

## 安定性に関する資料 ～長期安定性試験～

### 1. グリメピリド錠 0.5mg 「フェルゼン」

検 体 グリメピリド錠 0.5mg 「フェルゼン」

・ロット番号： A、 B、 C

・包装形態： PTP 包装（ポリ塩化ビニルフィルム＋アルミニウム箔）

保管条件 温度：25±2℃、湿度：60±5%RH

#### 試験項目・測定時期

グリメピリド錠 0.5mg 「フェルゼン」 の規格および試験方法に基づいて実施した。

- 1) 性状 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 2) 確認試験（赤外吸収スペクトル測定法） …… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 3) 純度試験 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 4) 製剤均一性（含量均一性試験）\* …………… 試験開始時、3年後
- 5) 溶出性 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 6) 定 量 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後

\* 製剤均一性： 製造時における個々の錠剤の含量の均一性を検査するものであるため、試験開始時と3年後の2時点のみとした。

試験結果 試験結果を表1に示した。

本試験の結果、全てのロットにおいて、いずれの試験項目も承認規格を満たすものであった。従って、本剤は通常遭遇する環境下では、使用期限の3年間は安定な製剤であることが確認された。

表1 結果 (グリメピリド錠0.5mg「フェルゼン」・長期安定性試験)

試験項目	規格	ロット番号	開始時			1年後			2年後			3年後					
			A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C			
性状	白色の素錠		適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
確認試験	波数 3370cm <sup>-1</sup> , 3290cm <sup>-1</sup> , 2930cm <sup>-1</sup> , 1708cm <sup>-1</sup> , 1674cm <sup>-1</sup> , 1347cm <sup>-1</sup> , 1156cm <sup>-1</sup> 及び618cm <sup>-1</sup> 付近に吸収を認める		適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
純度試験※1 (類縁物質)	①スルホンアミド体：2.6%以下		適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	②GLM及び①以外：各0.3%以下		適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	③GLM及び①以外：合計1.0%以下		適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	④GLM以外：合計3.0%以下		適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
製剤均一性試験 (含量均一性試験)	15.0%を超えない		適合	適合	適合	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
溶出性※2	15分間の溶出率が75%以上 試験法：パドル法、50rpm 試験液：pH7.5、900mL		89~91%	85~89%	88~91%	87~89%	87~90%	85~87%	80~84%	84~88%	82~86%	86~88%	84~87%	82~86%	86~88%	84~87%	82~86%
定量※3	93.0~107.0%		100.8%	99.7%	101.0%	100.4%	100.1%	99.9%	100.7%	100.4%	100.0%	99.9%	100.4%	100.0%	99.9%	99.5%	101.0%

※1：1ロット1回測定 of 平均値 ※2：1回6ベッセル、1ロット1回測定 of 最小値~最大値 ※3：1ロット1回測定 of 平均値

凡例 GLM：グリメピリド

## 2. グリメピリド錠 1mg「フェルゼン」

検 体 グリメピリド錠 1mg「フェルゼン」

- ・ロット番号： A、 B、 C
- ・包装形態： PTP 包装（ポリ塩化ビニルフィルム＋アルミニウム箔）

保管条件 温度：25±2℃、湿度：60±5%RH

### 試験項目・測定時期

グリメピリド錠 1mg「フェルゼン」の規格および試験方法に基づいて実施した。

- 1) 性状 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 2) 確認試験（赤外吸収スペクトル測定法） …… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 3) 純度試験 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 4) 製剤均一性（含量均一性試験）\* …………… 試験開始時、3年後
- 5) 溶出性 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 6) 定 量 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後

\*製剤均一性： 製造時における個々の錠剤の含量の均一性を検査するものであるため、試験開始時と3年後の2時点のみとした。

試験結果 試験結果を表 2 に示した。

本試験の結果、全てのロットにおいて、いずれの試験項目も承認規格を満たすものであった。従って、本剤は通常遭遇する環境下では、使用期限の3年間は安定な製剤であることが確認された。

