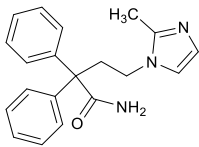


1 イミダフェナシン

2 Imidafenacin



3

4 C₂₀H₂₁N₃O : 319.40

5 4-(2-Methyl-1H-imidazol-1-yl)-2,2-diphenylbutanamide

6 [170105-16-5]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イミダフェ
8 ナシン(C₂₀H₂₁N₃O : 319.40) 98.5 ~ 101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール(99.5)に
11 やや溶けにくく、アセトニトリルに溶けにくく、水にほとん
12 ど溶けない。

13 融点：約195℃

14 本品は結晶多形が認められる。

15 確認試験

16 (1) 本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(1→2000)につき、紫外
17 可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイミダフェナ
19 シン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比
20 較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の
21 強度の吸収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭
23 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本
24 品の参照スペクトル又はイミダフェナシン標準品のスペクト
25 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに
26 同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差
27 を認めるときは、本品及びイミダフェナシン標準品を105℃
28 で2時間乾燥し、デシケーター(シリカゲル)中で放冷したも
29 のにつき、同様の試験を行う。

30 純度試験 類縁物質 本品約10 mgを精密に量り、薄めたリン
31 酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混
32 液(7 : 3)に溶かし、正確に10 mLとし、試料溶液とする。別
33 にイミダフェナシン標準品(別途本品と同様の方法で水分
34 〈2.48〉を測定しておく)約10 mgを精密に量り、薄めたリン
35 酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混
36 液(7 : 3)に溶かし、正確に100 mLとし、標準原液とする。
37 この液2 mLを正確に量り、薄めたリン酸(1→1000)/液体ク
38 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(7 : 3)を加えて正確
39 に20 mLとする。この液2 mLを正確に量り、薄めたリン酸
40 (1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液
41 (7 : 3)を加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。試料溶
42 液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体ク
43 ロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。試料溶液の
44 各々の類縁物質のピーク面積A_{T1}、類縁物質のピーク面積の
45 合計面積A_{T2}及び標準溶液のイミダフェナシンのピーク面積
46 A_Sを自動積分法により測定し、次式により計算するとき、
47 イミダフェナシンに対する相対保持時間約0.30の類縁物質A、

48 約0.92の類縁物質B、約1.34の類縁物質C、約1.63の類縁物
49 質D、約4.06の類縁物質E及びその他の類縁物質の量はそれ
50 ぞれ0.10%以下である。また、類縁物質の合計量は0.30%以
51 下である。ただし、類縁物質A及び類縁物質Eのピーク面積
52 は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数2.2及び1.4を
53 乗じた値とする。

54 個々の類縁物質の量(%) = $M_S / M_T \times A_{T1} / A_S \times 1 / 10$

55 類縁物質の合計量(%) = $M_S / M_T \times A_{T2} / A_S \times 1 / 10$

56 M_S : 脱水物に換算したイミダフェナシン標準品の秤取量
57 (mg)

58 M_T : 本品の秤取量(mg)

59 試験条件

60 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：227 nm)

61 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
62 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
63 化シリカゲルを充填する。

64 カラム温度：30℃付近の一定温度

65 移動相A：1-オクタンスルホン酸ナトリウム2.16 gを薄
66 めたリン酸(1→1000)に溶かし、1000 mLとする。

67 移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

68 移動相C：液体クロマトグラフィー用メタノール

69 移動相の送液：移動相A、移動相B及び移動相Cの混合
70 比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)	移動相C (vol%)
0 ~ 40	60 → 25	25 → 60	15
40 ~ 50	25	60	15

71 流量：毎分1.0 mL

72 面積測定範囲：溶媒のピークの後からイミダフェナシン
73 の保持時間の約5.6倍までの範囲(約50分)

74 システム適合性

75 検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、薄めたリン
76 酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニ
77 トリル混液(7 : 3)を加えて正確に10 mLとする。この液
78 10 µLから得たイミダフェナシンのピーク面積が、標
79 準溶液のイミダフェナシンのピーク面積の40 ~ 60%
80 になることを確認する。

81 システムの性能：パラオキシ安息香酸プロピル10 mgを
82 薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用
83 アセトニトリル混液(7 : 3)に溶かし、100 mLとする。
84 この液2 mLに標準原液2 mL及び薄めたリン酸(1→
85 1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混
86 液(7 : 3)を加えて50 mLとする。この液10 µLにつき、
87 上記の条件で操作するとき、イミダフェナシン、パラ
88 オキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は
89 5以上である。

90 システムの再現性：標準溶液10 µLにつき、上記の条件
91 で試験を6回繰り返すとき、イミダフェナシンのピー
92 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

93 水分〈2.48〉 0.30%以下(0.3 g、容量滴定法、直接滴定)。

94 強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。

95 定量法 本品及びイミダフェナシン標準品(別途本品と同様の

方法で水分(2.48)を測定しておく)約25 mgずつを精密に量り、それぞれを薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(7:3)に溶かし、正確に50 mLとする。この液10 mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加え、薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(7:3)を加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLにつき、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、内標準物質のピーク面積に対するイミダフェナシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

イミダフェナシン($C_{20}H_{21}N_3O$)の量(mg) = $M_S \times Q_T / Q_S$

M_S : 脱水物に換算したイミダフェナシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(7:3)溶液(3→2500)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 220 nm)

カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 35°C付近の一定温度

移動相: 1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.08 gを薄めたリン酸(1→1000)に溶かし、1000 mLとする。この液700 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル300 mLを加える。

流量: イミダフェナシンの保持時間が約7分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で操作するとき、イミダフェナシン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は4以上である。

システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するイミダフェナシンのピーク面積の比の相対標準偏差は0.4%以下である。

貯法 容器 気密容器。

その他

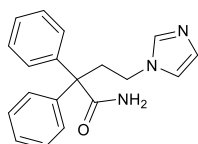
類縁物質A:

2-Methyl-1H-imidazole



類縁物質B:

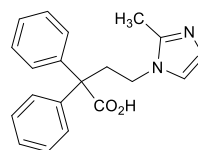
4-(1H-Imidazol-1-yl)-2,2-diphenylbutanamide



139

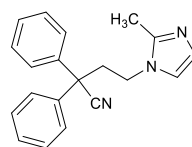
類縁物質C:

4-(2-Methyl-1H-imidazol-1-yl)-2,2-diphenylbutanoic acid



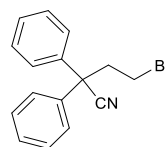
類縁物質D:

4-(2-Methyl-1H-imidazol-1-yl)-2,2-diphenylbutanenitrile



類縁物質E:

4-Bromo-2,2-diphenylbutyronitrile



9. 01 標準品(1)の項に次を追加する.

イミダフェナシン標準品