

日本薬局方 適合性試験

自動水分測定装置 MOIVO-A19

Japanese Pharmacopoeia The suitability test



◎ 概要

日本薬局方第18改正の水分測定方法においては、試験条件を変更する際の検証手順として、適合性試験が記述されています。
濃グリセリンを模擬的な測定試料として、適合性試験を実施した事例を紹介します。

◎ Summary

In the Water Determination of the Japanese Pharmacopoeia 18th edition, the conformity test is described as a verification procedure when changing the test conditions. We will introduce an example of conducting the suitability test using concentrated glycerin as a simulated measurement sample.

◎ 適合性試験のための測定手順

- ① KF試薬の力価標定をします。
- ② 滴定セルに滴定溶媒50 mLを加え、ブランクを消去します。
- ③ 濃グリセリンを測定します。
- ④ 試料測定後の装置と試薬をそのまま用いて、標準試料(アクアライト水標準品 10)の測定を行います。
サンプリングには別の注射器を用います。
注入量は水分検出量が濃グリセリンの50~100 %となるように調整します。
- ⑤ 標準試料の測定を5回繰り返します。

適合性試験の解析に用いる測定結果

測定回数	標準試料添加量 (g)	添加された水分量 M_{1-x} (mgH ₂ O)	測定された水分量 M_{2-x} (mgH ₂ O)	x軸 添加量累計 (mgH ₂ O)	y軸 測定値累計+M (mgH ₂ O)	水分回収率 r (%)
1	0.6588	6.595	6.566	6.595	15.228	99.57
2	0.7001	7.008	6.994	13.603	22.222	99.80
3	0.6728	6.735	6.651	20.337	28.873	98.76
4	0.6680	6.687	6.624	27.024	35.497	99.06
5	0.7204	7.211	7.136	34.235	42.633	98.96

適合性試験の結果

項目	結果	規格
試料水分量 M (mgH ₂ O)	8.662	5~30 mg
平均水分回収率 R (%)	99.23	97.5~102.5 %
y軸切片 a (mgH ₂ O)	8.715	—
勾配 b	0.991	0.975~1.025
x軸切片 d (mgH ₂ O)	-8.794	—
百分率誤差 $ e_1 $ (%)	0.61	2.5 %以下
百分率誤差 $ e_2 $ (%)	1.52	2.5 %以下

回帰直線の結果

