

ニフェジピン腸溶細粒

Nifedipine Enteric Fine Granules

本品は定量するとき、表示量の 95.0～105.0% に対応するニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆ : 346.33)を含む。

製法 本品は「ニフェジピン」をとり、顆粒剤の製法により製する。

確認試験 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品を粉末とし、表示量に従い「ニフェジピン」3mg に対応する量を取り、メタノール 100mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 335～356nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 1 包の内容物の全量を取り出し、メタノール/水混液(9 : 1)50mL を加え、時々振り混ぜながら 15 分間超音波処理する。更に 15 分間振り混ぜ、1mL 中にニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)約 0.1mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とする。この液を孔径 0.45μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニフェジピンを 105℃ で 2 時間乾燥し、その約 50mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。以下定量法を準用する。

ニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times V / 500$

M_S : 定量用ニフェジピンの秤取量(mg)

溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第 1 液及び溶出試験第 2 液 900mL ずつを用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、試験液に溶出試験第 1 液を用いた場合の 60 分間の溶出率は 15% 以下であり、試験液に溶出試験第 2 液を用いた場合の 30 分間の溶出率は 75% 以上である。

本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の表示量に従いニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)約 20mg に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、試験液を加えて 10mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニフェジピンを 105℃ で 2 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、メタノール 50mL に溶かし、試験液を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のニフェジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)の表示量に対する溶出率(%) = $M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 72$

M_S : 定量用ニフェジピンの秤取量(mg)

M_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 50μL につき、上記の条件で操作するとき、ニフェジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 50μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニフェジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

粒度 (6.03) 試験を行うとき、細粒剤の規定に適合する。

定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品を粉末とし、ニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)約 10mg に対応する量を精密に量り、メタノール/水混液(9 : 1)50mL を加え、15 分間激しく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液を孔径 0.45μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニフェジピンを 105℃ で 2 時間乾燥し、その約 50mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確

46 に量り，メタノールを加えて正確に 100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μ Lずつを正確にとり，
47 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い，それぞれの液のニフェジピンのピーク面積 A_T 及び A_S
48 を測定する．

49 ニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)の量(mg)= $M_S \times A_T / A_S \times 1/5$

50 M_S ：定量用ニフェジピンの秤取量(mg)

51 試験条件

52 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

53 カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
54 リカゲルを充てんする．

55 カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

56 移動相：メタノール／薄めた 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液(1 \rightarrow 5)混液(11：9)にリン酸を加えて
57 pH6.1 に調整する．

58 流量：ニフェジピンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

59 システム適合性

60 システム性能：標準溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，ニフェジピンのピークの理論段数及びシン
61 メトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，1.2 以下である．

62 システム再現性：標準溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニフェジピンのピーク面積の
63 相対標準偏差は 1.0%以下である．

64 貯法

65 保存条件 遮光して保存する．

66 容器 気密容器．

67 -----

68 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する.

69 **ニフェジピン，定量用** $C_{17}H_{18}N_2O_6$ [医薬品各条，「ニフェジピン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ニフ
70 ェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

71 純度試験 類縁物質 本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 25mg を移動相 25mL に溶かし，
72 試料溶液とする．試料溶液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10mL とする．この液 2mL を正確に量り，
73 移動相を加えて正確に 25mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり，次の条件で
74 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す
75 るとき，試料溶液のニフェジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニフェジピンのピーク面積より大きく
76 ない．

77 試験条件

78 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

79 カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化
80 シリカゲルを充てんする．

81 カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

82 移動相：メタノール／薄めた 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液(1 \rightarrow 5)混液(11：9)にリン酸を加えて
83 pH6.1 に調整する．

84 流量：ニフェジピンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

85 面積測定範囲：溶媒のピークの後からニフェジピンの保持時間の約 2 倍の範囲

86 システム適合性

87 検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20mL とする．この液 10 μ L から得たニフ
88 ェジピンのピーク面積が，標準溶液のニフェジピンのピーク面積の 18~32%になることを確認する．

89 システムの性能：標準溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，ニフェジピンのピークの理論段数及び
90 シンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，1.2 以下である．

91 システムの再現性：標準溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニフェジピンのピーク面
92 積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

93

94