製剤総則に準拠すること。

また、規格及び検査方法の記載方法は、日本薬局方医薬品各条に準拠することができ、別添1-2により記載を合理化することができる（バイオ医薬品の生物活性試験法など品質管理上重要な因子が変更されるおそれがあるものを除く）。

なお、日本薬局方に収載されていない試験法（試薬・試液等を含む。以下アにおいて同じ。）を用いる場合は、原則として、日本薬局方を参考として記載すること。ただし、欧州薬局方又は米国家薬局方の試験法を用いる場合には、その旨を明記することで差し支えないが、当該試験法の写しを求めることがある。

規格及び検査方法の末尾には、原則として、「本規格及び検査方法は、別に規定するもののほか、日本薬局方の通則及び一般試験法を準用する。」と記載すること。なお、日本薬局方の版を特定する必要がある場合には、第〇改正と記載すること。

イ 令第20条第1項で定める動物用医薬品を製造する場合において、定期的試験／スキップ試験、工程内試験、パラメトリックリリースを行う場合は、その旨該当する検査項目に記載し、その妥当性を示す資料を添付すること。ウ 含量規格については、原則として有効成分の含量を%で示すこととし、有効成分の含量を%で示すことが不適

ア 規格及び検査方法の記載

原薬及び製剤の規格及び検査方法は、原則として、日本薬局方の通則及び一般試験法に準拠すること。これに加えて、生薬たる原薬の規格及び検査方法は日本薬局方の生薬総則に、製剤の規格及び検査方法は日本薬局方の製剤総則に準拠すること。また、規格及び検査方法の記載方法は、日本薬局方医薬品各条に準拠すること。なお、日本薬局方に収載されていない試験法（試薬・試液等を含む。）を用いる場合は、日本薬局方を参考として記載すること。

規格及び検査方法の末尾には、原則として、「本規格及び検査方法は、別に規定するもののほか、日本薬局方の通則及び一般試験法を準用する。」と記載すること。なお、日本薬局方の版を特定する必要がある場合には、第〇改正と記載すること。

イ 令第20条第1項で定める動物用医薬品を製造する場合において、定期的試験／スキップ試験、工程内試験、パラメトリックリリースを行う場合は、その旨該当する検査項目に記載し、その妥当性を示す資料を添付すること。ウ 含量規格については、原則として有効成分の含量を%で示すこととし、有効成分の含量を%で示すことが不適

---

当なものについては力価で示すこと。有効成分が2種類  
以上ある場合は、それぞれについて記載すること。  
(以下略)

---

当なものについては力価で示すこと。有効成分が2種類  
以上ある場合は、それぞれについて記載すること。  
(以下略)

別添1-1 欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集の医薬品各条に基づいて又は参考にして設定された主剤（原薬）、医薬品添加剤並びに製剤の規格及び検査方法の記載方法並びに添付資料について

1. 有効成分又はその他の成分について（申請書の5.成分及び分量欄）（略）

2. 製剤について（申請書の11.規格及び検査方法欄）

表題	(略)	A: 欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集と同一の規格及び検査方法の場合	B: 欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集と一部異なる規格及び検査方法の場合	備考
本文内容	(略)	●規格及び検査方法について、日本薬局方に準じて邦文で記載する。 ●欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集の一般試験法及び試薬・試液を使用する場合は、その旨を明記する。 ●日本薬局方の一般試験法及び試薬・試液を準用することによつてその部分の記載を省略することができる。 ●日本薬局方の医薬品各条を部分的に準用する場合には、その項目又は項目内の試験ごとに「日本薬局方□□□（医薬品各条名）の△△△による。」と記載することにより該部分の記載とすることができる。	●規格及び検査方法について、日本薬局方に準じて邦文で記載する。 ●欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集の一般試験法及び試薬・試液を使用する場合は、これらの内容を邦文で記載する。 ●日本薬局方の一般試験法及び試薬・試液を準用することによつてその部分の記載を省略することができる。 ●日本薬局方の医薬品各条を部分的に準用する場合には、その項目又は項目内の試験ごとに「日本薬局方□□□（医薬品各条名）の△△△による。」と記載することにより該部分の記載とすることができる。	(略)
本文文末1	(略)			
本文文末2	(略)		(略)	
資料1	(略)			(略)
資料2	(略)		(略)	(略)

別添1-1 欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集の医薬品各条に基づいて又は参考にして設定された主剤（原薬）、医薬品添加剤並びに製剤の規格及び検査方法の記載方法並びに添付資料について

