

2020年5月作成(第1版)

グリメピリド錠 3mg 「オーハラ」の
安定性試験について（加速、長期、無包装）

共創未来ファーマ株式会社

<加速試験（試験実施期間：2008年7月22日～2009年6月23日）>

1. 試験方法：製剤の規格及び試験方法に従う。

・ 保存形態：

PTP包装：PTP（ポリ塩化ビニルフィルム、アルミ箔）包装し、紙箱に入れ封をした。

バラ包装：ポリエチレン製容器に入れ、ポリプロピレン製キャップで封をした。

・ 保存条件：40℃(±1℃), 75%RH(±5%RH)

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

・ 試験期間：開始時、1ヵ月、3ヵ月、6ヵ月

2. 試験結果

グリメピリド錠 3mg「オーハラ」のそれぞれの最終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 3mg「オーハラ」は室温で 3年間は安定であると推測される。

PTP 包装

試験項目	40℃(±1℃), 75%RH(±5%RH)			
	開始時	1ヵ月	3ヵ月	6ヵ月
性状	微黄白色の割線入りの素錠であった。	変化なし	変化なし	変化なし
確認試験：薄層クロマトグラフィー	適	適	適	適
純度試験：類縁物質	適	適	適	適
含量均一性試験	適	適	適	適
溶出試験 ^{*1}	適	適	適	適
定量 ^{*2} (平均含有率(%)±C.V.)	100.0±0.4	99.9±0.5	99.7±0.1	100.0±0.1

※3Lot の平均値

バラ包装

試験項目	40℃(±1℃), 75%RH(±5%RH)			
	開始時	1ヵ月	3ヵ月	6ヵ月
性状	微黄白色の割線入りの素錠であった。	変化なし	変化なし	変化なし
確認試験：薄層クロマトグラフィー	適	適	適	適
純度試験：類縁物質	適	適	適	適
含量均一性試験	適	適	適	適
溶出試験 ^{*1}	適	適	適	適
定量 ^{*2} (平均含有率(%)±C.V.)	100.0±0.4	99.4±0.5	99.3±0.4	99.4±0.5

※3Lot の平均値

＜長期保存試験（試験実施期間：2010年10月1日～2014年9月25日）＞

1. 試験方法：製剤の規格及び試験方法に従うほか、14ヵ月目以降は日局「グリメピリド錠」に従う。

・保存形態：

PTP包装：PTP包装品を紙箱に入れ保存

バラ包装：ポリエチレン容器包装品を紙箱に入れ保存

・保存条件：なりゆき温度・湿度

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

・試験期間：開始時、14ヵ月、24ヵ月、36ヵ月、48ヵ月

2. 試験結果

PTP包装

Lot.No.	試験項目	性状	確認試験	純度試験（類縁物質）				含量均一性試験	溶出試験	定量
				①スルホンアミド体: 0.8%以下	②スルホンアミド体以外合計: 1.0%以下	③スルホンアミド体以外各々: 0.3%以下	④類縁合計: 1.5%以下			
	規格 試験期間	微黄白色の割線入りの素錠である。	※1					判定値： 15.0%以下	60分間： 80%以上	95.0～ 105.0%
NM05	イニシャル	適	適	0.0%	0.1%	0.0%	0.2%	1.2%	98.5～99.9%	100.2%
	14M ^{※2}	適		0.1%	0.1%	0.1%	0.2%		77.7～81.8%	99.5%
	24M	適		0.1%	0.1%	0.1%	0.2%		80.1～83.9%	100.1%
	36M	適		0.1%	0.0%	0.0%	0.2%		78.0～83.3%	100.1%
	48M	適		0.1%	0.1%	0.1%	0.2%		80.0～83.3%	99.7%
NM06	イニシャル	適	適	0.0%	0.1%	0.0%	0.1%	1.8%	97.4～98.8%	99.1%
	14M ^{※2}	適		0.1%	0.1%	0.1%	0.2%		75.5～80.2%	99.1%
	24M	適		0.1%	0.1%	0.1%	0.2%		81.9～84.2%	99.9%
	36M	適		0.1%	0.0%	0.1%	0.2%		78.7～80.2%	99.9%
	48M	適		0.1%	0.1%	0.1%	0.2%		82.7～84.5%	100.5%
NM07	イニシャル	適	適	0.1%	0.1%	0.0%	0.2%	1.1%	101.1～102.6%	100.1%
	14M ^{※2}	適		0.1%	0.1%	0.1%	0.2%		76.6～81.0%	100.7%
	24M	適		0.2%	0.1%	0.1%	0.2%		82.7～84.9%	100.6%
	36M	適		0.1%	0.0%	0.0%	0.2%		80.7～85.3%	100.5%
	48M	適		0.1%	0.1%	0.2%	0.3%		79.4～85.3%	100.4%

