

シケーター (酸化リン (V)) を用いる。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 80 mL を加え、加温して溶かす。冷後、無水酢酸 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.384 mg $C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$

貯法

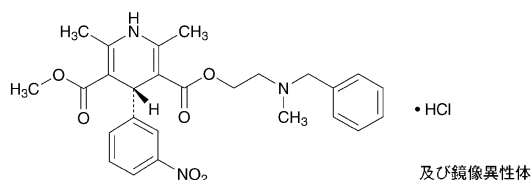
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸ニカルジピン

Nicardipine Hydrochloride

ニカルジピン塩酸塩



$C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$: 515.99

2-(*N*-Benzyl-*N*-methylamino)ethyl methyl (*RS*)-1,4-dihydro-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)pyridine-3,5-dicarboxylate monohydrochloride [54527-84-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ニカルジピン ($C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品はわずかに緑みを帯びた黄色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又は酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、水、アセトニトリル又は無水酢酸に溶けにくい。

本品のメタノール溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者の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。

(3) 本品 0.02 g に水 10 mL 及び硝酸 3 mL を加えて溶かした液は、塩化物の定性反応を呈する。

融点 167 ~ 171 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を

用いて行う。本品 0.10 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は、標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない。また、各々のピークの合計面積は、標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ 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：30 °C 付近の一定温度

移動相：過塩素酸溶液 (43 → 50000) / アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量：ニカルジピンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たニカルジピンのピーク面積が、標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 8 ~ 12 % になることを確認する。

システムの性能：本品及びニフェジピン 2 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニカルジピン、ニフェジピンの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は 3 % 以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品を乾燥し、その約 0.9 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 100 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 51.60 mg $C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

塩酸ニカルジピン注射液

Nicardipine Hydrochloride Injection

ニカルジピン塩酸塩注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 93 ~

107 % に対応する塩酸ニカルジピン ($C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$: 515.99) を含む。

製法 本品は「塩酸ニカルジピン」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は微黄色澄明の液である。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験 本品の表示量に従い「塩酸ニカルジピン」1 mg に対応する容量をとり、エタノール (99.5) を加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 ~ 239 nm 及び 351 ~ 355 nm に吸収の極大を示す。

pH 3.0 ~ 4.5

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の表示量に従い「塩酸ニカルジピン」5 mg に対応する容量を量り、移動相を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は、標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない。また、各々のピークの合計面積は、標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たニカルジピンのピーク面積が、標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 8 ~ 12 % になることを確認する。

システムの性能：定量法のシステム適合性を準用する。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

エンドトキシン 8.33 EU/mg 未満。

定量法 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の塩酸ニカルジピン ($C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$) 約 2 mg に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ニカルジピンを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するニカルジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸ニカルジピン ($C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{定量用塩酸ニカルジピンの量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{25}$$

内標準溶液 フタル酸ジ-*n*-ブチルのメタノール溶液 (1 → 625)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ 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：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かし、1000 mL とする。この液 320 mL にメタノール 680 mL を加える。

流量：ニカルジピンの保持時間が約 8 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニカルジピン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

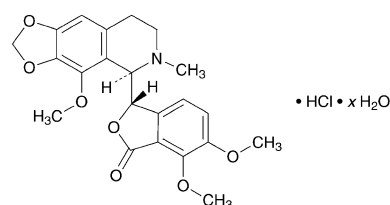
容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができない。

塩酸ノスカピン

Noscapin Hydrochloride

ノスカピン塩酸塩

塩酸ナルコチン



$C_{22}H_{23}NO_7 \cdot HCl \cdot xH_2O$

(3*S*)-6,7-Dimethoxy-3-[(5*R*)-5,6,7,8-tetrahydro-4-methoxy-6-methyl-1,3-dioxolo[4,5-*g*]isoquinolin-5-yl]-isobenzofuran-1(3*H*)-one monohydrochloride hydrate [912-60-7, 無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ノスカピン ($C_{22}H_{23}NO_7 \cdot HCl$: 449.88) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはなく、味は苦い。

本品は水、無水酢酸又は酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 mg にホルムアルデヒド液・硫酸試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈し、次に黄褐色に変わる。