1. 有効成分又はその他の成分について（申請書の5.成分及び分量欄）（略）

2. 製剤について（申請書の11.規格及び検査方法欄）

表題	(略)	A: 欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集と同一の規格及び検査方法の場合	B: 欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集と一部異なる規格及び検査方法の場合	備考
本文内容	(略)	●規格及び検査方法について、日本薬局方に準じて邦文で記載する。 ●欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集の一般試験法及び試薬・試液を使用する場合は、これらの内容を邦文で記載する。 ●日本薬局方の一般試験法及び試薬・試液を準用することによつてその部分の記載を省略することができる。 ●日本薬局方の医薬品各条を部分的に準用する場合には、その項目又は項目内の試験ごとに「日本薬局方□□□（医薬品各条名）の△△△による。」と記載することにより該部分の記載とすることができる。	●規格及び検査方法について、日本薬局方に準じて邦文で記載する。 ●欧州薬局方、米国薬局方又は米国民医薬品集の一般試験法及び試薬・試液を使用する場合は、これらの内容を邦文で記載する。 ●日本薬局方の一般試験法及び試薬・試液を準用することによつてその部分の記載を省略することができる。 ●日本薬局方の医薬品各条を部分的に準用する場合には、その項目又は項目内の試験ごとに「日本薬局方□□□（医薬品各条名）の△△△による。」と記載することにより該部分の記載とすることができる。	(略)
本文文末1	(略)			
本文文末2	(略)		(略)	
資料1	(略)			(略)
資料2	(略)		(略)	(略)

●海外の施設で試験を実施し、日本で申請する場合は試験実施者の署名は写しで差し支えない。

●署名がない場合は試験実施施設の責任者による「原本と相違ない」という証明書の添付すること。なお、やむを得ない事情により証明書が添付できない場合は、その理由を明らかにした書面を提出すること。

●海外の施設で試験を実施し、日本で申請する場合は試験実施者の署名は写しで差し支えない。

●署名がない場合は試験実施施設の責任者による「原本と相違ない」という証明書の添付すること。なお、やむを得ない事情により証明書が添付できない場合は、その理由を明らかにした書面を提出すること。

(新設)

別添1-2 規格及び検査方法の記載の合理化について

1 次の(1)から(5)までの全てを満たす医薬品については、2による規格及び検査方法の記載の合理化を行うことができる。

(1) 規格及び検査方法が、別添2の3により設定されていること。

(2) (1)の規格及び検査方法の分析法バリデーションが、別添2の1により実施されていること。

(3) (2)に係る資料が添付されていること。また、当該資料には、当該記載の妥当性を判断するに十分な試験実施手順の詳細が、これまでの記載に準じて記載されていること。

(4) (3)の資料に基づき、品質標準書及び製品標準書が整備されていること。特に、製品標準書については、製造所における品質管理が実施できるよう、合理化された規格及び検査方法のほか、製造所における実際の試験実施手順が記載されていること。

(5) (4)の品質標準書及び製品標準書については、適合性調査又は収去検査の際、求めに応じてその写しを提出できること。

2 規格及び検査方法の記載の合理化

(1) 規格及び検査方法(製剤及び分量欄の別紙規格の規格及び検査方法を含む。以下別添1-2において同じ。)の記載については、4の記載例(以下別添1-2において「記載例」という。)を参考に、純度試験の規格値又は判定基準を百分率で記載すること(別添2の2に準じて設定されている場合に限る。)、試料溶液等を最終濃度で記載すること、分析方法を簡条書きで記載すること等の記載の合理化を行うことができる。また、記載例の詳細については、「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」(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)の記の第2別添の「製造販売承認申請書における規格及び試験方法欄の記載の合理化に関する報告書」を参考とすると。

なお、合理化された記載が、製造所における品質管理の実態を反映した記載となっていることを、あらかじめ十分に確認すること。

(2) 記載例に示されていない規格及び検査方法に関する記載を合理化しようとする場合は、当面の間、事前に当所で実施する承認相談により合理化に係る考え方の妥当性について確認を受けること。

### 3 留意事項

(1) 既承認の医薬品又は既登録の原薬等の規格及び検査方法の記載を合理化する場合は、承認事項変更承認申請又は登録事項変更登録申請によること。

(2) 規格及び検査方法の記載の合理化後に規格及び検査方法を変更する場合には、承認事項の変更手続が不要の変更する場合であっても、1の(4)の品質標準書及び製品標準書については、適切な品質管理ができるよう整備すること。

### 4 記載例

(1) 記載項目は、以下の項目とすること。

ア 試験法  
イ 規格値/判定基準  
ウ 分析方法

エ 実施上の注意

(2) 記載項目ごとの記載内容は、以下を参考とすること。

エ 試験法

試験法の名称、検出器（検出器を特定する必要がある場合に限る）、測定する値

① 液体クロマトグラフィーの場合の例  
液体クロマトグラフィー、紫外吸光度計、ピーク面積

② 紫外可視吸光度測定法の場合の例  
紫外可視吸光度測定法、吸光度

規格値／判定基準

成分の名称、規格値／判定基準、計算式

① 純度試験の類縁物質の場合の例  
○○、△%

○○ (%) = . . . .

