

「規格及び試験方法の設定に関する資料」のチェックリスト

1.全般

| | Yes | No |
|---|-----|----|
| 1 冒頭に販売名を記載しているか | | |
| 2 試験実施場所及び試験条件(温度、湿度)を記載しているか(※) | | |
| 3 試験担当責任者を記載しているか | | |
| 4 試験実施期間を記載しているか | | |
| 5 3ロットの検体名(ロット番号)及び製造年月日を記載しているか | | |
| 6 試験方法を記載しているか(※※) | | |
| 7 使用機器(メーカー名および型番を含む)を記載しているか | | |
| 8 3ロット、各3回測定分の結果を記載しているか | | |
| 9 確認試験及び定量の際、抜き試料溶液の調製方法を記載しているか(※※※) | | |
| 10 「規格及び試験方法」に設定している試験項目全ての結果を記載しているか | | |
| 11 文中と図表の説明が対応しているか。また、図表番号は各々、連番になっているか | | |
| 12 添付する写真やチャート、スペクトル等について、文字のかすれやつぶれがないか。色調等が鮮明であるか | | |
| 13 他社に試験を委託した場合、試験委託契約書の写しを添付しているか | | |

※「常温」(日局通則:15~25℃)を逸脱している場合は、説明を求められることがある。

※※ 試験方法の記載については、「製造販売承認申請書の規格及び試験方法に記載した方法のほか、添付資料中に記載した方法により試験を実施した」のように簡略記載することも可能。

※※※ 全有効成分ではなく、その分析で測定対象とする成分のみを、本品の処方より除いて処方した試料(抜き試料)から調製した溶液を抜き試料溶液とすることが一般的である。

※※※ 内標準法の場合は内標準物質を含む抜き試料を用いること。

2.性状

| | Yes | No |
|-------------------|-----|----|
| 1 色調は幅記載していないか(※) | | |

※ 規格が幅記載である場合においても、実測値においては幅記載を行わないこと。

3.確認試験(※)

| | Yes | No |
|---------------------------|-----|----|
| 1 特異性に関する検討結果を記載しているか(※※) | | |
| 2 色調は幅記載していないか(※※※) | | |

※ 生薬の指標成分ではない成分によって生薬の確認試験が設定されている場合は、理由を記載すること。

※※ 液体クロマトグラフィーによる試験の際、抜き試料において目的成分の近傍にピークが認められる場合は、確認判定に与える影響について説明を追加すること。

※※※ 規格が幅記載である場合においても、実測値においては幅記載を行わないこと。

3-1.薄層クロマトグラフィー

| | | Yes | No |
|---|--|-----|----|
| 1 | 薄層板の商品名及びメーカー名を記載しているか | | |
| 2 | スポットの色調を記載しているか | | |
| 3 | スポットのRf値を記載しているか | | |
| 4 | カラー写真(標準溶液、試料溶液3ロット各1回測定分、抜き試料溶液)を添付しているか(※) | | |

※ 原則、フィルム写真であること。ただし、同等以上の精度、かつ、生データとして信頼性が担保できれば、デジタルカメラで撮影した写真でも差し支えない。

※ 標準品と試料のTLCにおけるスポットのRf値及び色調が一致していることが容易に確認できる写真を添付すること。

※ 実際と写真の色調が極力一致している写真であることが望まれるが、困難な場合は説明を追加すること。

※ 標準溶液及び抜き試料溶液から検出されない成分が試料溶液から検出された場合は、説明を追加すること。(原薬由来の不純物の場合を含む)

※ 試料溶液から検出されない成分が標準溶液または抜き試料溶液から検出されているクロマトグラムを掲載しないこと。

3-2.液体クロマトグラフィー

| | | Yes | No |
|---|--|-----|----|
| 1 | クロマトグラム(標準溶液、試料溶液3ロット各1回測定分、抜き試料溶液)を添付しているか(※) | | |
| 2 | 吸収スペクトル(標準溶液、試料溶液3ロット各1回測定分)を添付しているか | | |
| 3 | ピーク名は正しいか(※※) | | |

