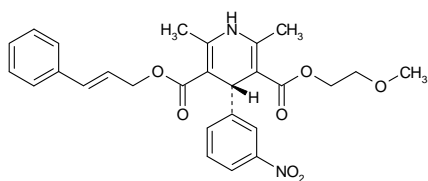


1 シルニジピン

2 Cilnidipine



3 及び鏡像異性体

4 $C_{27}H_{28}N_2O_7$: 492.525 3-(2-Methoxyethyl) 5-[(2*E*)-3-phenylprop-2-en-1-yl] (4*RS*)-

6 2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-

7 dicarboxylate

8 [132203-70-4]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、シルニジピン
10 ($C_{27}H_{28}N_2O_7$) 98.0~102.0 %を含む。

11 **性状** 本品は淡黄色の結晶性の粉末である。12 本品はアセトニトリルに溶けやすく、メタノール又はエタ
13 ノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 本品のアセトニトリル溶液(1→100)は旋光性を示さない。

15 本品は光によって徐々に帯赤黄色となり、分解する。

16 **確認試験**

17 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視
18 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品
19 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシルニジピン標準
20 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較すると
21 き、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸
22 収を認める。

23 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の
24 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと
25 本品の参照スペクトル又は乾燥したシルニジピン標準品のス
26 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと
27 ころに同様の強度の吸収を認める。

28 **融点**(2.60) 107~112 °C29 **純度試験**

30 (1) 重金属(1.07) 本品2.0 gをとり、第4法により操作
31 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
32 ppm以下)。

33 (2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品
34 50 mgをアセトニトリル20 mLに溶かし、移動相を加えて
35 100 mLとし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、
36 移動相を加えて正確に200 mLとし、標準溶液とする。試料
37 溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体
38 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの
39 液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試
40 料溶液のシルニジピンに対する相対保持時間約0.5のピーク
41 面積は、標準溶液のシルニジピンのピーク面積の2/5より
42 大きくなく、試料溶液のシルニジピン及び上記以外のピーク
43 の面積は、標準溶液のシルニジピンのピーク面積の1/5よ
44 り大きくない。また、試料溶液のシルニジピン以外のピーク
45 の合計面積は、標準溶液のシルニジピンのピーク面積より大
46 きくない。ただし、シルニジピンに対する相対保持時間約

47 1.15、約1.6及び約1.7のピーク面積は自動積分法で求めた面
48 積にそれぞれ感度係数1.5、1.4及び1.6を乗じた値とする。

49 **試験条件**50 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
51 の試験条件を準用する。52 面積測定範囲：溶媒のピークの後からシルニジピンの保
53 持時間の約3倍の範囲54 **システム適合性**

55 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

56 検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、移動相を加
57 えて正確に50 mLとする。この液10 μ Lから得たシル
58 ニジピンのピーク面積が、標準溶液のシルニジピンの
59 ピーク面積の7~13 %になることを確認する。60 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
61 で試験を6回繰り返すとき、シルニジピンのピーク面
62 積の相対標準偏差は2.0 %以下である。

63 (3) 残留溶媒 別に規定する。

64 **乾燥減量**(2.41) 0.5 %以下(1 g, 減圧, 60 °C, 3時間)。65 **強熱残分**(2.44) 0.1 %以下(1 g)。

66 **定量法** 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品及びシル
67 ニジピン標準品を乾燥し、その約50 mgずつを精密に量り、
68 それぞれをアセトニトリル20 mLに溶かし、移動相を加えて
69 正確に100 mLとする。この液5 mLずつを正確に量り、それ
70 ぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後、移動相を加えて
71 25 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標
72 準溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
73 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
74 るシルニジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

75 シルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$)の量(mg) = $M_S \times Q_T / Q_S$ 76 M_S : シルニジピン標準品の秤取量(mg)77 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル
78 溶液(1→1000)79 **試験条件**

80 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240 nm)

81 カラム：内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5
82 μ mの液体クロマトグラフィー用パーフルオロヘキシ
83 ルプロピルシリル化シリカゲルを充填する。

84 カラム温度：25 °C付近の一定温度

85 移動相：酢酸ナトリウム三水合物1.36 gを水に溶かし、
86 1000 mLとし、薄めた酢酸(100)(1→100)を加えてpH
87 5.5に調整する。この液400 mLにメタノール600 mL
88 を加える。89 流量：シルニジピンの保持時間が約20分になるように
90 調整する。91 **システム適合性**92 システムの性能：本品に蛍光灯を15000 lx・h照射し、
93 その10 mgをアセトニトリル4 mLに溶かし、移動相
94 を加えて20 mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の
95 条件で操作するとき、シルニジピンとシルニジピンに
96 対する相対保持時間約1.07のピーク分離度は1.5以
97 上である。98 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件

99 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
100 に対するシルニジピンのピーク面積の比の相対標準偏
101 差は1.0 %以下である。

102 **貯法**

103 保存条件 遮光して保存する。

104 容器 気密容器。

105 -----

106 **9. 01 標準品の(1)の項に次を追加する。**

107 シルニジピン標準品

108 **9. 42 クロマトグラフィー用担体／充填剤の項に次を追加する。**

109 パーフルオロヘキシルプロピルシリル化シリカゲル、液体クロ
110 マトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したも
111 の。

112