

## ビルダグリプチン錠 50mg「ZE」の加速試験に関する資料

全星薬品工業株式会社  
医 薬 情 報 部

### 1. 検体

ビルダグリプチン錠 50mg「ZE」(1錠中、ビルダグリプチン 50mg 含有)3ロット(VG50-R001、VG50-R002、VG50-R003)

### 2. 包装形態

検体に PTP 包装 (ポリプロピレンフィルム及びアルミニウム箔) した後、アルミニウム箔製の袋に入れ密封したもの (以下、AL 包装と略記) 及び乾燥剤を備えたポリエチレン容器にポリエチレン緩衝材を入れポリプロピレンキャップで密栓したもの (以下、バラ包装と略記)。

### 3. 保存条件と保存期間

上記の包装形態について、40℃ (±2℃)、75%RH (±5%RH) 下で 1、3、6 箇月間保存した。

### 4. 測定項目及び測定方法

ビルダグリプチン錠 50mg「ZE」の規格及び試験方法に従って、次の項目について試験を行った。

#### (1) 性状

[規格] 白色～微黄白色の片面割線入りの素錠

#### (2) 確認試験 液体クロマトグラフィー

[規格] 試料溶液から得たビルダグリプチンに相当するピークの保持時間は、標準溶液から得たビルダグリプチンのピークの保持時間に一致する

#### (3) 純度試験 類縁物質

[規格] ビルダグリプチンに対する相対保持時間約 0.61 のピークの量は 1.0%以下、相対保持時間約 2.02 のピークの量は 0.4%以下である。その他の個々の類縁物質の量は 0.2%以下であり、ビルダグリプチン以外のピークの合計量は 2.0%以下である。ただし、ビルダグリプチンに対する相対保持時間約 0.68 のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数 0.6 を乗じた値とする。

#### (4) 製剤均一性 含量均一性試験

[規格] 15.0%以下

#### (5) 溶出性

[規格] 15 分 : 85%以上

#### (6) 定量法

[規格] 95.0～105.0%

### 5. 試験時期と試験回数

開始時及び 6 箇月後の試験において、全ての試験項目で各ロットにつきそれぞれ 3 回ずつ試験を行った。1 箇月、3 箇月の試験については、純度試験及び定量法については各ロットにつきそれぞれ 3 回ずつ、それ以外は 1 回ずつ試験を行った。確認試験については、物質をその特性に基づいて確認する定性試験であり、含量の著しい低下がない限り規格に適合しない可能性は低く、定量を各測定時点において実施していること、また、製剤均一性については主として製造時のバラツキを試験するための項目であるため、含量低下が認められない限り変化しないと考えられることから、1 箇月及び 3 箇月後での測定は省略した。

6. 結果

表 1~8 に示すとおりであり、AL 包装及びバラ包装についていずれも本剤の規格に適合した。

7. 結論

本品の AL 包装及びバラ包装を 40℃ (±2℃)、75%RH (±5%RH) 下で 6 箇月間保存し、経時的安定性を試験したところ、いずれの試験項目においても変化を認めず、規格に適合し安定であった。

表 1 性状

形態	時期	ロット番号		
		VG50-R001	VG50-R002	VG50-R003
AL 包装	開始時	白色の片面割線入りの素錠であった	白色の片面割線入りの素錠であった	白色の片面割線入りの素錠であった
	1 箇月後	同上	同上	同上
	3 箇月後	同上	同上	同上
	6 箇月後	同上	同上	同上
バラ包装	開始時	白色の片面割線入りの素錠であった	白色の片面割線入りの素錠であった	白色の片面割線入りの素錠であった
	1 箇月後	同上	同上	同上
	3 箇月後	同上	同上	同上
	6 箇月後	同上	同上	同上

表 2 確認試験 液体クロマトグラフィー

形態	時期	ロット番号		
		VG50-R001	VG50-R002	VG50-R003
包 A 装 L	開始時	適合した	適合した	適合した
	6 箇月後	適合した	適合した	適合した
包 バ 装 ラ	開始時	適合した	適合した	適合した
	6 箇月後	適合した	適合した	適合した

表 3 純度試験 類縁物質 (ロット番号 VG50-R001)

