

**フルチカゾン点鼻液 50  $\mu$ g 「ｲｲ」 56 噴霧用の安定性に関する資料**  
**(承認申請時の加速試験データ)**

コーアイセイ株式会社

試験方法：フルチカゾン点鼻液 50  $\mu$ g 「ｲｲ」 56 噴霧用の製造承認申請書の「規格及び試験方法」欄に記載した試験方法による。

検 体：3 検体（ロット 4、ロット 5、ロット 6）

保存条件：40℃ 75%RH

試験期間：6 ヲ月間

測定時期：開始時、1 ヲ月目及び 3 ヲ月目、6 ヲ月目の計 4 回

経時試験結果

【A】性状

実施値 (40℃75%RH保存)

| 試験時期  | 測定回数 | ロット4            | ロット5            | ロット6            |
|-------|------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 試験開始時 | 1回目  | 白色懸濁液で、特異なおいがある | 白色懸濁液で、特異なおいがある | 白色懸濁液で、特異なおいがある |
|       | 2回目  | 同上              | 同上              | 同上              |
|       | 3回目  | 同上              | 同上              | 同上              |
| 1ヶ月目  | 1回目  | 白色懸濁液で、特異なおいがある | 白色懸濁液で、特異なおいがある | 白色懸濁液で、特異なおいがある |
|       | 2回目  | 同上              | 同上              | 同上              |
|       | 3回目  | 同上              | 同上              | 同上              |
| 3ヶ月目  | 1回目  | 白色懸濁液で、特異なおいがある | 白色懸濁液で、特異なおいがある | 白色懸濁液で、特異なおいがある |
|       | 2回目  | 同上              | 同上              | 同上              |
|       | 3回目  | 同上              | 同上              | 同上              |
| 6ヶ月目  | 1回目  | 白色懸濁液で、特異なおいがある | 白色懸濁液で、特異なおいがある | 白色懸濁液で、特異なおいがある |
|       | 2回目  | 同上              | 同上              | 同上              |
|       | 3回目  | 同上              | 同上              | 同上              |

(2) 判定

本品は 40℃75%RH の保存条件で 6 ヶ月間にわたって、経時変化はほとんど認められない。

【B】赤外吸収スペクトル測定法による確認試験

(1) 実施値 (40℃75%RH保存) 開始時

| 試験時期  | 測定試料 | 測定回数 | 波数 (cm <sup>-1</sup> )                            |
|-------|------|------|---------------------------------------------------|
| 試験開始時 | ロット4 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|       |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|       |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|       | ロット5 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|       |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|       |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|       | ロット6 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|       |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|       |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |

(2) 実施値 (40°C75%RH保存) 1ヵ月目

| 試験時期 | 測定試料 | 測定回数 | 波数 (cm <sup>-1</sup> )                            |
|------|------|------|---------------------------------------------------|
| 1ヵ月目 | ロット4 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      | ロット5 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      | ロット6 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |

(3) 実施値 (40°C75%RH保存) 3ヵ月目

| 試験時期 | 測定試料 | 測定回数 | 波数 (cm <sup>-1</sup> )                            |
|------|------|------|---------------------------------------------------|
| 3ヵ月目 | ロット4 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      | ロット5 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      | ロット6 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |

(4) 実施値 (40°C75%RH保存) 6ヵ月目

| 試験時期 | 測定試料 | 測定回数 | 波数 (cm <sup>-1</sup> )                            |
|------|------|------|---------------------------------------------------|
| 6ヵ月目 | ロット4 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      | ロット5 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      | ロット6 | 1回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 2回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |
|      |      | 3回目  | 1745.5 1701.1 1662.5 1616.2 1070.4<br>991.3 736.8 |

