

シルデナフィル錠 50mgVI「DK」の 安定性に関する資料（長期保存試験）

【はじめに】

シルデナフィルクエン酸塩製剤であるシルデナフィル錠 50mgVI「DK」の市販後の安定性を、長期保存試験により確認した。

【試験内容】

試験製剤	紙箱入りの PTP 包装（試料番号：A、B、C）
保存条件	温度：25±1℃、湿度：60±5%RH
保存期間	開始時、3、6、9、12、18、24、30 及び 36 カ月 ^{注1)}
試験項目	性状、確認試験（1）、確認試験（2）、純度試験、製剤均一性試験（質量偏差試験）、溶出試験、定量試験

注1) 確認試験（2）及び製剤均一性試験（質量偏差試験）は、開始時、12、24 及び 36 カ月

【試験結果】

試験結果を別紙に示した。

【結論】

シルデナフィル錠 50mgVI「DK」の市販後の安定性を検討するため、長期保存試験（25±1℃、60±5%RH、保存期間 36 カ月）を行った結果、全ての試験項目について規格内であった。従って、通常の市場流通下において 3 年間安定であることが確認された。

別紙

1.性状

規格	淡赤色の円形のフィルムコーティング錠である		
試料番号 保存期間	A	B	C
開始時	適合	適合	適合
3 ヶ月	—注 2)	—注 2)	—注 2)
6 ヶ月	適合	適合	適合
9 ヶ月	—注 2)	適合	適合
12 ヶ月	適合	適合	適合
18 ヶ月	適合	適合	適合
24 ヶ月	適合	適合	適合
30 ヶ月	適合	適合	適合
36 ヶ月	適合	適合	適合

注 2) 未実施

2.確認試験

(1) 紫外可視吸光度測定法

規格	波長 290～294nm に吸収の極大を示す		
試料番号 保存期間	A	B	C
開始時	適合	適合	適合
3 ヶ月	—注 2)	—注 2)	—注 2)
6 ヶ月	適合	適合	適合
9 ヶ月	—注 2)	適合	適合
12 ヶ月	適合	適合	適合
18 ヶ月	適合	適合	適合
24 ヶ月	適合	適合	適合
30 ヶ月	適合	適合	適合
36 ヶ月	適合	適合	適合

注 2) 未実施

(2) 赤外吸収スペクトル測定法 (ATR 法)

規格	波数 3610cm ⁻¹ 、3300cm ⁻¹ 、1700cm ⁻¹ 、1358cm ⁻¹ 、1279cm ⁻¹ 、1252cm ⁻¹ 、1216cm ⁻¹ 、1173cm ⁻¹ 、1027cm ⁻¹ 及び 940cm ⁻¹ 付近に吸収を認める		
試料番号 保存期間	A	B	C
開始時	適合	適合	適合
12 ヶ月	適合	適合	適合
24 ヶ月	適合	適合	適合
36 ヶ月	適合	適合	適合

3. 純度試験

規格	類縁物質 液体クロマトグラフィー： 試料溶液のシルデナフィル以外のピーク面積は、標準溶液のシルデナフィルのピーク面積の 1/5 より大きくない (0.1%) 試料溶液のシルデナフィル以外のピークの合計面積は、標準溶液のシルデナフィルのピーク面積の 2 倍より大きくない (1.0%)		
試料番号 保存期間	A	B	C
開始時	適合	適合	適合
3 ヶ月	—注 2)	—注 2)	—注 2)
6 ヶ月	適合	適合	適合
9 ヶ月	—注 2)	適合	適合
12 ヶ月	適合	適合	適合
18 ヶ月	適合	適合	適合
24 ヶ月	適合	適合	適合
30 ヶ月	適合	適合	適合
36 ヶ月	適合	適合	適合

注 2) 未実施

4. 製剤均一性 (質量偏差試験)

規格	質量偏差試験を行うとき、適合する		
試料番号 保存期間	A	B	C
開始時	適合	適合	適合
12 ヶ月	適合	適合	適合
24 ヶ月	適合	適合	適合
36 ヶ月	適合	適合	適合

5. 溶出試験 (%) ^{注3)}

規格	5 分間の溶出率：85%以上		
試料番号 保存期間	A	B	C
開始時	101.3 ^{注4)}	101.1～103.3	100.3～101.2
3 カ月	— ^{注2)}	— ^{注2)}	— ^{注2)}
6 カ月	99.9～102.7	101.1～102.7	99.6～101.3
9 カ月	— ^{注2)}	102.0～104.0	101.4～103.1
12 カ月	99.8～101.0	99.9～101.6	98.4～100.9
18 カ月	101.8～102.7	100.8～102.7	99.8～103.0
24 カ月	98.6～102.5	100.1～102.3	101.0～102.0
30 カ月	99.9～101.7	100.0～101.4	98.1～100.5
36 カ月	100.2～101.4	99.0～101.2	100.0～101.4

注2) 未実施

注3) 1回測定 (6 ベッセル) の最小値～最大値

注4) 1回測定 (6 ベッセル) の平均値

6. 定量試験 (%) ^{注5)}

規格	含有率：95.0～105.0%		
試料番号 保存期間	A	B	C
開始時	100.0 ^{注6)}	102.4 ^{注6)}	101.9 ^{注6)}
3 カ月	— ^{注2)}	— ^{注2)}	— ^{注2)}
6 カ月	99.9～100.4	99.4～99.7	99.8～100.5
9 カ月	— ^{注2)}	99.0～99.7	98.3～99.2
12 カ月	99.2～100.7	99.9～100.4	99.5～100.1
18 カ月	98.0～98.8	97.4～99.0	97.5～98.7
24 カ月	97.7～98.0	97.3～97.9	97.2～98.6
30 カ月	99.2～99.6	98.2～99.5	97.9～99.0
36 カ月	98.7～99.9	98.7～99.2	99.4～99.8

注2) 未実施

注5) 3回測定 of 最小値～最大値

注6) 1回測定