

平成 24 年度「分析データ信頼性確保事業」実施の手順

富山県薬事研究所医薬品試験課

1. 参加機関

富山県薬業連合会に加盟する医薬品製造業者の品質管理部門

2. 試験項目

①試料 A の定量及び確認

融点測定用試料の融点

②USP プレドニゾン錠の溶出試験

③ウルソデオキシコール酸の確認、融点、旋光度、定量

3. 配布試料等（カッコ内は目印）

試験項目①

- ・ 試料 A（瓶入り） 30mL×3
- ・ 融点測定用試料 400mg（赤線入り）
- ・ 定量用ナファゾリン塩酸塩 1g（緑線入り）
- ・ クロルフェニラミンマレイン酸塩 1g（青線入り）
- ・ パラオキシ安息香酸エチル（内標準物質）（黒線入り） 1g
- ・ ラウリル硫酸ナトリウム 5g
- ・ TLC プレート 4 枚

試験項目②

- ・ USP プレドニゾン錠 6 錠シート×2
- ・ 定量用プレドニゾン 500mg（黒線入り）

試験項目③

- ・ 検体 6g
- ・ 0.1mol/L 水酸化ナトリウム 1 本

その他

資料（実施の手順、試験法別紙 1、別法 2、別紙 3、報告様式 4 種類）

4. 実施方法及び注意点

試験項目①

- ・ 試料 A は別紙 1 に従い実施します。
- ・ 融点測定用試料の融点は 133℃から 138℃の範囲にあります。
- ・ TLC プレートは試験の直前まで、シリカゲルと共にデシケーター内で保管してください。

- ・指定サイズのカラム以外であっても、保持時間の条件を満たし、かつシステム適合性に適合していれば使用して差し支えありません。
- ・定量試験の標準及び試料の代表的なクロマトチャート、確認試験の写真（TLC）を郵送または電子媒体（1メガ未満）で送付してください。

試験項目②

- ・USP プレドニゾン錠は別紙 2 に従って溶出試験を実施します。
- ・自社の SOP に従って標準溶液を調製する場合は、調製法を備考欄に記載してください。
- ・USP プレドニゾン錠 6 錠を試験した結果、幾何平均及び変動係数が適合基準を満たせば試験を終了、満たさなければ追加で 6 錠の試験を実施します。
- ・配布した標準品は和光純薬試薬です。

試験項目③

- ・ウルソデオキシコール酸は 16 局各条に従って試験を実施します。
- ・確認試験の IR は $1000\sim 1500\text{cm}^{-1}$ 及び $1500\sim 4000\text{cm}^{-1}$ の範囲で、強度の大きいものから順に 5 ピークまでの波数を記入してください。
- ・IR のスペクトルを送付してください。
- ・電位差滴定装置がなければ 15 局の各条定量法で定量してください。その際の指示薬は各社で用意してください。

5. 報告の仕方

- ・報告用データシートは薬業連合会のホームページからダウンロードしてください。
アドレス <http://www.toyama-kusuri.jp/index.html>
- ・報告用データシートは、下記問い合わせ先メールアドレスへ送付してください。

6. 報告期限 9月15日

7. 問い合わせ先

富山県薬事研究所医薬品試験課 寺崎または横田
メール：sachiko.terasaki@pref.toyama.lg.jp
住所：〒939-0363 射水市中太閤山 17-1
富山県薬事研究所医薬品試験課
TEL：0766-56-7478 FAX：0766-56-7285

8. その他

移動相、カラム、メスフラスコ及びメスピペットは各試験室のものを使用して下さい。
各参加機関で準備していない器具については薬事研究所から一部貸出可能です。