

プラミペキソール塩酸塩LA錠1.5mgMI「JG」の安定性試験(無包装)

1.試験目的

プラミペキソール塩酸塩LA錠1.5mgMI「JG」について、下記条件にて保存した検体について安定性を確認した。

2.保存条件

- ・温度に対する安定性試験: 40°C 3ヵ月 [遮光・気密容器]
- ・湿度に対する安定性試験: 25°C/75%RH 3ヵ月 [遮光・開放]
- ・光に対する安定性試験: 120万lux・hr(3000lux・400hr) 25°C/60%RH [開放]

3.試験項目

性状、純度試験(類縁物質)、溶出試験、定量試験(含量)、硬度試験<参考値>

4.評価方法

「錠剤・カプセル剤の無包装状態での安定性試験法について(答申)」(平成11年8月20日(社)日本病院薬剤師会学術第5小委員会)の評価分類基準に準じる(一部改変)。<安定性の評価基準の項参照>

5.試験結果

		規格	試験開始時	1ヵ月後	3ヵ月後
温度	性状	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠
	純度試験(%)	(1)/(2)	未検出/—	未検出/—	未検出/—
	溶出試験(%) 平均(最小-最大)	2hr 10~30%	16.5(15.8-17.2)	16.0(15.3-16.9)	16.0(15.6-16.6)
		8hr 40~60%	44.4(43.7-45.3)	43.3(42.3-44.5)	43.9(43.3-44.6)
		24hr 75%以上	82.6(81.6-84.0)	81.0(79.8-82.5)	82.6(81.7-83.6)
	定量試験(%) 平均(最小-最大)	表示量の95~105% [開始時100%]	99.8(99.7-99.8) [100]	99.8(99.6-99.9) [100.0]	98.8(98.6-98.9) [99.0]
	硬度試験(kgf)	<参考値>	23.2	23.8	23.7
評価			—	◎	◎
湿度	性状	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠 ¹⁾	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠 ²⁾
	純度試験(%)	(1)/(2)	未検出/—	未検出/—	0.05/0.05
	溶出試験(%) 平均(最小-最大)	2hr 10~30%	16.5(15.8-17.2)	16.6(16.1-17.1)	16.9(16.4-17.5)
		8hr 40~60%	44.4(43.7-45.3)	44.1(43.4-44.6)	44.2(43.3-44.9)
		24hr 75%以上	82.6(81.6-84.0)	82.0(81.0-82.9)	81.4(80.1-82.9)
	定量試験(%) 平均(最小-最大)	表示量の95~105% [開始時100%]	99.8(99.7-99.8) [100]	99.0(98.8-99.2) [99.2]	98.1(98.0-98.2) [98.3]
	硬度試験(kgf)	<参考値>	23.2	11.6	10.0
評価			—	○	○

		規格	試験開始時	30万lux・hr	60万lux・hr	120万lux・hr
光	性状	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠	白色の長楕円形のフィルムコーティング錠
	純度試験(%)	(1)/(2)	未検出/—	<LOQ ³⁾ /—	0.05/0.05	0.08/0.13
	溶出試験(%) 平均(最小-最大)	2hr 10~30%	16.5(15.8-17.2)	16.2(15.5-16.9)	15.9(15.6-16.4)	16.2(15.8-16.9)
		8hr 40~60%	44.4(43.7-45.3)	43.4(42.6-44.2)	42.9(42.1-43.5)	41.9(41.2-42.9)
		24hr 75%以上	82.6(81.6-84.0)	81.0(79.9-82.3)	79.9(78.3-81.1)	78.1(77.5-78.8)
	定量試験(%) 平均(最小-最大)	表示量の95~105% [開始時100%]	99.8(99.7-99.8) [100]	97.3(97.2-97.4) [97.5]	96.3(96.1-96.4) [96.5]	95.3(94.9-95.7) [95.5]
	硬度試験(kgf)	<参考値>	23.2	17.7	16.9	16.2
評価			—	◎	○	△

(1)個々の類縁物質質量0.4%以下 (2)類縁物質の合計量2.0%以下

1)10錠中5錠ひび割れ 2)10錠中8錠ひび割れ 3)<LOQ: 定量限界(0.05%)未満

6.結論

プラミペキソール塩酸塩LA錠1.5mgMI「JG」の安定性試験(無包装)を「錠剤・カプセル剤の無包装状態での安定性情報」に準じて実施・評価したところ、25°C/75%RH1ヵ月において30%以上の硬度低下及び錠剤にひび割れが認められた。累積照射量60万lux・hrにおいて3%以上の含量低下及び120万lux・hrで含量が規格外を示したものが認められた。

安定性の評価基準

安定性の評価は、「錠剤・カプセル剤の無包装状態での安定性試験法について(答申)」に記載された試験項目毎の評価基準に従って行った(一部改変)。

【性状】

分類	評価基準
変化なし	外観上の変化を、ほとんど認めない場合
変化あり(規格内)	わずかな色調変化(退色等)等を認めるが、品質上、問題とならない程度の変化であり、規格を満たしている場合
変化あり(規格外)	形状変化や著しい変化を認め、規格を逸脱している場合

【純度試験】

分類	評価基準
変化なし	規格値内の場合
変化あり(規格外)	規格値外の場合

【崩壊試験】

分類	評価基準
変化なし	規格値内の場合
変化あり(規格外)	規格値外の場合

【溶出試験】

分類	評価基準
変化なし	規格値内の場合
変化あり(規格外)	規格値外の場合

【定量試験】

分類	評価基準
変化なし	含量低下が3%未満の場合
変化あり(規格内)	含量低下が3%以上で、規格値内の場合
変化あり(規格外)	規格値外の場合

【硬度試験】

分類	評価基準
変化なし	硬度変化が30%未満の場合
変化あり(規格内)	硬度変化が30%以上で、硬度が2kg重以上の場合
変化あり(規格外)	硬度変化が30%以上で、硬度が2kg重未満の場合

安定性の評価分類

安定性の評価分類は、原則として無包装状態での安定性試験における、保存条件、試験項目および試験結果から、下記の評価分類に従って分類した。

試験結果	評価
測定された全ての試験項目で変化を認めない	◎
いずれかの試験項目で、「規格内」の変化を認める	○
いずれかの試験項目で、「規格外」の変化を認める	△

※平成11年8月20日付「錠剤・カプセル剤の無包装状態での安定性試験法について(答申)」(日本病院薬剤師会)に準ずる。

平成28年10月