※1：確認試験

薄層クロマトグラフィー：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。

※2：14M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。

【日局16局】純度試験（類縁物質）：①グリメピリドに対する相対保持時間約0.3:2.6%以下、②グリメピリド及びグリメピリドに対する相対保持時間約0.3以外各々0.3%以下、③グリメピリド及びグリメピリドに対する相対保持時間約0.3以外合計1%以下、④グリメピリド以外合計3%以下
溶出性：30分間に70%以上／定量法：93.0～107.0%

バラ包装

Lot.No.	試験項目	性状	確認試験	純度試験（類縁物質）				含量均一性試験	溶出試験	定量
	規格 試験期間	微黄白色の割線入りの素錠である。	※1	①スルホンアミド体: 0.8%以下	②スルホンアミド体以外合計: 1.0%以下	③スルホンアミド体以外各々: 0.3%以下	④類縁合計: 1.5%以下	判定値: 15.0%以下	60分間: 80%以上	95.0~ 105.0%
NM08	イニシャル		適	適	0.1%	0.1%	0.1%	0.2%	1.5%	100.5~102.8%
	14M ^{※2}	適		0.1%	0.1%	0.2%	0.2%		72.9~81.6%	98.9%
	24M	適		0.2%	0.1%	0.1%	0.2%		82.9~84.1%	99.5%
	36M	適		0.2%	0.0%	0.0%	0.2%		81.2~86.0%	99.8%
	48M	適		0.2%	0.1%	0.1%	0.2%		81.3~84.0%	100.3%

※1：確認試験

薄層クロマトグラフィー：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。

※2：14M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。

【日局16局】純度試験（類縁物質）：①グリメピリドに対する相対保持時間約0.3:2.6%以下、②グリメピリド及びグリメピリドに対する相対保持時間約0.3以外各々:0.3%以下、③グリメピリド及びグリメピリドに対する相対保持時間約0.3以外合計:1%以下、④グリメピリド以外合計:3%以下
溶出性：30分間に70%以上／定量法：93.0~107.0%

< 苛酷（無包装）安定性試験 >

1. 試験目的及び試験方法

下記試料を下記保存条件下で保存した検体について安定性を確認した。

保存条件

- 1) 加温条件...40°C±2°C、3ヶ月、遮光・気密容器(褐色ガラス瓶)
- 2) 加湿条件...25°C±2°C、75%RH±5%RH、3ヶ月、遮光(褐色ガラス瓶)・開放
- 3) 曝光条件...3,000Lux(25°C、60%RH)、17日間(総照射量120万Lux・hr)、シャーレ・開放

品質評価方法

下記試料の製造販売承認書記載の規格及び試験方法に準拠して、性状、溶出性、含量等を試験した。

2. 試料

グリメピリド錠 3mg 「オーハラ」	Lot No.GL304
--------------------	--------------

3. 試験結果

品名	保存条件		性状 (n=1)	溶出性* (%) (n=1)	硬度 (kp) (n=5)	純度試験(n=1)			残存率 (%) (n=3)	
						シス体 (%)	類縁物質(%)			
							スルホン アミド体	その他 (最大)		合計
グリメピリド錠 3mg 「オーハラ」	保存開始時		微黄白色の片面割 線入り素錠	99.3	6.1	N.D.	0.079	N.D.	0.079	100.0
	1)加温 条件	40°C 3ヶ月後	変化なし	96.6	6.0	N.D.	0.288	N.D.	0.288	100.2
	2)加湿 条件	75%RH 3ヶ月後	変化なし	101.4	4.4	N.D.	0.089	N.D.	0.089	99.8
	3)曝光 条件	120万lux・hr	変化なし	104.2	5.7	N.D.	0.082	0.034	0.116	100.7

※ 公的溶出試験(試験液：pH7.5のリン酸水素二ナトリウム・ケン酸緩衝液)における60分間の平均溶出率80%以上(溶出規格)
N.D.: 定量限界(0.02%)以下

4. 結論

本製剤はいずれの保存条件においてもほとんど変化を認めなかった。



製造販売元 **大原薬品工業株式会社**
滋賀県甲賀市甲賀町鳥居野121-15

販売元

共創未来ファーマ株式会社
東京都品川区広町1-4-4

gliOH3-KATAMA①