※ 同一条件下で行った実験のクロマトグラムにおいて各軸のスケールが統一されていること。

※ 軸ラベルが読みやすい大きさと表記されていること。

※ 標準溶液及び抜き試料溶液から検出されない成分が試料溶液から検出された場合は、説明を追加すること。(原薬由来の不純物の場合を含む)

※ 試料溶液から検出されない成分が標準溶液または抜き試料溶液から検出されているクロマトグラムを掲載しないこと。

※※ 配合する成分名でなく、溶出する成分ピーク名を記載すること。(例:○○塩酸塩→○○)

3-3.呈色試験

| | | Yes | No |
|---|--|-----|----|
| 1 | カラー写真(標準溶液、試料溶液3ロット各1回測定分、抜き試料溶液)を添付しているか(※) | | |

※ 原則、フィルム写真であること。ただし、同等以上の精度、かつ、生データとして信頼性が担保できれば、デジタルカメラで撮影した写真でも差し支えない。

※ 標準品と試料の色調が一致していることが容易に確認できる写真を添付すること。

※ 実際と写真の色調が極力一致している写真であることが望まれるが、困難な場合は説明を追加すること。

4.崩壊試験

| | | Yes | No |
|---|----------------------------------|-----|----|
| 1 | 崩壊時間を記載しているか | | |
| 2 | 補助盤を使用している場合は、補助盤を使用する理由を記載しているか | | |

5.定量(※)

| | Yes | No |
|-------------------------------|-----|----|
| 1 測定条件は製造販売承認申請書の試験条件と一致しているか | | |
| 2 分析法バリデーションの結果を記載しているか | | |

※ 生薬関連製剤において頒布されている指標成分でなく、植物に普遍的に存在する成分等により規格設定されている場合は妥当性について説明を追加すること。

5-1.特異性について

| | Yes | No |
|-------------------|-----|----|
| 1 検討結果を記載しているか(※) | | |

※ 抜き試料において目的成分の近傍にピークが認められる場合は、定量に与える影響について説明を追加すること。

5-2.直線性について(※)

| | Yes | No |
|-----------------------------|-----|----|
| 1 規格範囲全体を含む5水準以上の濃度で検討しているか | | |
| 2 相関係数を記載しているか | | |
| 3 試験方法を記載しているか | | |

※ 一部の試験方法については、直線性に関する資料の提出が不要な場合がある。

5-3.真度について

| | Yes | No |
|-----------------------------|-----|----|
| 1 規格範囲全体を含む3水準以上の濃度で検討しているか | | |
| 2 試験方法を記載しているか | | |

5-4.精度について

| | Yes | No |
|----------------|-----|----|
| 1 試験方法を記載しているか | | |

5-5.実測値

| | Yes | No |
|---|-----|----|
| 1 計算例を記載しているか(1ロット、1回測定分) | | |
| 2 予め標準物質の水分含量や乾燥減量を測定している場合は、使用した標準物質の水分含量や乾燥減量の実測値を記載しているか | | |

5-6.液体クロマトグラフィー

| | | Yes | No |
|---|--|-----|----|
| 1 | 使用したカラムの商品名、カラムの内径、長さ、充填剤の粒径、メーカー名を記載しているか | | |
| 2 | 分析時のカラム温度を記載しているか | | |
| 3 | 分析時の流量を記載しているか | | |
| 4 | クロマトグラム(標準溶液、試料溶液3ロット各1回測定分、抜き試料溶液)を添付しているか(※) また、測定機器から出力された計算結果(保持時間、ピーク面積等)を添付しているか | | |
| 5 | ピーク名は正しいか(※※) | | |
| 6 | システム適合性の結果を添付しているか(※※※) | | |

