

クロピドグレル錠25mg「科研」
クロピドグレル錠75mg「科研」

安定性試験

発 売 元: 科研製薬株式会社

製造販売元: ダイト株式会社

クロピドグレル錠 25mg「科研」の安定性に関する資料

I. はじめに

クロピドグレル錠 25mg「科研」について、6 ヶ月間の加速試験及び3年間の長期安定性試験を実施した。

II. 安定性試験（加速試験）

【被験薬剤】

クロピドグレル錠 25mg「科研」（製造販売元：ダイト株式会社）

ロット番号：6212001、6212002、6212003

【包装形態】

PTP包装：ポリプロピレンとアルミニウム箔を用いて PTP シートとし、乾燥剤と共にピロー包装して、紙箱に入れたもの。

【保管条件】

温度：40±2℃、湿度：75±5%RH

【試験項目及び測定時期】

クロピドグレル錠 25mg「科研」の規格及び試験方法により行った。

- ①性状
- ②確認試験
- ③純度試験
- ④製剤均一性（含量均一性試験）
- ⑤溶出性
- ⑥定量

測定時期：試験開始時、1、3及び6 ヶ月

【試験期間】

2013年7月～2014年2月

【試験結果】

試験結果を次頁の表1に示した。

【結論】

試験の結果、全てのロットにおいて、いずれの試験項目も承認規格を満たすものであった。従って、本剤は通常の市場流通下において3年間安定であることが推定された。

表 1：クロピドグレル錠 25mg「科研」の安定性試験結果（保存条件：40±2℃、75±5%RH）

包装	時期		開始時			1カ月後			3カ月後			6カ月後			
	試験項目	規格	ロット番号	6212001	6212002	6212003	6212001	6212002	6212003	6212001	6212002	6212003	6212001	6212002	6212003
P T P 包装	性状	白色～微黄白色のフィルムコーティング錠		適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	確認試験	紫外可視吸光度測定法で、標準溶液と同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。		適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	純度試験	RRT約0.3,0.5,0.9：0.3%以下 RRT約2.0：1.2%以下 その他最大：0.1%以下 総類縁物質：1.7%以下		適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	製剤均一性 (含量均一性試験)	日局一般試験法 製剤均一性試験の「含量均一性試験」に適合する。 (15.0%を超えない)		適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	溶出性 ^{a)}	日局一般試験法 溶出試験法に適合する。(30分、70%以上)		78~89%	79~89%	80~89%	86~91%	83~92%	85~92%	76~87%	75~89%	78~88%	73~88%	73~86%	71~86%
	定量 ^{b)}	95.0~105.0%		100.5%	100.5%	100.4%	99.9%	99.5%	99.0%	99.7%	99.3%	98.9%	100.3%	100.3%	99.1%

