

1 イミダフェナシン錠
2 Imidafenacin Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
4 イミダフェナシン(C₂₀H₂₁N₃O：319.40)を含む。

5 **製法** 本品は「イミダフェナシン」をとり、錠剤の製法により
6 製する。

7 **確認試験** 本品につき、「イミダフェナシン」1 mgに対応す
8 る個数を取り、薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラ
9 フィー用アセトニトリル混液(7：3) 20 mLを加えて、60分間
10 かき混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に
11 イミダフェナシン標準品25 mgを薄めたリン酸(1→1000)/
12 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
13 して50 mLとし、標準原液とする。この液2 mLに薄めたリン
14 酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル
15 混液(7：3)を加えて20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液
16 及び標準溶液40 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ
17 ィー (2.01) により試験を行うとき、試料溶液と標準溶液の
18 主ピークの保持時間は等しい。また、それらのピークの吸収
19 スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。
20 **試験条件**

21 カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条
22 件を準用する。

23 検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：
24 220 nm、スペクトル測定範囲：210 nm～370 nm)
25 システム適合性

26 システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル30 mgを薄
27 めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用ア
28 セトニトリル混液(7：3)に溶かし、50 mLとする。こ
29 の液2 mLに標準原液2 mL及び薄めたリン酸(1→
30 1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混
31 液(7：3)を加えて20 mLとする。この液40 µLにつき、
32 上記の条件で操作するとき、イミダフェナシン、パラ
33 オキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度は4
34 以上である。

35 **純度試験** 類縁物質 本品のイミダフェナシン(C₂₀H₂₁N₃O) 2
36 mgに対応する個数を取り、薄めたリン酸(1→1000)/液体ク
37 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(7：3) 10 mLを正確
38 に加え、60分間振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液
39 を孔径0.45 µm以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液
40 を試料溶液とする。別にイミダフェナシン標準品約20 mg
41 (別途「イミダフェナシン」と同様の方法で水分 (2.48) を測
42 定しておく)を精密に量り、薄めたリン酸(1→1000)/液体ク
43 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(7：3)に溶かして正
44 確に100 mLとし、標準原液とする。この液2 mLを正確に量
45 り、薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用ア
46 セトニトリル混液(7：3)を加えて正確に20 mLとする。この
47 液5 mLを正確に量り、薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマ
48 トグラフィー用アセトニトリル混液(7：3)を加えて正確に
49 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20
50 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー

51 (2.01) により試験を行う。試料溶液の各々の類縁物質のピー
52 ク面積A_{r1}、類縁物質のピーク面積の合計面積A_{r2}及び標準
53 溶液のイミダフェナシンのピーク面積A_sを自動積分法によ
54 り測定し、次式により計算するとき、イミダフェナシンに対
55 する相対保持時間約0.45の類縁物質TD、約0.62の類縁物質
56 TA、約0.76の類縁物質C、約0.81の類縁物質TB、約0.87の
57 類縁物質TC、約1.19の類縁物質B、約1.24の類縁物質TE及
58 びその他の類縁物質の量はそれぞれ0.50%以下である。また、
59 類縁物質の合計量は1.0%以下である。ただし、類縁物質TB
60 のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.7を乗
61 じた値とする。

62 個々の類縁物質の量(%)= $M_s \times A_{r1} / A_s \times 1 / 40$

63 類縁物質の合計量(%)= $M_s \times A_{r2} / A_s \times 1 / 40$

64 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
65 (mg)

66 **試験条件**

67 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)

68 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
69 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
70 化シリカゲルを充填する。

71 カラム温度：40℃付近の一定温度

72 移動相A：薄めたリン酸(1→200)にジエチルアミンを加
73 え、pHを6.0に調整する。

74 移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

75 移動相C：液体クロマトグラフィー用メタノール

76 移動相の送液：移動相A、移動相B及び移動相Cの混合
77 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%)
0～50	70→50	5→25	25

