

ニフェジピン 20mg/g 徐放性腸溶細粒

溶出試験 本操作は光を避けて行う。

〔pH1.2〕本品約 1g を精密に量り、試験液に崩壊試験法の第1液 900 mL 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 60 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、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 5 mL を正確に量り、崩壊試験法の第1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（別途ニフェジピン（日局）と同様の条件で乾燥減量を測定しておく）約 0.028 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、崩壊試験法の第1液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、崩壊試験法の第1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 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 15% 以下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 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 72$$

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)

〔pH 6.8〕本品 1 g を精密に量り、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 900 mL 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 5 分後、溶出液 15 mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 °C に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 15 mL を正確に注意して補う。溶出液は、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 5 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。更に溶出試験開始 30 分後、同様に操作して試料溶液とする。別にニフェジピン標準品（別途ニフェジピン（日局）と同様の条件で乾燥減量を測定しておく）約 0.028 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 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、〔pH1.2〕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 5 分間の溶出率が 25～55% で、30 分間の溶出率が 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 (%) ($n=1, 2$)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{90} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 72$$

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 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用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／0.01 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液（11：9）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 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メトリー係数は 4000 以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 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。