RRT：相対保持時間

a) 1回6ベッセル、1ロット3回測定 of 最小値～最大値

b) 1ロット3回測定 of 平均値

Ⅲ. 安定性試験（長期保存試験）

【被験薬剤】

クロピドグレル錠 25mg 「科研」（製造販売元：ダイト株式会社）

ロット番号：2120841、2120842、2120843

【包装形態】

PTP 包装：ポリプロピレンとアルミニウム箔を用いて PTP シートとし、乾燥剤と共にピロー包装して、紙箱に入れたもの。

【保管条件】

温度：25±2℃、湿度：60±5%RH

【試験項目及び測定時期】

クロピドグレル錠 25mg 「科研」の規格及び試験方法により行った。

- ①性状
- ②確認試験
- ③純度試験
- ④製剤均一性（含量均一性試験）
- ⑤溶出性
- ⑥定量

測定時期：試験開始時、6、12、18、24 及び 36 ヶ月

【試験期間】

2015 年 6 月～2018 年 6 月

【試験結果】

試験結果を次頁の表 2 に示した。

【結論】

試験の結果、いずれの試験項目ともほとんど変化は認められず安定であった。

従って、通常の流通過程で少なくとも 3 年間の品質保証は可能であることが確認された。

表 2 : クロピドグレレル錠 25mg 「科研」の安定性試験結果（保存条件：25±2℃、60±5%RH）

包装	時期		開始時			6ヵ月後			12ヵ月後		
	試験項目	ロット番号 規格	2120841	2120842	2120843	2120841	2120842	2120843	2120841	2120842	2120843
P T P	性状	白色～微黄白色のフィルムコーティング錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	確認試験	紫外可視吸光度測定法で、標準溶液と同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—
	純度試験 (類縁物質)	RRT約0.3,0.5,0.9：0.3%以下 RRT約2.0：1.2%以下 その他最大：0.1%以下 総類縁物質：1.7%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	製剤均一性 (含量均一性試験)	日局一般試験法 製剤均一性試験の「含量均一性試験」に適合する。(15.0%以下)	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—
	溶出性 ^{a)}	30分間の溶出率は70%以上	83~85%	76~84%	83~88%	88~91%	84~90%	86~92%	81~87%	82~86%	81~87%
	定量 ^{b)}	含量表示量の95.0~105.0%	100.0%	99.1%	100.4%	98.7%	98.0%	99.1%	99.7%	101.1%	101.0%
包装	時期		18ヵ月後			24ヵ月後			36ヵ月後		
	試験項目	ロット番号 規格	2120841	2120842	2120843	2120841	2120842	2120843	2120841	2120842	2120843
P T P	性状	白色～微黄白色のフィルムコーティング錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	確認試験	紫外可視吸光度測定法で、標準溶液と同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	純度試験 (類縁物質)	RRT約0.3,0.5,0.9：0.3%以下 RRT約2.0：1.2%以下 その他最大：0.1%以下 総類縁物質：1.7%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	製剤均一性 (含量均一性試験)	日局一般試験法 製剤均一性試験の「含量均一性試験」に適合する。(15.0%以下)	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	溶出性 ^{a)}	30分間の溶出率は70%以上	91~95%	89~92%	89~94%	90~96%	87~95%	87~97%	90~93%	89~93%	88~93%
	定量 ^{b)}	含量表示量の95.0~105.0%	99.8%	99.8%	100.3%	99.5%	100.2%	102.1%	100.5%	100.5%	101.1%

