

## ニフェジピン 10mg/g 細粒

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品のニフェジピン ( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ) 約 10mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 10mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にニフェジピン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 8mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のニフェジピンのピーク面積  $A_T$  および  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分後の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

ニフェジピン ( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_S$  : ニフェジピン標準品の量 (mg)

$W_T$  : ニフェジピン細粒の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のニフェジピン ( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ) の表示量 (mg)

## 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：メタノール / 0.01mol/L リン酸一水素ナトリウム試液混液 (55 : 45) にリン酸を加えて pH 6.1 に調整する。

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。

カラムの選定：標準溶液 50  $\mu\text{L}$  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シンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 4000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 50  $\mu\text{L}$  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相対標準偏差は、1.0% 以下である。

ニフェジピン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

## ニフェジピン 10mg 錠

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第2法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 10mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu$  m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にニフェジピン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.050g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 8mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50  $\mu$  L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、ニフェジピンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

ニフェジピン ( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{18}{C}$$

$W_s$  : ニフェジピン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のニフェジピン ( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ) の表示量 (mg)

### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレス管に 5  $\mu$  m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：メタノール・0.01mol/L リン酸一水素ナトリウム試液 (55 : 45) にリン酸を加えて pH6.1 にする。

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。

注入量：50  $\mu$  L

カラムの選定：標準溶液 50  $\mu$  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シンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 4000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 50  $\mu$  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相対標準偏差は 1.0% 以下である。

ニフェジピン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

## ニフェジピン 10mg 徐放錠

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 溶液 (3 1000) 900mL を用い、溶出試験液第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分、60 分及び 12 時間後、溶出液 10mL をとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温したポリソルベート 80 溶液 (3 1000) 10mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45 \mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にニフェジピン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100mL とする。この液 8mL を正確に量り、ポリソルベート 80 溶液 (3 1000) を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、ポリソルベート 80 溶液 (3 1000) 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  $50 \mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のニフェジピンのピーク面積  $A_{T(n)}$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 30 分、60 分及び 12 時間の溶出率が、それぞれ 20 ~ 50%、35 ~ 65% 及び 70% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{90} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_s$  : ニフェジピン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量 (mg)

### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレス管に  $5 \mu\text{m}$  の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：メタノール・0.01mol/L リン酸一水素ナトリウム試液混液 (55 : 45) にリン酸を加えて pH 6.1 に調整する。

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。

カラムの選定：標準溶液  $50 \mu\text{L}$  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シンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 4000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液  $50 \mu\text{L}$  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相対標準偏差は 1.0% 以下である。

ニフェジピン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

## ニフェジピン 20mg 徐放錠

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 溶液 (3 1000) 900mL を用い、溶出試験液第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分、60 分及び 12 時間後、溶出液 10mL をとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温したポリソルベート 80 溶液 (3 1000) 10mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45 \mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にニフェジピン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.10g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100mL とする。この液 8mL を正確に量り、ポリソルベート 80 溶液 (3 1000) を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、ポリソルベート 80 溶液 (3 1000) 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 50  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のニフェジピンのピーク面積  $A_{T(n)}$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 30 分、60 分及び 12 時間の溶出率が、それぞれ 20 ~ 50%、35 ~ 65% 及び 70% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{90} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_s$  : ニフェジピン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量 (mg)

### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレス管に  $5 \mu\text{m}$  の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：メタノール・0.01mol/L リン酸一水素ナトリウム試液混液 (55 : 45) にリン酸を加えて pH 6.1 に調整する。

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。

カラムの選定：標準溶液 50  $\mu\text{L}$  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シンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 4000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 50  $\mu\text{L}$  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相対標準偏差は 1.0% 以下である。

ニフェジピン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

## 別添 1

公的溶出試験（案）について

（別に規定するものの他，日本薬局方一般試験法溶出試験法を準用する．）

### ニフェジピン 10mg 徐放性カプセル（1）

**溶出性** 〈6.10〉 本品 1 個をとり，試験液にポリソルベート 80 0.5 g に溶出試験第 2 液を加えて 1000 mL とした液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20 mL をとり，直ちに同量の試験液を補う．採取した溶出液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にニフェジピン標準品を 105℃ で 2 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，メタノール 50 mL を加えて溶かす．次にポリソルベート 80 0.5 g に溶出試験第 2 液を加えて 1000 mL とした液を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，ポリソルベート 80 0.5 g に溶出試験第 2 液を加えて 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 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 〈2.01〉 により試験を行い，試料溶液及び標準溶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．

本品の 30 分間の溶出率が 15～45%，60 分間の溶出率が 40～70%，6 時間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする．

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン ( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times (18 / 5)$$

$W_S$ : ニフェジピン標準品の秤取量 (mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 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てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸一水素ナトリウム 3.58 g を水 1000 mL に溶かし，この液 900 mL にメタノール 1100 mL を加える．この液にリン酸を加えて pH 6.1 に調整する．

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．

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL 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 50 μL 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．