表2 結果（グリメピリド錠1mg「フェルゼン」・長期安定性試験成績）

試験項目	規格	時期			開始時			1年			2年			3年		
		A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
性状	淡紅色の割線入り素錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
確認試験	波数 3370cm <sup>-1</sup> , 3290cm <sup>-1</sup> , 2930cm <sup>-1</sup> , 1708cm <sup>-1</sup> , 1674cm <sup>-1</sup> , 1347cm <sup>-1</sup> , 1156cm <sup>-1</sup> 及び618cm <sup>-1</sup> 付近に吸収を認める	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
純度試験※1 (類縁物質)	①スルホンアミド体：2.6%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	②GLM及び①以外：各0.3%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	③GLM及び①以外：合計1.0%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	④GLM以外：合計3.0%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
製剤均一性試験 (含量均一性試験)	15.0%を超えない	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
溶出性※2	15分間の溶出率が75%以上 試験法：パドル法、50rpm 試験液：pH7.5、900mL	86-88%	85-88%	87-90%	81-84%	78-80%	80-83%	83-86%	79-83%	77-81%	84-86%	79-81%	84-86%	79-81%	79-81%	79-81%
定量※1	93.0~107.0%	99.6%	99.0%	100.1%	101.1%	99.6%	99.4%	101.9%	99.1%	98.5%	99.7%	98.4%	99.7%	98.4%	100.6%	100.6%

※1：1ロット1回測定 of 平均値 ※2：1回6ベッセル、1ロット1回測定 of 最小値～最大値  
凡例 GLM：グリメピリド

### 3. グリメピリド錠 3mg 「フェルゼン」

検 体 グリメピリド錠 3mg 「フェルゼン」

- ・ロット番号： A、 B、 C
- ・包装形態： PTP 包装（ポリ塩化ビニルフィルム＋アルミニウム箔）

保管条件 温度：25±2℃、湿度：60±5%RH

#### 試験項目・測定時期

グリメピリド錠 3mg 「フェルゼン」の規格および試験方法に基づいて実施した。

- 1) 性状 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 2) 確認試験（赤外吸収スペクトル測定法）… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 3) 純度試験 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 4) 製剤均一性（含量均一性試験）\* …………… 試験開始時、3年後
- 5) 溶出性 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後
- 6) 定 量 …………… 試験開始時、1年後、2年後、3年後

\*製剤均一性：製造時における個々の錠剤の含量の均一性を検査するものであるため、試験開始時と3年後の2時点のみとした。

試験結果 試験結果を表3に示した。

本試験の結果、全てのロットにおいて、いずれの試験項目も承認規格を満たすものであった。従って、本剤は通常遭遇する環境下では、使用期限の3年間は安定な製剤であることが確認された。

表3 結果（グリメピリド錠3mg「フェルゼン」・長期安定性試験）

試験項目	規格	時期			開始時			1年			2年			3年		
		A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
性状	微黄白色の割線入り素錠	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
確認試験	波数 3370cm <sup>-1</sup> , 3290cm <sup>-1</sup> , 2930cm <sup>-1</sup> , 1708cm <sup>-1</sup> , 1674cm <sup>-1</sup> , 1347cm <sup>-1</sup> , 1156cm <sup>-1</sup> 及び618cm <sup>-1</sup> 付近に吸収を認める	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
純度試験※1 (緑線物質)	①スルホンアミド体：2.6%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	②GLM及び①以外：各0.3%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	③GLM及び①以外：合計1.0%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
	④GLM以外：合計3.0%以下	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
製剤均一性試験 (含量均一性試験)	15.0%を超えない	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合	適合
溶出性※2	30分間の溶出率が70%以上 試験法：パドル法、50rpm 試験液：pH7.5、900mL	91~92%	83~87%	86~87%	85~86%	76~78%	85~87%	85~86%	85~86%	81~85%	81~83%	81~85%	81~83%	79%	84~85%	84~85%
定量※1	93.0~107.0%	98.6%	101.0%	100.1%	100.4%	101.3%	100.4%	100.4%	98.8%	101.1%	99.4%	100.1%	99.4%	99.8%	99.3%	99.3%

※1：1ロット1回測定 of 平均値 ※2：1回6ベッセル、1ロット1回測定 of 最小値~最大値  
凡例 GLM：グリメピリド