

## ニフェジピン細粒 Nifedipine Fine Granules

**溶出試験** 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いニフェジピン(C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) 約 0.01g 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20 mL 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)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.028g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かし、更に水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 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法により試験を行い、それぞれの液のニフェジピンのピーク面積 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ニフェジピン (C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W<sub>S</sub> : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量 (mg)

W<sub>T</sub> : ニフェジピン細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のニフェジピン (C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) 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 5μm 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 リン酸水素二ナトリウム試液混液 (11 : 9) に、リン酸を加えて pH を 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 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。

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10 mg/g	15 分	85% 以上

## ニフェジピン錠 Nifedipine Tablets

**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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20 mL 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 10mL を除き、次のろ液  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニフェジピン ( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ) 約 11 $\mu$ g を含む液となるように水を加えて正確に  $V'$ 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 0.028g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かし、更に水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

$W_S$  : 乾燥物に換算した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)

### 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 $\mu$ 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 リン酸水素二ナトリウム試液混液(11 : 9)にリン酸を加え、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 $\mu$ 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 $\mu$ 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。

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10 mg	30 分	75% 以上

## ニフェジピンカプセル Nifedipine Capsules

**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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20 mL 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 15mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニフェジピン(C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)約 5.6 $\mu$ g を含む液となるように水を加えて正確に V' 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、更に水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL 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、それぞれの液のニフェジピンのピーク面積 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ニフェジピン(C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W<sub>s</sub> : 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(C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)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 $\mu$ 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/0.01 mol/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、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 $\mu$ 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 $\mu$ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	30 分	75%以上
10mg	30 分	80%以上

## ニフェジピン徐放細粒

### Nifedipine Extended-release Fine Granules

**溶出試験** 本操作は光を避けて行う。

[pH 1.2] 本品の表示量に従いニフェジピン( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ )約 0.02g に対応する量を精密に量り、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 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 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 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 105 で 2 時間乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.028g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 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 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、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。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

$W_S$  : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量(mg)

$W_T$  : ニフェジピン徐放細粒の秤取量(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] 本品の表示量に従いニフェジピン( $C_{17}H_{18}N_2O_6$ )約 0.02g に対応する量を精密に量り、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 15mL を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)15mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 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 5mL 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 10mL とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品(別途 105 で 2 時間乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.028g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL 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 50mL 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、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(%) ( $n = 1, 2$ )

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{60} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 72$$

$W_S$  : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量(mg)

$W_T$  : ニフェジピン徐放細粒の秤取量(g)

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

#### 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 $\mu$ 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 リン酸水素二ナトリウム試液混液 (11 : 9)に，リン酸を加え，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 $\mu$ 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 $\mu$ 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。

#### 溶出規格

表示量	pH	規定時間	溶出率
20mg/g	1.2	60 分	15%以下
	6.8	5 分	25 ~ 55%
		30 分	75%以上

## ニフェジピン徐放錠

### Nifedipine Extended-release Tablets

**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 3g に水を加えて 1000mL とした液 900mL を用い、溶出試験法第 2 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  $37 \pm 0.5$  に加温したポリソルベート 80 3g に水を加えて 1000mL とした液 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  $V\text{mL}$  を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニフェジピン ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ ) 約  $11\mu\text{g}$  を含む液となるようにポリソルベート 80 3g に水を加えて 1000mL とした液を加えて正確に  $V'\text{mL}$  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 0.028g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かし、更に水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、ポリソルベート 80 3g に水を加えて 1000mL とした液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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 (%) ( $n = 1, 2, 3$ )

$$= W_s \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

$W_s$  : 乾燥物に換算した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)

#### 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 15 cm 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 リン酸水素二ナトリウム試液混液 (11 : 9) に、リン酸を加えて pH を 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10 mg	30 分	20 ~ 50%
	60 分	35 ~ 65%
	12 時間	70% 以上
20 mg	30 分	20 ~ 50%
	60 分	35 ~ 65%
	12 時間	70% 以上

## ニフェジピン徐放カプセル Nifedipine Extended-release Capsules

**溶出性 a <6.10>** 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 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液 900mL 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 20mL を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に加温したポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液 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  $V\text{mL}$  を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニフェジピン( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$ )約  $11\mu\text{g}$  を含む液となるようにポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液を加えて正確に  $V'\text{mL}$  とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品(別途  $105^\circ\text{C}$  で 2 時間乾燥し、その減量 <2.41> を測定しておく)約 28mg を精密に量り、メタノール 50mL に溶かした後、ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL 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、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(%)( $n = 1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

$W_S$  : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の秤取量(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 4.6 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 :  $40^\circ\text{C}$  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，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 $\mu$ 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 $\mu$ 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．

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30 分	20～50%
	60 分	40～70%
	6 時間	70%以上
20mg	30 分	20～50%
	60 分	35～65%
	6 時間	65%以上

**溶出性b** <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 $^{\circ}$ Cに加熱した溶出試験第2液20mLを正確に注意して補う．溶出液は孔径0.45 $\mu$ 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V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にニフェジピン(C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)約5.6 $\mu$ gを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にニフェジピン標準品(別途105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し，その減量 <2.41> 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2mL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 $\mu$ 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<sub>T(n)</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン(C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)の表示量に対する溶出率(%)( n = 1, 2, 3 )

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W<sub>S</sub> : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のニフェジピン(C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)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5μmの液体クロマトグラフィ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 リン酸水素二ナトリウム試液混液(11 : 9)にリン酸を加え, 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 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.

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	60分	10~40%
	90分	40~70%
	4時間	75%以上
10mg	60分	5~35%
	90分	35~65%
	4時間	75%以上
15mg	60分	10~40%
	90分	40~70%
	6時間	70%以上