

均質性・安定性試験実施要領-概要-

1. 均質性・安定性試験の計画

均質性試験はIUPACのThe international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratoriesのAppendix A(以下、「IUPACプロトコル」と略す)に従って、安定性試験はISO 13528 附属書Bに従って行うことを原則とし、1試料から2個以上の検体を採取して測定を実施する。但し、技能試験スキームや試料の特性等により、これらに従うことが困難あるいは適切でない場合には、技能試験実行委員会の審議を経て、必要な条件変更を加えてもよい。その場合には、変更した条件とその理由を記録する。

均質性・安定性試験における試料の抜き取りはランダムとする。

抜き取り数は、均質性試験用に10本以上、安定性試験用に3本以上とする。

2. 均質性試験

均質性試験のための抜き取り本数が10本である場合、試験実施協力者は、試料間標準偏差 s_s および試料内標準偏差 s_w を以下の手順で解析する。10本以外の本数の場合は、IUPACプロトコルを参照。

均質性試験データを

$$X_{tk}$$

とする。ここに

t 試料の番号 ($t=1,2,\dots,10$)

k それぞれの試料から分取された検体の番号 ($k=1,2$)

試料の平均値の定義:

$$X_t = (X_{t1} + X_{t2}) / 2 \quad \dots\dots (I)$$

それぞれの試料から分取された検体間の値の差の定義:

$$W_t = |X_{t1} - X_{t2}| \quad \dots\dots (II)$$

総平均を計算する:

$$X_{..} = \sum X_{t.} / 10 \quad \dots\dots (III)$$

試料の平均値の標準偏差を計算する:

$$s_x = \sqrt{\{\sum (X_{t.} - X_{..})^2 / (10 - 1)\}} \quad \dots\dots (IV)$$

試料内標準偏差を計算する:

$$s_w = \sqrt{\{\sum W_t^2 / (20)\}} \quad \dots\dots (V)$$

ここでは試料 ($t=1, 2, \dots, 10$) について集計している。

最終的に、試料間標準偏差を計算する:

$$s_s = \sqrt{\{s_x^2 - (s_w^2 / 2)\}} \quad \dots\dots (VI)$$

均質性試験のための抜き取り本数が10本である場合、均質性評価の基準として、試料間標準偏差 s_s 、試料内標準偏差 s_w 、技能評価の標準偏差 σ_R について、以下の式が成立する場合には、この試料の均質性は技能試験結果の解析に十分なレベルにあると判定する。

<均質性試験の判定基準>

$$s_s \leq \sqrt{\{1.88 \times (0.3\sigma_R)^2 + 1.01 \times s_w^2\}} \quad \dots\dots(\text{VII})$$

10本以外の本数の場合は、IUPACプロトコルを参照。

3. 安定性試験

安定性評価の基準として、安定性期間内各試験日における測定値の平均値の最大値 X_{\max} と安定性期間内各試験日における測定値の平均値の最小値 X_{\min} を比較し、以下の式が成立する場合には、この試料の安定性は技能試験結果の解析に十分なレベルにあると判定する。

<安定性試験の判定基準>

$$X_{\max} - X_{\min} \leq 0.3\sigma_R \quad \dots\dots(\text{VIII})$$

以上