**ニフェジピン標準品** ニフェジピン（日局）．ただし乾燥したものを定量したとき，ニフェジピン ( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ) 99.0% 以上を含むもの．

## ニフェジピン 20mg 徐放性カプセル (1)

**溶出性** 〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 0.5 g に溶出試験第 2 液を加えて 1000 mL とした液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20 mL をとり、直ちに同量の試験液を補う。採取した溶出液を孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、ポリソルベート 80 0.5 g に溶出試験第 2 液を加えて 1000 mL とした液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、メタノール 50 mL を加えて溶かし、ポリソルベート 80 0.5 g に溶出試験第 2 液を加えて 1000 mL とした液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、ポリソルベート 80 0.5 g に溶出試験第 2 液を加えて 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉 により試験を行い、試料溶液及び標準溶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。

本品の 30 分間の溶出率が 15~45%、60 分間の溶出率が 35~65%、6 時間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times (18/5)$$

$W_S$ : ニフェジピン標準品の秤取量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 230 nm)

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

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: リン酸一水素ナトリウム 3.58 g を水 1000 mL に溶かし、この液 900 mL にメタノール 1100 mL を加える。この液にリン酸を加えて pH 6.1 に調整する。

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。

### システム適合性

システムの性能: 標準溶液 50  $\mu\text{L}$  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 50  $\mu\text{L}$  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相対標準偏差は 1.0% 以下である。

**ニフェジピン標準品** ニフェジピン (日局)。ただし乾燥したものを定量したとき、ニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## ニフェジピン 5mg 徐放性カプセル (2)

**溶出性**〈6.10〉 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり試験液に溶出試験第2液 900mL を用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した溶出試験第2液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45 \mu\text{m}$  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、次のろ液を試料溶液とする。別にニフェジピン標準品(別途ニフェジピン(日局)の乾燥減量〈2.41〉により乾燥減量を測定しておく)約 25mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 8mL を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  $50 \mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈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  $A_{T(n)}$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 60分、90分及び 4時間の溶出率が、それぞれ 10%~40%、40%~70% 及び 75% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量に対する溶出率(%)  
( $n = 1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{18}{C}$$

$W_S$  : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量 (mg)

$C$  : 1カプセル中のニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に $5 \mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度： $40^\circ\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.01mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液混液 (11 : 9) にリン酸を加えてpH6.1に調整する。

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。

### システム適合性

システムの性能：標準溶液 $50 \mu\text{L}$ 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 $50 \mu\text{L}$ 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相対標準偏差は1.0%以下である。

**ニフェジピン標準品** ニフェジピン(日局)。ただし乾燥したものを定量したとき、ニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) 99.0%以上を含むもの。

## ニフェジピン10mg 徐放性カプセル (2)

**溶出性**〈6.10〉 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり試験液に溶出試験第2液 900mL を用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに $37\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に加温した溶出試験第2液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  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、溶出試験第2液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品 (別途ニフェジピン (日局) の乾燥減量 〈2.41〉) により乾燥減量を測定しておく) 約 25mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 8mL を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  $50\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー 〈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  $A_{T(n)}$  及び  $A_s$  を測定する。

本品の 60分、90分及び 4 時間の溶出率が、それぞれ 5%~35%、25%~55% 及び 70% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量に対する溶出率(%)  
( $n=1,2,3$ )

$$= W_s \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{36}{C}$$

$W_s$  : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量 (mg)

$C$  : 1カプセル中のニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に $5\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度： $40^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.01mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液混液 (11:9) にリン酸を加えてpH6.1に調整する。

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。

### システム適合性

システムの性能：標準溶液 $50\mu\text{L}$ 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 $50\mu\text{L}$ 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相対標準偏差は1.0%以下である。

**ニフェジピン標準品** ニフェジピン (日局)。ただし乾燥したものを定量したとき、ニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) 99.0%以上を含むもの。

## ニフェジピン15mg 徐放性カプセル (2)

**溶出性**〈6.10〉 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり試験液に溶出試験第2液 900mL を用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した溶出試験第2液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45 \mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 15mL とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品（別途ニフェジピン（日局）の乾燥減量〈2.4I〉により乾燥減量を測定しておく）約 25mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 8mL を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  $50 \mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.0I〉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  $A_{T(n)}$ 及び  $A_s$  を測定する。

本品の 60分、90分及び 6 時間の溶出率が、それぞれ 5%~35%、35%~65% 及び 70% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量に対する溶出率(%)  
( $n = 1, 2, 3$ )

$$= W_s \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{54}{C}$$

$W_s$  : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量 (mg)

$C$  : 1カプセル中のニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230nm）

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に $5 \mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度： $40^\circ\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.01mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液混液（11：9）にリン酸を加えてpH6.1に調整する。

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。

### システム適合性

システムの性能：標準溶液 $50 \mu\text{L}$ 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 $50 \mu\text{L}$ 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相対標準偏差は1.0%以下である。

**ニフェジピン標準品** ニフェジピン（日局）。ただし乾燥したものを定量したとき、ニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) 99.0%以上を含むもの。