

日本薬局方グリメピリド錠

# グリメピリド錠 1mg「オーハラ」の 安定性に関する資料

第一三共エスファ株式会社

# I. 包装状態での安定性

## －加速安定性試験

1. 試験方法：製剤の規格及び試験方法に従う。

保存形態：最終包装製品（PTP包装、バラ包装）

保存条件：40±1℃、75±5%RH

試験項目：性状、純度試験（類縁物質）、確認試験、溶出試験、製剤均一性試験、定量

測定時期：試験開始時、1ヵ月後、3ヵ月後、6ヵ月後

## 2. 試験結果

グリメピリド錠 1mg「オーハラ」の最終包装製品を加速条件下で1、3及び6ヵ月間保存した検体について、製剤の規格及び試験方法により試験した結果、いずれも規格に適合した。

これより、グリメピリド錠 1mg「オーハラ」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測された。

### PTP包装

試験項目〔規格値※1〕	開始時	1ヵ月後	3ヵ月後	6ヵ月後
性状〔淡紅色の割線入り素錠〕	適	適	適	適
純度試験：類縁物質〔※2〕	適	適	適	適
確認試験（薄層クロマトグラフィー）〔※3〕	適	適	適	適
溶出試験（%）〔※4〕	適	適	適	適
製剤均一性試験（%）〔15%以内〕	適	適	適	適
定量※5〔95.0～105.0%〕（平均含有率（%）±C.V.）	100.9±0.7	100.8±0.7	100.7±0.6	100.4±0.5

### バラ包装

試験項目〔規格値※1〕	開始時	1ヵ月後	3ヵ月後	6ヵ月後
性状〔淡紅色の割線入り素錠〕	適	適	適	適
純度試験：類縁物質〔※2〕	適	適	適	適
確認試験（薄層クロマトグラフィー）〔※3〕	適	適	適	適
溶出試験（%）〔※4〕	適	適	適	適
製剤均一性試験（%）〔15%以内〕	適	適	適	適
定量※5〔95.0～105.0%〕（平均含有率（%）±C.V.）	100.9±0.7	99.9±0.6	100.2±0.6	100.0±0.6

※1：規格値は試験実施時の規格値

※2：スルホンアミド体 0.8%以下、スルホンアミド体以外合計 1.0%以下、各々0.3%以下及び類縁物質合計 1.5%以下

※3：紫外線（主波長：254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの色調及びRf値は等しい。

※4：pH7.5（リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液）、50rpm、15分間、75%以上

※5：3Lotの平均値

## 一 長期保存試験

### 1. 試験方法：製剤の規格及び試験方法に従う。

保存形態：最終包装製品（PTP 包装、バラ包装）

保存条件：温度なりゆき、湿度なりゆき

試験項目：性状、確認試験、純度試験、製剤均一性試験、溶出試験、定量

※測定時期 1 年後より日本薬局方「グリメピリド錠」の項に準じ試験を実施した。

測定時期：試験開始時、1 年後、2 年後、3 年後、4 年後の 5 時点（現在、3 年後まで終了）

### 2. 試験結果

グリメピリド錠 1mg「オーハラ」（PTP 包装、バラ包装）について、温度なりゆき、湿度なりゆきの条件下において、4 年保存の長期保存試験を行った。試験開始 3 年後の時点で、いずれの試験項目についても、開始時からの変化は認められず、規格に適合するものであった。

これより、グリメピリド錠 1mg「オーハラ」は、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。

#### PTP 包装

試験項目〔規格値〕	開始時	1 年後	2 年後	3 年後
性状〔淡紅色の割線入り素錠〕	適	適	適	適
確認試験：薄層クロマトグラフィー〔※1〕	適			
純度試験：類縁物質〔※2〕	適	適	適	適
製剤均一性試験〔15.0%以内〕	適			
溶出試験〔pH7.5、50rpm、15 分、75%以上〕	適	適	適	適
定量（%）〔※3〕	101.0	100.7	101.2	100.6

#### バラ包装

試験項目〔規格値〕	開始時	1 年後	2 年後	3 年後
性状〔淡紅色の割線入り素錠〕	適	適	適	適
確認試験：薄層クロマトグラフィー〔※1〕	適			
純度試験：類縁物質〔※2〕	適	適	適	適
製剤均一性試験〔15.0%以内〕	適			
溶出試験〔pH7.5、50rpm、15 分、75%以上〕	適	適	適	適
定量（%）〔※3〕	100.6	100.6	102.3	101.2

※1：紫外線（主波長：254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの色調及び Rf 値は等しい。

※2：試験開始時：スルホンアミド体 0.8%以下、スルホンアミド体以外合計 1.0%以下、各々 0.3%以下及び類縁物質合計 1.5%以下

1 年後以降：相対保持時間約 0.3 の類縁物質 2.6%以下、相対保持時間約 0.3 以外の類縁物質各々 0.3%以下、相対保持時間約 0.3 以外の類縁物質合計 1.0%以下及び類縁物質合計 3.0%以下

※3：試験開始時：95.0～105.0%

1 年後以降：93.0～107.0%

## II. 無包装状態での安定性

### 一 苛酷試験

検体：グリメピリド錠 1mg 「オーハラ」

#### 1. 温度に対する安定性

保存条件：40±2℃、遮光（褐色ガラス瓶）、気密容器

試験項目〔規格値〕	開始時	3 ヶ月後
性状〔淡紅色の割線入り素錠〕	適	適
残存率（％）	100.0	99.5
溶出試験〔※1〕	適	適
硬度（Kp）（参考値）	4.6	4.1
純度試験〔※2〕	適	適

#### 2. 湿度に対する安定性

保存条件：25±2℃、75±5%RH、遮光（褐色ガラス瓶）、開放

試験項目〔規格値〕	開始時	3 ヶ月後
性状〔淡紅色の割線入り素錠〕	適	適
残存率（％）	100.0	99.4
溶出試験〔※1〕	適	適
硬度（Kp）（参考値）	4.6	3.4
純度試験〔※2〕	適	適

#### 3. 光に対する安定性

保存条件：曝光（3000Lux）、25℃、60%RH、シャーレ、開放

試験項目〔規格値〕	開始時	120 万 Lux・hr
性状〔淡紅色の割線入り素錠〕	適	適
残存率（％）	100.0	100.2
溶出試験〔※1〕	適	適
硬度（Kp）（参考値）	4.6	4.3
純度試験〔※2〕	適	適

※1：pH7.5（リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液）、50rpm、15 分間、80%以上  
（日本薬局方外医薬品規格第 3 部「グリメピリド錠 1mg」の溶出規格）

※2：スルホンアミド体 0.8%以下、スルホンアミド体以外合計 1.0%以下、  
各々 0.3%以下及び類縁物質合計 1.5%以下

GLI1TST1409