

1 シロドシン錠

2 純度試験の項を次のように改める。

3 純度試験 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品
4 10個以上をとり、粉末とする。「シロドシン」20 mgに対応
5 する量を取り、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混
6 液(7:3)を加え、時々振り混ぜながら超音波処理を行った後、
7 メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)を加え
8 て100 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を孔径0.45
9 μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液3
10 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。この液1 mLを正確
11 に量り、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:
12 3)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液
13 及び標準溶液25 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ
14 マトグラフィー (2.0l) により試験を行う。それぞれの液の
15 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
16 液のシロドシンに対する相対保持時間約1.3の類縁物質Aの
17 ピーク面積は、標準溶液のシロドシンのピーク面積より大き
18 くなく、試料溶液のシロドシン及び上記以外のピークの面積
19 は、標準溶液のシロドシンのピーク面積の1/4より大きく
20 ない。また、試料溶液のシロドシン以外のピークの合計面積
21 は、標準溶液のシロドシンのピーク面積の2倍より大きくない。
22 ただし、類縁物質Aのピーク面積は自動積分法で求めた
23 面積に感度係数0.6を乗じた値とする。

24 試験条件

25 検出器、カラム、カラム温度、移動相A及び移動相Bは
26 「シロドシン」の純度試験(2)の試験条件を準用する。
27 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
28 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 15	75	25
15 ~ 47	75 → 35	25 → 65
47 ~ 53	35	65

29 流量：シロドシンの保持時間が約13分になるように調
30 整する。

31 面積測定範囲：溶媒のピークの後からシロドシンの保持
32 時間の約3.5倍の範囲

33 システム適合性

34 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、メタノール
35 /塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)を加えて正
36 確に20 mLとする。この液25 μLから得たシロドシン
37 のピーク面積が、標準溶液のシロドシンのピーク面積
38 の3.5 ~ 6.5%になることを確認する。

39 システムの性能：シロドシンを薄く広げ、D₆₅蛍光ラン
40 プ(4000 lx)を24時間以上照射した後、4 mgをメタノ
41 ール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)に溶か
42 し、20 mLとする。この液25 μLにつき、上記の条件
43 で操作するとき、シロドシンと類縁物質Aの分離度は
44 6以上である。

45 システムの再現性：標準溶液25 μLにつき、上記の条件
46 で試験を6回繰り返すとき、シロドシンのピーク面積
47 の相対標準偏差は2.5%以下である。

48 貯法の項の次に次を加える。

49 その他

50 類縁物質Aは、「シロドシン」のその他を準用する。

51

52