

## 1 シロドシン口腔内崩壊錠

### 2 Silodosin Orally Disintegrating Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0 ~ 105.0%に対応す  
4 るシロドシン(C<sub>25</sub>H<sub>32</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>: 495.53)を含む。

5 **製法** 本品は「シロドシン」をとり、錠剤の製法により製する。

6 **確認試験** 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品1個をと  
7 り、「シロドシン」1 mg当たりメタノール/塩化ナトリウ  
8 ム溶液(1→200)混液(7:3) 15 mLを加え、錠剤が完全に崩壊  
9 するまで時々振り混ぜながら超音波処理を行う。さらに1  
10 mL中に「シロドシン」約40 µgを含む液となるようにメタ  
11 ノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)を加え、孔  
12 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  
13 ろ液3 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にシロド  
14 シン標準品20 mgをメタノール/塩化ナトリウム溶液(1→  
15 200)混液(7:3)に溶かし、50 mLとする。この液5 mLをと  
16 り、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)を  
17 加えて50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
18 10 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
19 より試験を行うとき、試料溶液及び標準溶液から得た主ピー  
20 クの保持時間は等しい。また、それらのピークの吸収スペク  
21 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

#### 22 試験条件

23 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法の試験条  
24 件を準用する。

25 検出器: フォトダイオードアレイ検出器(測定波長:  
26 270 nm, スペクトル測定範囲: 200 ~ 370 nm)

#### 27 システム適合性

28 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

29 **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  
30 品の「シロドシン」20 mgに対応する個数を取り、メタノ  
31 ル/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3) 60 mLを加え、  
32 錠剤が完全に崩壊するまで時々振り混ぜながら超音波処理を  
33 行った後、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液  
34 (7:3)を加えて100 mLとする。この液を遠心分離し、上澄  
35 液を孔径0.45 µm以下のメンブランフィルターでろ過する。  
36 初めのろ液3 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。この  
37 液1 mLを正確に量り、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1  
38 →200)混液(7:3)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液と  
39 する。試料溶液及び標準溶液25 µLずつを正確にとり、次の  
40 条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。  
41 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  
42 るとき、試料溶液のシロドシンに対する相対保持時間約1.3  
43 の類縁物質Aのピーク面積は、標準溶液のシロドシンのピー  
44 ク面積より大きくなく、試料溶液のシロドシン及び上記以外  
45 のピークの面積は、標準溶液のシロドシンのピーク面積の1  
46 /4より大きくない。また、試料溶液のシロドシン以外のピー  
47 クの合計面積は、標準溶液のシロドシンのピーク面積の2  
48 倍より大きくない。ただし、類縁物質Aのピーク面積は自動  
49 積分法で求めた面積に感度係数0.6を乗じた値とする。

#### 50 試験条件

51 検出器, カラム, カラム温度, 移動相A及び移動相Bは  
52 「シロドシン」の純度試験(2)の試験条件を準用する。

53 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
54 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

55 流量: シロドシンの保持時間が約13分になるように調  
56 整する。

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

#### 59 システム適合性

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

65 システムの性能: シロドシンを薄く広げ、D<sub>65</sub>蛍光ラン  
66 プ(4000 lx)を24時間以上照射した後、4 mgをメタノ  
67 ル/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)に溶かし、  
68 20 mLとする。この液25 µLにつき、上記の条件  
69 で操作するとき、シロドシンと類縁物質Aのピークの  
70 分離度は6以上である。

71 システムの再現性: 標準溶液25 µLにつき、上記の条件  
72 で試験を6回繰り返すとき、シロドシンのピーク面積  
73 の相対標準偏差は2.0%以下である。

74 **製剤均一性** (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと  
75 き、適合する。