② 定量法の場合の例

□□ (%) = . . . .

ウ 分析方法

試料溶液、標準溶液、試験条件等

① 液体クロマトグラフィーの場合の例

試料溶液：本品を . . . (約□mg/mL)

標準溶液：試料溶液を . . . (約□mg/mL)

注入量：10μL

試験条件

測定波長：210nm

カラム： . . . (充填剤、内径、長さを記載)

カラム温度：40°C

移動相： . . . .

移動相の送液（グラジェントの場合）： . . . .

流量：・・・(〇〇の保持時間△分又は□mL)

システム適合性

システムの性能：・・・

システムの再現性：・・・

② 紫外可視吸光度測定法の場合の例

試料溶液：本品を・・・(約☆mg/mL)

標準溶液：〇〇標準品を・・・(約☆mg/mL)

空試験液：試料溶液と同様操作

試験条件

測定波長：210nm、280nm

対照：空試験液

エ 実施上の注意

精密及び正確に操作する旨、遮光する旨、標準物質の乾燥条件、調製すべき溶液の濃度範囲等

例

- ・ 必要に応じて精密及び正確に操作する。
- ・ 光を避けて操作し、必要に応じて精密及び正確に操作する。
- ・ 〇〇標準品：△℃、□時間乾燥
- ・ 試料溶液の濃度範囲：±5%

(3) 記載項目ごとの記載に関する留意事項は、以下のとおりとすること。

ア 試験法

- ① 試験法の名称は、原則として、日本薬局方の一般試験法名とする。
- ② 液体クロマトグラフィー等の場合には、試験法で「ピーク面積」又は「ピーク高さ」と記載すれば、イ～エの記載でピーク面積又はピーク高さであることが明らかな箇所は、記載を省略することができ

## 4. 規格値/判定基準

る。  
① 規格値/判定基準は、算出方法が把握できるように記載する。

② 計算式が、本品及び標準品の秤取量又は希釈操作を特定したものである場合には、「分析方法」において、本品及び標準品の採取量又は希釈操作を記載する。

## 5. 分析方法

① 試料の採取及び前処理については、試験の種類及び分析対象の特性に応じて記載する。例えば、錠剤の定量試験であれば、サンプリング回数や前処理(粉末後、秤量し、溶解するのかなど)も記載する。

② 試料溶液及び標準溶液の濃度は、中央値で記載する。調製する溶液の濃度範囲は、±10%以内とするが、これより狭い範囲で試験する必要がある場合には、「実施上の注意」に調製すべき溶液の濃度範囲を記載する。

③ 溶液の調製は、一定量の溶媒を加えて溶液を調製する場合と全容が一定となるようにフイルアップして溶液を調製する場合があります。通常、後者を指すが、区別して記載する必要はない。ただし、溶液の調製方法の違いが分析結果に影響を与える場合には、調製方法を特定可能な記載とする。特に、詳細な操作や厳密な濃度、pH、混合比率が精密な分析に必要な場合には、記載の合理化は行わず、従前の記載とする。なお、製品標準書等には、実際にどの方法で調製するかなどの詳細を記載する必要がある。

(4) 具体的な記載例を以下に示す(「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」(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。

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)

純度試験：類縁物質

試験法：液体クロマトグラフィ、紫外吸光度計、ピーク面積

規格値/判定基準：個々の類縁物質0.20%以下、総類縁物質0.5%以下

個々の類縁物質 (%)

$$= 0.5 \left[ \text{換算係数} : 1/200 \text{ (希釈比率)} \times 100 \right] \times \text{試料溶液の個々の類縁物質【のピーク面積 (省略可)】} / \text{標準溶液のオフロキサシン【のピーク面積 (省略可)】}$$

総類縁物質 (%)

$$= 0.5 \times \text{試料溶液の類縁物質【のピーク面積 (省略可)】の合計} / \text{標準溶液のオフロキサシン【のピーク面積 (省略可)】}$$