※ 同一条件下で行った実験のクロマトグラムにおいて各軸のスケールが統一されていること。

※ 軸ラベルが読みやすい大きさと表記されていること。

※ 目的成分及び内標準物質のピークの全容(ピークトップを含む)が表示されていること。

※ 同一ロット内またはロット間のクロマトグラムに差異が認められる場合は説明を追加すること。

※ 吸収極大以外の波長で定量する場合は妥当性について説明を追加すること。

(説明の例:複数の有効成分を同時定量するため、他の添加物等の影響を排除するため)

※ 標準溶液及び抜き試料溶液から検出されない成分が試料溶液から検出された場合は、説明を追加すること。(原薬由来の不純物の場合を含む)

※ 試料溶液から検出されない成分が標準溶液または抜き試料溶液から検出されているクロマトグラムを掲載しないこと。

※※ 配合する成分名でなく、溶出する成分ピーク名を記載すること。(例:○○塩酸塩→○○)

※※※ ピーク面積比だけでなく実測値も記載すること。

5-7.ガスクロマトグラフィー

| | | Yes | No |
|---|---|-----|----|
| 1 | 使用したカラムの商品名、カラムの内径、長さ、カラム膜厚、液相、メーカー名を記載しているか | | |
| 2 | 注入口温度を記載しているか | | |
| 3 | 検出器温度を記載しているか | | |
| 4 | 分析時のカラム温度を記載しているか | | |
| 5 | 分析時の流量を記載しているか | | |
| 6 | クロマトグラム(標準溶液、試料溶液3ロット各1回測定分、抜き試料溶液)を添付しているか(※) また、測定機器から出力された計算結果(保持時間、ピーク面積等)を添付しているか。 | | |
| 7 | ピーク名は正しいか(※※) | | |
| 8 | システム適合性の結果を添付しているか(※※※) | | |

※ 同一条件下で行った実験のクロマトグラムにおいて各軸のスケールが統一されていること。

※ 軸ラベルが読みやすい大きさと表記されていること。

※ 目的成分及び内標準物質のピークの全容(ピークトップを含む)が表示されていること。

※ 同一ロット内またはロット間のクロマトグラムに差異が認められる場合は説明を追加すること。

※ 標準溶液及び抜き試料溶液から検出されない成分が試料溶液から検出された場合は、説明を追加すること。(原薬由来の不純物の場合を含む)

※ 試料溶液から検出されない成分が標準溶液または抜き試料溶液から検出されているクロマトグラムを掲載しないこと。

※※ 配合する成分名でなく、流出する成分ピーク名を記載すること。(例:○○塩酸塩→○○)

※※※ ピーク面積比だけでなく実測値も記載すること。

6.陳述及び記名

| | | Yes | No |
|---|---------------|-----|----|
| 1 | 陳述を記載しているか(※) | | |
| 2 | 記名をしているか(※) | | |

※ 試験を他社に委託している場合は、申請者及び試験受託者それぞれの陳述及び記名が必要である。

7.検体提出

| | | Yes | No |
|---|------------------------------------|-----|----|
| 1 | 健康安全研究センターによる追試が可能となる検体を添付しているか(※) | | |

※ 検体にラベルを貼付の上、以下の数量を提出すること。

| 剤形 | 必要最小量 | 剤形 | 必要最小量 | 剤形 | 必要最小量 |
|--------------|-------|--------|-------|-----------|-------------------------------|
| 錠剤・カプセル剤・分包剤 | 80個 | 軟膏剤 | 100g | テープ剤・パップ剤 | 総面積 1000cm ² 以上 |
| 大入り散剤・顆粒剤・丸剤 | 100g | 坐剤 | 15個 | | |
| 内用液剤 | 100mL | 外用散剤 | 30g | | |
| 外用液剤 | 60mL | エアゾール剤 | 3本 | | |

※ 生薬を配合する医薬品の場合は、上記数量を満たし、かつ総量として20日分以上になる数量とすること。

※ 検体は同一ロットとすること。