(5) 判定

本品は 40°C75%RHの保存条件で 6 ヶ月間にわたって、経時変化はほとんど認められない。

【C】紫外可視吸光度測定法による確認試験

(1) 実測値 (40℃75%RH保存)

| 試験時期  | 測定試料 | ロット4    | ロット5    | ロット6    |
|-------|------|---------|---------|---------|
| 試験開始時 | 1回目  | 236.0nm | 236.1nm | 236.1nm |
|       | 2回目  | 236.0nm | 235.8nm | 236.1nm |
|       | 3回目  | 236.1nm | 235.8nm | 236.1nm |
| 1ヶ月目  | 1回目  | 236.2nm | 235.9nm | 236.1nm |
|       | 2回目  | 236.0nm | 236.3nm | 236.0nm |
|       | 3回目  | 235.9nm | 236.1nm | 235.8nm |
| 3ヶ月目  | 1回目  | 236.1nm | 236.2nm | 236.1nm |
|       | 2回目  | 236.3nm | 236.0nm | 236.3nm |
|       | 3回目  | 236.3nm | 236.0nm | 236.3nm |
| 6ヶ月目  | 1回目  | 236.3nm | 236.0nm | 236.0nm |
|       | 2回目  | 236.1nm | 236.1nm | 236.2nm |
|       | 3回目  | 235.8nm | 236.2nm | 236.0nm |

(2) 判定

本品は40℃75%RHの保存条件で6ヶ月間にわたって、経時変化はほとんど認められない。

【D】薄層クロマトグラフ法による確認試験

(1) 実測値 (40℃75%RH保存)

R f 値

| 試験時期  | 測定試料 | 1回目  | 2回目  | 3回目  |
|-------|------|------|------|------|
| 試験開始時 | ロット4 | 0.40 | 0.40 | 0.38 |
|       | ロット5 | 0.41 | 0.40 | 0.38 |
|       | ロット6 | 0.42 | 0.40 | 0.39 |
|       | 標準溶液 | 0.40 | 0.39 | 0.39 |
| 1ヶ月目  | ロット4 | 0.39 | 0.40 | 0.42 |
|       | ロット5 | 0.39 | 0.40 | 0.42 |
|       | ロット6 | 0.39 | 0.40 | 0.42 |
|       | 標準溶液 | 0.39 | 0.40 | 0.41 |
| 3ヶ月目  | ロット4 | 0.40 | 0.44 | 0.40 |
|       | ロット5 | 0.40 | 0.44 | 0.41 |
|       | ロット6 | 0.40 | 0.44 | 0.41 |
|       | 標準溶液 | 0.40 | 0.44 | 0.40 |
| 6ヶ月目  | ロット4 | 0.41 | 0.41 | 0.40 |
|       | ロット5 | 0.40 | 0.40 | 0.40 |
|       | ロット6 | 0.40 | 0.40 | 0.40 |
|       | 標準溶液 | 0.42 | 0.41 | 0.40 |

(2) 判定

本品は40℃75%RHの保存条件で6ヶ月間にわたって、経時変化はほとんど認められない。



【E】 pH

(1) 実測値 (40℃75%RH保存)

| 試験時期  | 測定回数 | ロット4 | ロット5 | ロット6 |
|-------|------|------|------|------|
| 試験開始時 | 1回目  | 5.96 | 5.96 | 5.97 |
|       | 2回目  | 5.96 | 5.96 | 5.97 |
|       | 3回目  | 5.96 | 5.96 | 5.97 |
| 1ヶ月目  | 1回目  | 5.94 | 5.94 | 5.92 |
|       | 2回目  | 5.93 | 5.94 | 5.94 |
|       | 3回目  | 5.93 | 5.94 | 5.95 |
| 3ヶ月目  | 1回目  | 5.88 | 5.84 | 5.83 |
|       | 2回目  | 5.89 | 5.84 | 5.86 |
|       | 3回目  | 5.85 | 5.86 | 5.87 |
| 6ヶ月目  | 1回目  | 5.62 | 5.69 | 5.64 |
|       | 2回目  | 5.63 | 5.71 | 5.64 |
|       | 3回目  | 5.65 | 5.66 | 5.67 |