RRT：相対保持時間

a) 1回6ベッセル、1ロット6回測定 of 最小値～最大値

b) 1ロット3回測定 of 平均値

クロピドグレル錠 75mg「科研」の安定性に関する資料

I. はじめに

クロピドグレル錠 75mg「科研」について、6 ヶ月間の加速試験及び 3 年間の長期安定性試験を実施した。

II. 安定性試験（加速試験）

【被験薬剤】

クロピドグレル錠 75mg「科研」（製造販売元：ダイト株式会社）

ロット番号：6213002、6213003、6213004

【包装形態】

PTP 包装：ポリプロピレンとアルミニウム箔を用いて PTP シートとし、乾燥剤と共にピロー包装して、紙箱に入れたもの。

バラ包装：ポリエチレン製の瓶に入れ、ポリプロピレン（乾燥剤つき）のキャップで密栓し、紙箱に入れたもの。

【保管条件】

温度：40±2℃、湿度：75±5%RH

【試験項目及び測定時期】

クロピドグレル錠 75mg「科研」の規格及び試験方法により行った。

- ①性状
- ②確認試験
- ③純度試験
- ④製剤均一性（含量均一性試験）
- ⑤溶出性
- ⑥定量

測定時期：試験開始時、1、3 及び 6 ヶ月

【試験期間】

2013 年 7 月～2014 年 2 月

【試験結果】

試験結果を次頁の表 3 に示した。

【結論】

試験の結果、全てのロットにおいて、いずれの試験項目も承認規格を満たすものであった。従って、本剤は通常の市場流通下において 3 年間安定であることが推定された。

表3：クロピドグレル錠 75mg「科研」の安定性試験結果（保存条件：40±2°C、75±5%RH）

包装	時期		開始時			1ヵ月後			3ヵ月後			6ヵ月後		
	試験項目	ロット番号 規格	6213002	6213003	6213004	6213002	6213003	6213004	6213002	6213003	6213004	6213002	6213003	6213004
P T P 包装	性状	白色～微黄白色のフィルムコーティング錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	確認試験	紫外可視吸光度測定法で、標準溶液と同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	純度試験	RRT約0.3,0.5,0.9：0.3%以下 RRT約2.0：1.2%以下 その他最大：0.1%以下 総類縁物質量：1.7%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	製剤均一性 (含量均一性試験)	日局一般試験法 製剤均一性試験の「含量均一性試験」に適合する。 (15.0%を超えない)	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	溶出性 ^{a)}	日局一般試験法 溶出試験法に適合する。(45分、80%以上)	87~98%	83~96%	88~101%	94~105%	96~101%	95~101%	94~100%	93~100%	94~99%	93~99%	96~100%	82~100%
	定量 ^{b)}	95.0~105.0%	99.7%	99.5%	99.7%	98.9%	99.3%	98.8%	99.6%	99.5%	99.8%	99.5%	99.3%	99.7%
P ラ 包装	性状	白色～微黄白色のフィルムコーティング錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	確認試験	紫外可視吸光度測定法で、標準溶液と同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	純度試験	RRT約0.3,0.5,0.9：0.3%以下 RRT約2.0：1.2%以下 その他最大：0.1%以下 総類縁物質量：1.7%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	製剤均一性 (含量均一性試験)	日局一般試験法 製剤均一性試験の「含量均一性試験」に適合する。 (15.0%を超えない)	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	溶出性 ^{a)}	日局一般試験法 溶出試験法に適合する。(45分、80%以上)	87~98%	83~96%	88~101%	92~102%	97~101%	96~101%	94~99%	94~100%	97~101%	96~102%	96~102%	100~104%
	定量 ^{b)}	95.0~105.0%	99.7%	99.5%	99.7%	99.1%	98.8%	98.8%	100.3%	100.0%	99.6%	99.6%	99.8%	99.7%

RRT：相対保持時間

a) 1回6ベッセル、1ロット3回測定 of 最小値～最大値

b) 1ロット3回測定 of 平均値

Ⅲ. 安定性試験（長期保存試験）

【被験薬剤】

クロピドグレル錠 75mg 「科研」（製造販売元：ダイト株式会社）

ロット番号

PTP 包装：2130841、2130842、2130843

バラ包装：A、B、C

【包装形態】

PTP 包装：ポリプロピレンとアルミニウム箔を用いて PTP シートとし、乾燥剤と共にピロー包装して、紙箱に入れたもの。

バラ包装：ポリエチレン製の瓶に入れ、ポリプロピレン（乾燥剤つき）のキャップで密栓し、紙箱に入れたもの。

【保管条件】

温度：25±2℃、湿度：60±5%RH

【試験項目及び測定時期】

クロピドグレル錠 75mg 「科研」の規格及び試験方法により行った。

- ①性状
- ②確認試験
- ③純度試験
- ④製剤均一性（含量均一性試験）
- ⑤溶出性
- ⑥定量

測定時期：試験開始時、6、12、18、24 及び 36 ヶ月

【試験期間】

2015 年 2 月～2018 年 6 月

【試験結果】

試験結果を次頁の表 4,5 に示した。

【結論】

試験の結果、いずれの試験項目ともほとんど変化は認められず安定であった。

従って、通常の流通過程で少なくとも 3 年間の品質保証は可能であることが確認された。

表 4 : クロピドグレル錠 75mg 「科研」の安定性試験結果 (PTP 包装、保存条件 : 25±2°C、60±5%RH)