分析方法

試料溶液：本品を希釈液にて溶解 (0.2mg/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

測定波長：294nm

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

カラム温度：45℃付近

移動相：リン酸でpH2.2に調整した過塩素酸ナトリウム (5.4g/L) 及び酢酸アミノニウム (3.1g/L) 溶液/アセトニトリル混液 (65:12)

流量：オフロキサシンの保持時間約20分

面積測定範囲：溶媒ピークの後からオフロキサシンの保持時間の約1.8倍

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液を希釈液にて20倍希釈した液のオフロキサシンが標準溶液のオフロキサシンの4～6%

システムの性能：オフロキサシン (1µg/mL) 及びオフロキサシン脱メチル体 (0.5µg/mL) の希釈液溶液で、オフロキサシン脱メチル体、オフロキサシンの順に溶出し、分離度2.5以上

システムの再現性：標準溶液のオフロキサシンの相対標準偏差 (繰返し6回) 2.0%以下

#### 実施上の注意

光を避けて操作し、必要に応じて精密及び正確に操作する。

#### 注釈

・「リン酸でpH2.2に調整した過塩素酸ナトリウム (5.4g/L) 及び酢酸アミノニウム (3.1g/L) 溶液/アセトニトリル混液 (65:12)」は、「塩に一定量の水を加え、pH調整した溶液全量を溶媒と混ぜて調製するケース (A)」と「最終的にフィルアップして調製した溶液を溶媒と混ぜて調製するケース (B)」があるが、区別して合理化記載する必要はない。ただし、実際にどちらの方法で調製するかの詳細は製品標準書等に

記載する。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（以下のA又はB）とする。

A：過塩素酸ナトリウム7.0g及び酢酸アンモニウム4.0gを水1300mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.2に調整し、アセトニトリル240mLを加える。（日局オフロキサシンの場合）

B：過塩素酸ナトリウム7.0及び酢酸アンモニウム4.0gを水〇〇〇mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.2に調整した後、水を加えて1300mLとし、アセトニトリル240mLを加える。

・検出の確認における「標準溶液を希釈液にて20倍希釈した液のオフロキサシンが標準溶液のオフロキサシンの4～6%」とは、「標準溶液1mLを正確に量り、希釈液を加えて正確に20mLとし、この液から得たオフロキサシンのピーク面積が、標準溶液のオフロキサシンのピーク面積の4～6%になることを確認する」という操作の合理化した記載例である。

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】

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

試料溶液：アムホテリシンB約50mgをジメチルスルホキシドにて溶解 (約5 mg/mL) し、メタノールにて希釈 (約80 $\mu$ g/mL)

標準溶液 (1)：アムホテリシンB標準品約50mgをジメチルスルホキシドにて溶解 (約5 mg/mL) し、メタノールにて希釈 (約80 $\mu$ g/mL)

標準溶液 (2)：ナイスタチン標準品を試料溶液調製の4倍量のジメチルスルホキシドにて溶解 (約0.5mg/mL) し、メタノールにて希釈 (約8 $\mu$ g/mL)

空試験液：試料溶液と同様操作

試験条件

測定波長：282nm、304nm

対照：空試験液

実施上の注意

必要に応じて精密及び正確に操作する。

#### 注釈

・類似物質の分子式・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5 mg/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ァイアアップするケース(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)におけるナイ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f)を削除又は変更することが

アムホテリシンA (%)

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

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、紫外吸光度計、ピーク面積

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：本品20個以上を粉末とする。粉末に水を加えて分散(エストリオール理論濃度として約0.2mg/mL)させ、5倍量のメタノールを用いる固液分離を3回行い、上澄み液をとる。内標準溶液を加え、メタノールにて希釈(エストリオール約10µg/mL)

標準溶液：エストリオール標準品をメタノールにて溶解させ、内標準溶液を加え、メタノールにて希釈して試料溶液の25倍量とする(エストリオール約10µg/mL)。なお、内標準溶液は、試料溶液におけるエストリオール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：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

測定波長：280nm

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（5

µm）、内径4.6mm、長さ15cm

カラム温度：25℃付近

移動相：水/メタノール混液（51：49）

流量：エストリオールの保持時間約10分

システム適合性

システムの性能：標準溶液で、エストリオール、

内標準物質の順に溶出し、分離度8以上

システムの再現性：標準溶液の内標準物質に対するエストリオールの比の相対標準偏差（繰返し

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。

エストリオール標準品：105℃、3時間乾燥

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4mL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、本品及び標準品の称取量を特定しない場合は、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（%）

$$= \frac{QT}{QS} \times CS / CT \times 100$$

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

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  
( $\mu\text{g/mL}$ )

CS: 標準溶液中のエストリオール濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )