

グリメピリド錠 1mg 「三和」  
安定性試験（加速試験）

（株）三和化学研究所

2010年10月7日

## 【目的】

グリメピリド錠 1mg「三和」の安定性を評価するために安定性試験（加速試験）を実施した。加速試験は平成3年2月15日薬審第43号「医薬品の製造（輸入）承認申請に際して添付すべき安定性試験成績の取扱いについて」に基づいて実施した。

## 【方法】

### 1. 使用検体及びロット番号

グリメピリド錠 1mg「三和」                      ロット番号：14HK1、15HK1、28HK1

### 2. 保存方法

製剤の保存方法を表1に示す。

表1 製剤の保存方法

保存条件	包装形態	保存期間
40 (±1) °C、 75 (±5) %RH	①気密容器 (PTP包装+アルミ袋)	開始時、2ヵ月、
	②気密容器(ガラス瓶+ブリキ製キャップ 500錠)	4ヵ月及び6ヵ月

### 3. 試験項目

試験項目及び保存期間を表2に示す。

表2 試験項目

試験項目		包装形態	開始時	2ヵ月	4ヵ月	6ヵ月
性状	外観	①	○	○	○	○
		②		○	○	○
確認試験	薄層クロマトグラフィー	①	○	○	○	○
		②		○	○	○
純度試験	液体クロマトグラフィー 注)	①	○	○	○	○
		②		○	○	○
製剤均一性		①	○	—	—	○
		②		—	—	○
溶出性		①	○	○	○	○
		②		○	○	○
定量		①	○	○	○	○
		②		○	○	○

○：測定実施 各ロット3回の測定を実施した

注) グリメピリド類縁物質を測定

(1)グリメピリドスルホンアミド体 (2)グリメピリドウレタン体 (3)グリメピリド以外の合計

## 【試験結果】

試験結果を表3、4に示す。

性状及び確認試験は経時変化が認められなかった。純度試験は、グリメピリドスルホンアミド体及びグリメピリド以外の合計は増加傾向であったが規格範囲内の変動であった。製剤均一性は、保存期間を通じて判定基準を満たしていた。溶出性及び定量は保存期間を通じてほとんど変化が認められず、規格範囲内であった。

【結論】

今回の試験結果より、グリメピリド錠 1mg「三和」は最終包装形態（PTP 包装＋アルミ袋及びガラス瓶＋ブリキ製キャップ）において通常の市場流通下で 3 年間安定であることが推測された。

表 3 グリメピリド錠 1mg「三和」（PTP 包装＋アルミ袋）安定性試験結果

試験項目	ロット番号	保存期間				
		開始時	2 ヶ月	4 ヶ月	6 ヶ月	
性状	14HK1	割線を有するだ円の微紅色の錠剤	同左	同左	同左	
	15HK1	割線を有するだ円の微紅色の錠剤	同左	同左	同左	
	28HK1	割線を有するだ円の微紅色の錠剤	同左	同左	同左	
確認試験	14HK1	各スポットの R <sub>f</sub> 値は等しかった	同左	同左	同左	
	15HK1	各スポットの R <sub>f</sub> 値は等しかった	同左	同左	同左	
	28HK1	各スポットの R <sub>f</sub> 値は等しかった	同左	同左	同左	
純度試験 (%)	(1)	14HK1	0.06～0.08	0.29～0.30	0.50～0.51	0.69～0.70
		15HK1	0.06～0.07	0.29～0.30	0.47～0.48	0.66～0.67
		28HK1	0.06～0.08	0.26～0.27	0.47～0.48	0.67～0.68
	(2)	14HK1	<0.05	同左	同左	同左
		15HK1	<0.05	同左	同左	同左
		28HK1	<0.05	同左	0.05	0.05
	(3)	14HK1	0.06～0.08	0.29～0.30	0.50～0.51	0.69～0.70
		15HK1	0.06～0.07	0.29～0.30	0.48～0.49	0.66～0.67
		28HK1	0.06～0.08	0.30～0.31	0.52～0.53	0.72～0.73
製剤均一性試験 (%)	14HK1	2.21～2.90	—	—	2.11～3.08	
	15HK1	1.25～2.14	—	—	2.96～3.95	
	28HK1	2.93～3.79	—	—	3.28～4.02	
溶出性 (%)	14HK1	87.6～92.3	86.0～91.3	85.1～89.4	84.6～89.5	
	15HK1	87.7～94.1	85.9～94.7	84.7～90.5	83.0～88.6	
	28HK1	86.8～93.7	86.5～92.6	85.6～91.1	85.3～90.1	
定量 (%)	14HK1	97.7～99.6	99.7～101.3	97.6～98.6	97.1～98.4	
	15HK1	98.7～100.8	97.7～98.7	96.8～98.3	96.8～98.0	
	28HK1	97.7～99.2	97.1～100.6	97.7～98.7	97.2～98.7	

純度試験、製剤均一性試験、溶出性及び定量の値は各ロットの最小値と最大値を示す。

純度試験の値は本剤の試験溶液のピーク面積値に対する面積百分率を示す。

製剤均一性試験の判定基準は 15%以下<sup>1)</sup>とする。

1) 第十五改正日本薬局方解説書

表4 グリメピリド錠 1mg「三和」(ガラス瓶+ブリキ製キャップ) 安定性試験結果

試験項目	ロット 番号	保存期間				
		開始時	2 ヶ月	4 ヶ月	6 ヶ月	
性状	14HK1	割線を有するだ円の微紅色の錠剤	同左	同左	同左	
	15HK1	割線を有するだ円の微紅色の錠剤	同左	同左	同左	
	28HK1	割線を有するだ円の微紅色の錠剤	同左	同左	同左	
確認試験	14HK1	各スポットの R <sub>f</sub> 値は等しかった	同左	同左	同左	
	15HK1	各スポットの R <sub>f</sub> 値は等しかった	同左	同左	同左	
	28HK1	各スポットの R <sub>f</sub> 値は等しかった	同左	同左	同左	
純度試験 (%)	(1)	14HK1	0.06~0.08	0.26~0.28	0.49~0.50	0.63~0.65
		15HK1	0.06~0.07	0.26~0.27	0.47~0.49	0.62~0.64
		28HK1	0.06~0.08	0.24~0.25	0.45~0.46	0.62~0.63
	(2)	14HK1	<0.05	同左	同左	同左
		15HK1	<0.05	同左	同左	同左
		28HK1	<0.05	同左	同左	0.05
	(3)	14HK1	0.06~0.08	0.26~0.28	0.49~0.50	0.63~0.65
		15HK1	0.06~0.07	0.26~0.27	0.47~0.50	0.62~0.64
		28HK1	0.06~0.08	0.27~0.28	0.49~0.50	0.67~0.68
製剤均一性試験 (%)	14HK1	2.21~2.90	—	—	2.92~3.04	
	15HK1	1.25~2.14	—	—	1.69~2.67	
	28HK1	2.93~3.79	—	—	3.24~4.30	
溶出性 (%)	14HK1	87.6~92.3	84.5~88.7	84.9~89.6	84.9~89.4	
	15HK1	87.7~94.1	85.2~90.0	84.8~90.3	83.7~91.1	
	28HK1	86.8~93.7	85.7~89.5	85.2~90.1	83.7~90.2	
定量 (%)	14HK1	97.7~99.6	99.1~100.3	97.8~99.1	97.4~98.2	
	15HK1	98.7~100.8	98.1~99.4	97.7~98.2	97.3~97.9	
	28HK1	97.7~99.2	97.8~99.7	98.2~98.6	96.7~97.9	

純度試験、製剤均一性試験、溶出性及び定量の値は各ロットの最小値と最大値を示す。

純度試験の値は本剤の試験溶液のピーク面積値に対する面積百分率を示す。

製剤均一性試験の判定基準は 15%以下<sup>1)</sup>とする。

1) 第十五改正日本薬局方解説書