(2) 判定

本品は 40℃75%RHの保存条件で 6ヶ月間にわたって、徐々に下がっているが規格範囲以内であった。

【F】噴射量

(1) 実測値 (40°C75%RH保存)

| 試験時期  | 測定回数 | 項目    | ロット4     | ロット5     | ロット6     |
|-------|------|-------|----------|----------|----------|
| 試験開始時 | 1回目  | 減重量   | 0.9895 g | 1.0287 g | 0.9635 g |
|       |      | 1回噴射量 | 99m g    | 103m g   | 96m g    |
|       | 2回目  | 減重量   | 0.9772 g | 0.9950 g | 1.0416 g |
|       |      | 1回噴射量 | 98m g    | 100m g   | 104m g   |
|       | 3回目  | 減重量   | 1.0061 g | 0.9892 g | 0.9717 g |
|       |      | 1回噴射量 | 101m g   | 99m g    | 97m g    |
| 1ヶ月目  | 1回目  | 減重量   | 0.9163 g | 1.0236 g | 0.9340 g |
|       |      | 1回噴射量 | 92m g    | 102m g   | 93m g    |
|       | 2回目  | 減重量   | 0.9266 g | 0.9125 g | 1.0200 g |
|       |      | 1回噴射量 | 93m g    | 91m g    | 102m g   |
|       | 3回目  | 減重量   | 1.0557 g | 0.9497 g | 1.0103 g |
|       |      | 1回噴射量 | 106m g   | 95m g    | 101m g   |
| 3ヶ月目  | 1回目  | 減重量   | 1.0316 g | 0.9219 g | 1.0754 g |
|       |      | 1回噴射量 | 103m g   | 92m g    | 108m g   |
|       | 2回目  | 減重量   | 0.9762 g | 1.0198 g | 1.0120 g |
|       |      | 1回噴射量 | 98m g    | 102m g   | 101m g   |
|       | 3回目  | 減重量   | 0.9830 g | 0.9796 g | 0.9455 g |
|       |      | 1回噴射量 | 98m g    | 98m g    | 95m g    |
| 6ヶ月目  | 1回目  | 減重量   | 0.9842 g | 0.9472 g | 0.9477 g |
|       |      | 1回噴射量 | 98m g    | 95m g    | 95m g    |
|       | 2回目  | 減重量   | 0.9784 g | 0.9653 g | 0.9673 g |
|       |      | 1回噴射量 | 98m g    | 97m g    | 97m g    |
|       | 3回目  | 減重量   | 1.0080 g | 0.9860 g | 0.9911 g |
|       |      | 1回噴射量 | 101m g   | 99m g    | 99m g    |

(2) 判定

本品は 40°C75%RHの保存条件で6ヶ月間にわたって、経時変化はほとんど認められない。

【G】定量法

(1) 実測値 (40℃75%RH保存)

| 試験時期  | 測定回数 | 表示量に対する含有量 (%) |        |        |
|-------|------|----------------|--------|--------|
|       |      | ロット4           | ロット5   | ロット6   |
| 試験開始時 | 1回目  | 101.33         | 102.75 | 102.19 |
|       | 2回目  | 101.62         | 101.47 | 101.36 |
|       | 3回目  | 101.11         | 101.56 | 100.80 |
|       | 平均   | 101.35         | 101.93 | 101.45 |
| 1ヶ月目  | 1回目  | 101.84         | 99.58  | 102.27 |
|       | 2回目  | 103.39         | 101.42 | 102.35 |
|       | 3回目  | 102.27         | 103.26 | 100.39 |
|       | 平均   | 102.50         | 101.42 | 101.67 |
| 3ヶ月目  | 1回目  | 100.16         | 99.44  | 100.75 |
|       | 2回目  | 100.32         | 99.71  | 100.80 |
|       | 3回目  | 99.37          | 99.87  | 100.26 |
|       | 平均   | 99.95          | 99.67  | 100.60 |
| 6ヶ月目  | 1回目  | 99.27          | 99.44  | 100.28 |
|       | 2回目  | 102.44         | 101.97 | 100.93 |
|       | 3回目  | 100.32         | 99.51  | 99.19  |
|       | 平均   | 100.68         | 100.31 | 100.13 |

(2) 判定

本品は 40℃75%RH の保存条件で 6 ヶ月間にわたって、経時変化はほとんど認められない。

〔8〕 総合評価

本品を 40℃75%RH に保存し、6 ヶ月間にわたって全規格試験項目（性状、確認試験、pH、噴射量及び定量試験）について試験した。その結果、pH は変化が認められたが規格範囲以内であり、問題ないと判断した。

以上のことより、本品の室温保存 3 年間は安定な製品であると推定される。