

Extension of the scope of methods

分析方法の対象の拡張

はじめに

農薬製剤の分析において、分析法の適用範囲の拡張とは、標準化された分析法を、その分析法が最初に認められたマトリックスや濃度範囲とは異なるマトリックスや濃度範囲に適用することと定義できる。このような拡張の必要性は、特定の化合物の共同試験が終了した後に新しい製剤が導入された場合に生じるのが一般的であり、時間的・経済的な制約から、1つの製剤についてのみ新たな共同試験を実施することは不可能である。一方で、試験を行わずに方法を採用することは、標準化の原則に反する。以下に述べる手順により、重要な製剤のための分析方法が標準化されないまま残ることを防ぐことができる。

定義

許容範囲：共同試験で調査した試料中の分析成分の濃度の 50%から 200%の範囲。

小さな変更：試料溶液の調製方法やクロマトグラフィー条件のわずかな変更など、方法の手順のわずかな変更（例えば、HPLC における移動相の濃度を 10%変更すること）。

大きな変更：方法の基本原則の変更および/またはクロマトグラフィー条件の大幅な変更。

特異性試験：通常、ブランク製剤を用いて実施される試験で、新しい製剤に方法を変更せずに適用しても系統的な誤差が発生しないことを実証する。

妥当性検証の試験：少なくとも 2つの試験所で、少なくとも 5つの異なる「新しい」製剤試料を比較する試験である。

大規模試験：CIPAC の標準的な共同試験の要件に従った試験。

手順

- 手順 1 当該製剤の剤型に CIPAC 法が適用できるかを確認する。
- a) 当該剤型に対して CIPAC 法が適用できる : → 手順 2
 - b) 当該剤型に CIPAC 法が適用できない : → 手順 3
- 手順 2 分析対象物の濃度が、元々の試験の試料をカバーする許容範囲内か、範囲外かを確認する。
- a) 範囲内の濃度 : → 手順 7
 - b) 範囲外の濃度 : → 手順 4
- 手順 3 特異性試験を実施する（訳者注：選択性と同義、妨害の有無、ピークの分離を確認）
- a) 他の剤型で認められている方法が適用でき、特異性がある : → 手順 2
 - b) 方法に特異性がない : → 手順 4
- 手順 4 特異性の問題のため、分析方法を変更しなければならない :
- a) 小さな変更該当 : → 手順 5
 - b) 大きな変更該当 : → 手順 6
- 手順 5 妥当性検証の試験
- a) 再現性の数値が元々の試験の数値と同等か、少なくとも通常範囲内であり、方法の採用が可能 : → 手順 7
 - b) 再現性の数値が元々の試験の数値から逸脱している、または通常範囲外である : → 手順 6
- 手順 6 大規模試験
- a) 併行精度および室間再現性の数値が正常範囲（訳者注： $\text{HorRat} \leq 2$ ）にある方法が許容可能 : → 手順 7

b) 併行精度および室間再現性の数値が正常の範囲外の場合：

→ 方法が許容できない

手順7 結果は CIPAC の会議で発表される。

上記のスケジュールから逸脱する理由がある場合は、CIPAC に状況を提示することを勧める。

2000 年 4 月

Flow chart “Extension of scope of methods”：試験方法拡張のフローチャート