79 流量：毎分1.0 mL

80 面積測定範囲：溶媒のピークの後からイミダフェナシン
81 の保持時間の約1.5倍までの範囲

82 システム適合性

83 検出の確認：標準溶液4 mLを正確に量り、薄めたリン
84 酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニ
85 トリル混液(7：3)を加えて正確に20 mLとする。この液
86 20 µLから得たイミダフェナシンのピーク面積が、標
87 準溶液のイミダフェナシンのピーク面積の14～26%
88 になることを確認する。

89 システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル10 mgを薄
90 めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用ア
91 セトニトリル混液(7：3)に溶かし、100 mLとする。
92 この液3 mLに標準原液1 mL及び薄めたリン酸
93 (1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリ
94 ル混液(7：3)を加えて200 mLとする。この液20 µLに
95 つき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香
96 酸エチル、イミダフェナシンの順に溶出し、その分離
97 度は3以上である。

98 システムの再現性：標準溶液20 µLにつき、上記の条件
99 で試験を6回繰り返すとき、イミダフェナシンのピー
100

101 ク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。
 102 製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと
 103 き、適合する。

104 本品1個をとり、内標準溶液 $V/10$ mLを正確に加え、1
 105 mL中にイミダフェナシン($C_{20}H_{21}N_3O$)約5 μ gを含む液にな
 106 るように薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー
 107 用アセトニトリル混液(7:3)を加えて V mLとし、60分間か
 108 き混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にイ
 109 ミダフェナシン標準品(別途「イミダフェナシン」と同様の
 110 方法で水分 (2.48) を測定しておく)約25 mgを精密に量り、
 111 薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセト
 112 ニトリル混液(7:3)に溶かし、正確に100 mLとする。この
 113 液2 mLを正確に量り、薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマ
 114 トグラフィー用アセトニトリル混液(7:3)を加えて正確に20
 115 mLとする。この液4 mLを正確に量り、内標準溶液2 mLを
 116 正確に加え、薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフ
 117 ー用アセトニトリル混液(7:3)を加えて20 mLとし、標準
 118 溶液とする。以下定量法を準用する。

119 イミダフェナシン($C_{20}H_{21}N_3O$)の量(mg)
 120 $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 5000$

121 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
 122 (mg)

123 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
 124 →1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混
 125 液(7:3)溶液(3→50000)

126 溶出性 (6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
 127 毎分50回転で試験を行うとき、本品の20分間の溶出率は
 128 85%以上である。

129 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
 130 6 mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルター
 131 でろ過する。初めのろ液3 mL以上を除き、次のろ液 V mLを
 132 正確に量り、1 mL中にイミダフェナシン($C_{20}H_{21}N_3O$)約0.11
 133 μ gを含む液となるように試験液を加えて正確に V' mLとし、
 134 試料溶液とする。別にイミダフェナシン標準品(別途「イミ
 135 ダフェナシン標準品」と同様の方法で水分 (2.48) を測定し
 136 ておく)約25 mgを精密に量り、液体クロマトグラフィー用
 137 アセトニトリルに溶かして正確に50 mLとする。この液2
 138 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとする。この液
 139 5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準原
 140 液とする。さらにこの液5 mLを正確に量り、水を加えて正
 141 確に25 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液80
 142 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
 143 (2.01) により試験を行い、それぞれの液のイミダフェナシ
 144 ンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

145 イミダフェナシン($C_{20}H_{21}N_3O$)の表示量に対する溶出率(%)
 146 $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 25$

147 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
 148 (mg)

149 C : 1錠中のイミダフェナシン($C_{20}H_{21}N_3O$)の表示量(mg)

150 試験条件

151 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 220 nm)

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

155 カラム温度: 40℃付近の一定温度

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

160 流量: イミダフェナシンの保持時間が約8分になるよう
 161 に調整する。

162 システム適合性

163 システムの性能: パラオキシ安息香酸メチル10 mgを液
 164 体クロマトグラフィー用アセトニトリルに溶かし、
 165 20 mLとする。この液2 mLに水を加えて100 mLとす
 166 る。この液5 mLに水を加えて100 mLとする。この液
 167 6 mLに標準原液5 mL及び水を加えて25 mLとする。
 168 この液80 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、パ
 169 ラオキシ安息香酸メチル、イミダフェナシンの順に溶
 170 出し、その分離度は8以上である。