形態	時期	不純物の相対保持時間			
		0.61 (%)	2.02 (%)	その他最大 (%)	合計 (%)
AL 包装	開始時	<0.05	<0.05	<0.05	0.00
	1 箇月後	0.09	<0.05	0.06~0.07	0.15~0.17
	3 箇月後	0.19	0.08	0.06	0.33
	6 箇月後	0.33	0.14	0.07~0.08	0.54~0.55
バラ包装	開始時	<0.05	<0.05	<0.05	0.00
	1 箇月後	<0.05	<0.05	0.07	0.07
	3 箇月後	0.08	<0.05	0.06	0.19~0.20
	6 箇月後	0.16	0.06	0.06	0.39

表 4 純度試験 類縁物質 (ロット番号 VG50-R002)

形態	時期	不純物の相対保持時間			
		0.61 (%)	2.02 (%)	その他最大 (%)	合計 (%)
A L 包装	開始時	<0.05	<0.05	<0.05	0.00
	1 箇月後	0.09	<0.05	0.06~0.07	0.15~0.17
	3 箇月後	0.20~0.21	0.09	0.06	0.35
	6 箇月後	0.36	0.16	0.08	0.60
バ ラ 包装	開始時	<0.05	<0.05	<0.05	0.00
	1 箇月後	<0.05	<0.05	0.07	0.07
	3 箇月後	0.08	<0.05	0.06	0.15~0.20
	6 箇月後	0.15	0.06	0.06	0.33~0.39

表 5 純度試験 類縁物質 (ロット番号 VG50-R003)

形態	時期	不純物の相対保持時間			
		0.61 (%)	2.02 (%)	その他最大 (%)	合計 (%)
A L 包装	開始時	<0.05	<0.05	<0.05	0.00
	1 箇月後	0.11	<0.05	0.07	0.17~0.18
	3 箇月後	0.27	0.12	0.06	0.44
	6 箇月後	0.46~0.47	0.22	0.09	0.77~0.78
バ ラ 包装	開始時	<0.05	<0.05	<0.05	0.00
	1 箇月後	<0.05	<0.05	0.07	0.07
	3 箇月後	0.08	<0.05	0.06	0.14
	6 箇月後	0.14~0.15	0.06	0.06	0.32~0.37

表 6 製剤均一性 含量均一性試験

形態	時期	ロット番号		
		VG50-R001	VG50-R002	VG50-R003
包A 装L	開始時	適合した	適合した	適合した
	6 箇月後	適合した	適合した	適合した
包バ 装ラ	開始時	適合した	適合した	適合した
	6 箇月後	適合した	適合した	適合した

表7 溶出性

形態	時期	溶出率（%、最小～最大）		
		ロット番号		
		VG50-R001	VG50-R002	VG50-R003
A L 包装	開始時	95.5～100.7	87.2～101.1	94.7～101.2
	1箇月後	94.1～97.8	96.5～98.8	95.4～98.7
	3箇月後	97.2～100.4	92.9～100.5	95.9～100.1
	6箇月後	95.2～102.3	96.8～100.7	96.2～99.2
バ ラ 包装	開始時	95.5～100.7	87.2～101.1	94.7～101.2
	1箇月後	97.7～101.0	98.4～105.1	96.0～101.3
	3箇月後	96.6～100.3	95.7～100.2	90.0～98.2
	6箇月後	92.3～101.8	95.4～100.6	93.2～102.3

表8 定量法

形態	時期	ロット番号					
		VG50-R001		VG50-R002		VG50-R003	
		定量値 (平均) (%)	開始時に対 する割合 (%)	定量値 (平均) (%)	開始時に対 する割合 (%)	定量値 (平均) (%)	開始時に対 する割合 (%)
A L 包装	開始時	99.8	—	99.9	—	99.9	—
	1箇月後	99.7	99.9	99.9	100.0	99.5	99.6
	3箇月後	99.3	99.5	99.4	99.5	98.9	99.0
	6箇月後	99.2	99.4	99.3	99.4	99.3	99.4
バ ラ 包装	開始時	99.8	—	99.9	—	99.9	—
	1箇月後	99.8	100.0	99.7	99.8	99.7	99.8
	3箇月後	99.4	99.6	99.6	99.7	99.3	99.4
	6箇月後	99.4	99.6	99.8	99.9	99.4	99.5