

## 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