171 システムの再現性: 標準溶液80 μ Lにつき、上記の条件
 172 で試験を6回繰り返すとき、イミダフェナシンのピー
 173 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

174 定量法 本品10個をとり、内標準溶液 $V/10$ mLを正確に加え、
 175 1 mL中にイミダフェナシン($C_{20}H_{21}N_3O$)約5 μ gを含む液にな
 176 るように薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー
 177 用アセトニトリル混液(7:3)を加えて V mLとし、60分間か
 178 き混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にイ
 179 ミダフェナシン標準品(別途「イミダフェナシン」と同様の
 180 方法で水分 (2.48) を測定しておく)約25 mgを精密に量り、
 181 薄めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセト
 182 ニトリル混液(7:3)に溶かし、正確に100 mLとする。この
 183 液4 mLを正確に量り、内標準溶液20 mLを正確に加え、薄
 184 めたリン酸(1→1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニ
 185 トリル混液(7:3)を加えて200 mLとし、標準溶液とする。
 186 試料溶液及び標準溶液80 μ Lにつき、次の条件で液体クロマ
 187 トグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピー
 188 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
 189 Q_S を求める。

190 本品1個中のイミダフェナシン($C_{20}H_{21}N_3O$)の量(mg)
 191 $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50000$

192 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
 193 (mg)

194 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
 195 →1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混
 196 液(7:3)溶液(3→50000)

197 試験条件

198 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 220 nm)

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

202 カラム温度: 35℃付近の一定温度

203 移動相: 1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.08 gを薄

204 めたリン酸(1→1000)に溶かし、1000 mLとする。こ
205 の液700 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニト
206 リル300 mLを加える。

207 流量：イミダフェナシンの保持時間が約7分になるよう
208 に調整する。

209 システム適合性

210 システムの性能：標準溶液80 μ Lにつき、上記の条件で
211 操作するとき、イミダフェナシン、内標準物質の順に
212 溶出し、その分離度は3以上である。

213 システムの再現性：標準溶液80 μ Lにつき、上記の条件
214 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
215 に対するイミダフェナシンのピーク面積の比の相対標
216 準偏差は1.0%以下である。

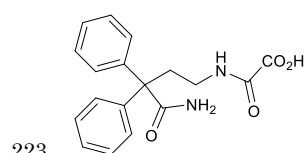
217 貯法 容器 密閉容器。

218 その他

219 類縁物質B及びCは、「イミダフェナシン」のその他を準用
220 する。

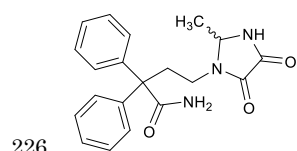
221 類縁物質TA：

222 *N*-(3-Carbamoyl-3,3-diphenylpropyl)oxamic acid



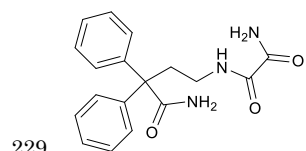
224 類縁物質TB：

225 4-(2-Methyl-4,5-dioxoimidazolidin-1-yl)-2,2-diphenylbutanamide



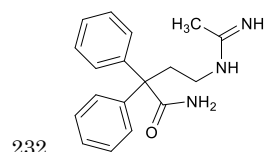
227 類縁物質TC：

228 *N*-(3-Carbamoyl-3,3-diphenylpropyl)oxamide



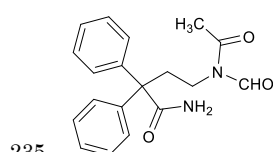
230 類縁物質TD：

231 4-Ethaneimidamido-2,2-diphenylbutanamide



233 類縁物質TE：

234 4-(*N*-Formylacetamido)-2,2-diphenylbutanamide



236

237

238 **9. 01 標準品(1)の項に次を追加する.**

239 イミダフェナシン標準品

240