

1 プレガバリン口腔内崩壊錠

2 Pregabalin Orally Disintegrating Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
4 プレガバリン($C_8H_{17}NO_2$: 159.23)を含む。

5 **製法** 本品は「プレガバリン」をとり、錠剤の製法により製す
6 る。

7 **確認試験** 本品を粉末とし、「プレガバリン」25 mgに対応す
8 る量を取り、メタノール10 mLを加え、よく振り混ぜた後、
9 遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にプレガバリン標
10 準品10 mgをメタノール4 mLに溶かし、標準溶液とする。
11 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により
12 試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマ
13 トグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポッ
14 トする。次にメタノール／アセトニトリル／アンモニア水
15 (28)混液(65:34:1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、
16 薄層板を風乾する。これにニンヒドリンの2-プロパノール
17 ／水混液(4:1)溶液(1→1000)を均等に噴霧した後、風乾す
18 るとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等
19 しい。

20 **純度試験** 類縁物質 本品を粉末とし、「プレガバリン」0.10
21 gに対応する量を取り、移動相Aを加え、かき混ぜた後、移
22 動相Aを加えて50 mLとする。この液を孔径0.45 μ m以下の
23 メンブランフィルターでろ過し、初めのろ液10 mLを除き、
24 次のろ液を試料溶液とする。試料溶液50 μ Lにつき、次の条
25 件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。試
26 料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積
27 百分率法によりそれらの量を求めるとき、プレガバリンに対
28 する相対保持時間約4.7の類縁物質Aのピークの量は1.0%以
29 下、プレガバリン及び上記以外のピークの量は0.2%以下、
30 プレガバリン及び上記以外のピークの合計量は0.3%以下で
31 ある。ただし、類縁物質Aのピーク面積は自動積分法で求め
32 た面積に感度係数0.05を乗じた値とする。

33 試験条件

34 検出器、カラム、カラム温度、移動相、移動相の送液及
35 び流量は定量法の試験条件を準用する。

36 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後27分まで

37 システム適合性

38 検出の確認：試料溶液1 mLに移動相Aを加えて100 mL
39 とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適
40 合性試験用溶液2 mLを正確に量り、移動相Aを加え
41 て正確に20 mLとする。この液50 μ Lから得たプレガ
42 バリンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液の
43 プレガバリンのピーク面積の7～13%になることを
44 確認する。

45 システムの性能：システム適合性試験用溶液50 μ Lにつ
46 き、上記の条件で操作するとき、プレガバリンのピー
47 クの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ
48 3500段以上、2.0以下である。

49 **製剤均一性**〈6.02〉 質量偏差試験又は次の方法による含量均
50 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

51 本品1個をとり、移動相Aを加え、かき混ぜた後、1 mL中
52 にプレガバリン($C_8H_{17}NO_2$)約0.5 mgを含む液となるように

53 移動相Aを加えて正確に V mLとする。この液を孔径0.45
54 μ m以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液10
55 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にプレガバリン
56 標準品(別途「プレガバリン」と同様の方法で水分〈2.48〉を
57 測定しておく)約25 mgを精密に量り、移動相Aに溶かし、正
58 確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50
59 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
60 〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のプレガバリンの
61 ピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

62 プレガバリン($C_8H_{17}NO_2$)の量(mg)

$$63 = M_S \times A_T / A_S \times V / 50$$

64 M_S : 脱水物に換算したプレガバリン標準品の秤取量(mg)

65 試験条件

66 定量法の試験条件を準用する。

67 システム適合性

68 システムの性能：標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で
69 操作するとき、プレガバリンのピークの理論段数及び
70 シンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、1.5以下
71 である。

72 システムの再現性：標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件
73 で試験を6回繰り返すとき、プレガバリンのピーク面
74 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

75 **崩壊性** 別に規定する。

76 **溶出性**〈6.10〉 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
77 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
78 85%以上である。

79 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
80 10 mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルタ
81 ーでろ過する。初めのろ液3 mL以上を除き、次のろ液 V
82 mLを正確に量り、1 mL中にプレガバリン($C_8H_{17}NO_2$)約28
83 μ gを含む液になるように水を加えて正確に V' mLとし、試
84 料溶液とする。別にプレガバリン標準品(別途「プレガバリ
85 ン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約28 mgを
86 精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液5
87 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとし、標準溶液
88 とする。試料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、次
89 の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、
90 プレガバリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

91 プレガバリン($C_8H_{17}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$92 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

93 M_S : 脱水物に換算したプレガバリン標準品の秤取量(mg)

94 C : 1錠中のプレガバリン($C_8H_{17}NO_2$)の表示量(mg)

95 試験条件

96 検出器：紫外吸光度計(測定波長：210 nm)

97 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
98 μ mの液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリ
99 ル化シリカゲルを充填する。

100 カラム温度：35℃付近の一定温度

101 移動相：1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム9.41 g及び
102 トリエチルアミン2 mLを水880 mLに溶かし、リン酸
103 を加えてpH 3.1に調整する。これに液体クロマトグ

ラフィー用アセトニトリル130 mLを加える。
流量：プレガバリンの保持時間が約6分になるように調整する。
システム適合性
システムの性能：標準溶液50 μLにつき、上記の条件で操作するとき、プレガバリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以下である。
システムの再現性：標準溶液50 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、プレガバリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。プレガバリン(C₈H₁₇NO₂)約0.15 gに対応する量を精密に量り、移動相Aを加え、かき混ぜた後、移動相Aを加えて正確に200 mLとする。この液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液10 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にプレガバリン標準品(別途「プレガバリン」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約25 mgを精密に量り、移動相Aに溶かし、正確に25 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のプレガバリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

プレガバリン(C₈H₁₇NO₂)の量(mg)= $M_s \times A_T / A_S \times 8$

M_s：脱水物に換算したプレガバリン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)
カラム：内径4.6 mm、長さ10 cmのステンレス管に3.5 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相A：リン酸二水素カリウム2.6 g及びリン酸水素二カリウム1.4 gを水1000 mLに溶かす。
移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル
移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 10	99	1
10 ~ 15	99 → 75	1 → 25
15 ~ 27	75	25

流量：毎分1.0 mL
システム適合性
システムの性能：標準溶液50 μLにつき、上記の条件で操作するとき、プレガバリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、1.5以下である。
システムの再現性：標準溶液50 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、プレガバリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

貯法 容器 気密容器。

その他

類縁物質Aは、「プレガバリン」のその他を準用する。

9. 01 標準品(1)の項に次を追加する。

プレガバリン標準品

155