76 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、メ  
77 タノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3) 3V/5  
78 mLを加え、錠剤が完全に崩壊するまで時々振り混ぜながら  
79 超音波処理を行う。さらに1 mL中に「シロドシン」約40 µg  
80 を含む液となるようにメタノール/塩化ナトリウム溶液(1→  
81 200)混液(7:3)を加えて正確にV mLとし、孔径0.45 µm以  
82 下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液3 mLを  
83 除き、次のろ液を試料溶液とする。別にシロドシン標準品  
84 (別途「シロドシン」と同様の方法で水分 (2.48) を測定して  
85 おく)約20 mgを精密に量り、メタノール/塩化ナトリウム  
86 溶液(1→200)混液(7:3)に溶かし、正確に50 mLとする。こ  
87 の液5 mLを正確に量り、メタノール/塩化ナトリウム溶液  
88 (1→200)混液(7:3)を加えて正確に50 mLとし、標準溶液と  
89 する。試料溶液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の  
90 条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、  
91 それぞれの液のシロドシンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定す  
92 る。

93 シロドシン(C<sub>25</sub>H<sub>32</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

$$94 = M_S \times A_T / A_S \times V / 500$$

95 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

#### 96 試験条件

97 「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する。

#### 98 システム適合性

99 定量法のシステム適合性を準用する。

100 崩壊性 別に規定する。

101 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第2液900 mLを用い、パド  
102 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間  
103 の溶出率は80%以上である。

104 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
105 9 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ  
106 ーでろ過する。初めのろ液5 mL以上を除き、次のろ液V  
107 mLを正確に量り、1mL中にシロドシン(C<sub>25</sub>H<sub>32</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)約1.1  
108 μgを含む液となるように0.2 mol/L塩酸試液を加えて正確に  
109 V' mLとし、試料溶液とする。別にシロドシン標準品(別途  
110 「シロドシン」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)  
111 約22 mgを精密に量り、0.1 mol/L塩酸試液に溶かし、正確  
112 に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、0.1 mol/L塩  
113 酸試液を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に  
114 量り、0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に100 mLとし、標準  
115 溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 μLずつを正確にと  
116 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
117 を行い、それぞれの液のシロドシンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>  
118 を測定する。

119 シロドシン(C<sub>25</sub>H<sub>32</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
120 
$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$$

121 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)  
122 C: 1錠中のシロドシン(C<sub>25</sub>H<sub>32</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

123 試験条件

124 「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する。

125 システム適合性

126 システムの性能: 標準溶液100 μLにつき、上記の条件  
127 で操作するとき、シロドシンのピークの理論段数及び  
128 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.6以下  
129 である。

130 システムの再現性: 標準溶液100 μLにつき、上記の条  
131 件で試験を6回繰り返すとき、シロドシンのピーク面  
132 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

133 定量法 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品20個をとり、  
134 メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3) 3V/  
135 5 mLを加え、錠剤が完全に崩壊するまで時々振り混ぜなが  
136 ら超音波処理を行う。さらに1 mL中に「シロドシン」約40  
137 μgを含む液となるようにメタノール/塩化ナトリウム溶液  
138 (1→200)混液(7:3)を加えて正確にV mLとする。この液5  
139 mLを正確に量り、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→  
140 200)混液(7:3)を加えて正確に20 mLとし、孔径0.45 μm以  
141 下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液3 mLを  
142 除き、次のろ液を試料溶液とする。別にシロドシン標準品  
143 (別途「シロドシン」と同様の方法で水分(2.48)を測定して  
144 おく)約20 mgを精密に量り、メタノール/塩化ナトリウム  
145 溶液(1→200)混液(7:3)に溶かし、正確に50 mLとする。こ  
146 の液5 mLを正確に量り、メタノール/塩化ナトリウム溶液  
147 (1→200)混液(7:3)を加えて正確に50 mLとし、標準溶液と  
148 する。試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり、次  
149 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、  
150 それぞれの液のシロドシンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定す  
151 る。

152 シロドシン(C<sub>25</sub>H<sub>32</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

$$153 = M_S \times A_T / A_S \times V / 2500$$

154 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

155 試験条件

156 「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する。

157 システム適合性

158 システムの性能: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で  
159 操作するとき、シロドシンのピークの理論段数及びシ  
160 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.6以下で  
161 ある。

162 システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件  
163 で試験を6回繰り返すとき、シロドシンのピーク面積  
164 の相対標準偏差は1.0%以下である。

165 貯法

166 保存条件 遮光して保存する。

167 容器 気密容器。

168 その他

169 類縁物質Aは、「シロドシン」のその他を準用する。

170

171