包装	時期		開始時			6ヵ月後			12ヵ月後		
	試験項目	ロット番号 規格	2130841	2130842	2130843	2130841	2130842	2130843	2130841	2130842	2130843
PTP	性状	白色～微黄白色のフィルムコーティング錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	確認試験	紫外可視吸光度測定法で、標準溶液と同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—
	純度試験 (類縁物質)	RRT約0.3,0.5,0.9 : 0.3%以下 RRT約2.0 : 1.2%以下 その他最大 : 0.1%以下 総類縁物質質量 : 1.7%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	製剤均一性 (含量均一性試験)	日局一般試験法 製剤均一性試験の「含量均一性試験」に適合する。(15.0%以下)	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—
	溶出性 ^{a)}	30分間の溶出率は70%以上	90~94%	90~93%	90~94%	99~102%	100~102%	100~102%	99~101%	98~100%	100~101%
	定量 ^{b)}	含量表示量の95.0~105.0%	99.6%	99.6%	99.9%	99.7%	99.4%	100.2%	99.5%	99.5%	99.7%
包装	時期		18ヵ月後			24ヵ月後			36ヵ月後		
	試験項目	ロット番号 規格	2130841	2130842	2130843	2130841	2130842	2130843	2130841	2130842	2130843
PTP	性状	白色～微黄白色のフィルムコーティング錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	確認試験	紫外可視吸光度測定法で、標準溶液と同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	純度試験 (類縁物質)	RRT約0.3,0.5,0.9 : 0.3%以下 RRT約2.0 : 1.2%以下 その他最大 : 0.1%以下 総類縁物質質量 : 1.7%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	製剤均一性 (含量均一性試験)	日局一般試験法 製剤均一性試験の「含量均一性試験」に適合する。(15.0%以下)	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	溶出性 ^{a)}	30分間の溶出率は70%以上	100~104%	100~101%	99~103%	99~101%	100~102%	100~101%	100~101%	100~101%	100~101%
	定量 ^{b)}	含量表示量の95.0~105.0%	100.5%	100.4%	100.9%	99.6%	98.6%	99.0%	99.2%	98.7%	99.5%

RRT : 相対保持時間

a) 1回6ベッセル、1ロット6回測定 of 最小値～最大値

b) 1ロット3回測定 of 平均値

表 5 : クロピドグレル錠 75mg 「科研」の安定性試験結果（バラ包装、保存条件：25±2℃、60±5%RH）

包装	時期		開始時			6ヵ月後			12ヵ月後		
	試験項目	ロット番号 規格	A	B	C	A	B	C	A	B	C
バラ	性状	白色～微黄白色のフィルムコーティング錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	確認試験	波長269～273nm及び276～280nmに吸収の極大を示す	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—
	純度試験 (類縁物質)	RRT約0.3,0.5,0.9：0.3%以下 RRT約2.0：1.2%以下 その他最大：0.1%以下 総類縁物質：1.7%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	製剤均一性 (含量均一性試験)	日局一般試験法 製剤均一性試験の「含量均一性試験」に適合する。(15.0%以下)	適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—
	溶出性 ^{a)}	30分間の溶出率は70%以上	91～93%	94～97%	92～97%	92～93%	94～96%	93～95%	95～96%	94～96%	93～95%
	定量 ^{b)}	含量表示量の95.0～105.0%	100.2%	100.3%	100.7%	98.9%	98.8%	99.2%	101.3%	100.0%	99.2%
包装	時期		18ヵ月後			24ヵ月後			36ヵ月後		
	試験項目	ロット番号 規格	A	B	C	A	B	C	A	B	C
バラ	性状	白色～微黄白色のフィルムコーティング錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	確認試験	波長269～273nm及び276～280nmに吸収の極大を示す	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	純度試験 (類縁物質)	RRT約0.3,0.5,0.9：0.3%以下 RRT約2.0：1.2%以下 その他最大：0.1%以下 総類縁物質：1.7%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	製剤均一性 (含量均一性試験)	日局一般試験法 製剤均一性試験の「含量均一性試験」に適合する。(15.0%以下)	—	—	—	—	—	—	適合	適合	適合
	溶出性 ^{a)}	30分間の溶出率は70%以上	93～95%	92～95%	92～94%	93～96%	93～95%	93～95%	98～99%	99～100%	99～100%
	定量 ^{b)}	含量表示量の95.0～105.0%	100.8%	98.5%	100.1%	101.1%	102.2%	102.7%	101.4%	101.1%	100.9%

RRT：相対保持時間

a) 1回6ベッセル、1ロット6回測定 of 最小値～最大値

b) 1ロット3回測定 of 平均値