

1 シロドシン錠

2 Silodosin Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0 %に対応する
4 シロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$: 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。本品を粉末と
7 し、「シロドシン」2 mgに対応する量を取り、メタノール
8 /塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)を加え、時々振り
9 混ぜながら超音波処理を行った後、メタノール/塩化ナトリ
10 ウム溶液(1→200)混液(7:3)を加えて50 mLとし、孔径0.45
11 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
12 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にシロドシン標
13 準品20 mgを量り、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→
14 200)混液(7:3)に溶かし、50 mLとする。この液5 mLを量
15 り、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)を
16 加えて50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
17 25 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィ(2.01)
18 により試験を行うとき、試料溶液及び標準溶液の主ピークの
19 保持時間は等しい。また、それらのピークの吸収スペクトル
20 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

21 試験条件

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

24 検出器: フォトダイオードアレイ検出器(測定波長:
25 270 nm, スペクトル測定範囲: 220～370 nm)

26 システム適合性

27 システムの性能: 標準溶液25 μL につき、上記の条件で
28 操作するとき、シロドシンのピークの理論段数及びシ
29 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.6以下で
30 ある。

31 **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
32 品10個以上を取り、粉末とする。「シロドシン」20 mgに対
33 応する量を取り、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)
34 混液(7:3)を加え、時々振り混ぜながら超音波処理を行った
35 後、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)を
36 加えて100 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を孔径
37 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ
38 液3 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。この液1 mLを
39 正確に量り、メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液
40 (7:3)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料
41 溶液及び標準溶液25 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体
42 クロマトグラフィ(2.01)により試験を行う。それぞれの
43 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
44 料溶液のシロドシンに対する相対保持時間約1.3のピーク面
45 積は、標準溶液のシロドシンのピーク面積より大きくなく、
46 試料溶液のシロドシン及び上記以外のピークの面積は、標準
47 溶液のシロドシンのピーク面積の1/4より大きくない。また、
48 試料溶液のシロドシン以外のピークの合計面積は、標準
49 溶液のシロドシンのピーク面積の2倍より大きくない。ただ
50 し、シロドシンに対する相対保持時間約1.3のピーク面積は
51 自動積分法で求めた面積に感度係数0.60を乗じた値とする。

52 試験条件

53 検出器, カラム, カラム温度, 移動相A及び移動相Bは
54 「シロドシン」の純度試験(2)の試験条件を準用する。
55 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
56 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

57 流量: シロドシンの保持時間が12～15分になるように
58 調整する。

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

61 システム適合性

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

67 システムの性能: シロドシンをペトリ皿などに薄く広げ、
68 D65蛍光ランプ(4000 lx)を24時間以上照射した後、4
69 mgをメタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液
70 (7:3)に溶かし20 mLとする。この液25 μL につき、
71 上記の条件で操作するとき、シロドシンとシロドシン
72 に対する相対保持時間約1.3のピーク分離度は6以上
73 である。

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

77 **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
78 き、適合する。

79 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、内
80 標準溶液2V/25 mLを正確に加え、メタノール/塩化ナト
81 リウム溶液(1→200)混液(7:3)を加え、錠剤が完全に崩壊す
82 るまで時々振り混ぜながら超音波処理を行った後、1 mL中
83 にシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)約40 μg を含む液となるように
84 メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)を加え
85 てV mLとし、孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルターで
86 ろ過する。初めのろ液3 mLを除き、次のろ液を試料溶液と
87 する。別にシロドシン標準品(別途「シロドシン」と同様の
88 方法で水分(2.48)を測定しておく)約20 mgを精密に量り、
89 メタノール/塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7:3)に溶か
90 し、正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、内標
91 準溶液4 mLを正確に加え、更にメタノール/塩化ナトリウ
92 ム溶液(1→200)混液(7:3)を加えて50 mLとし、標準溶液と
93 する。試料溶液及び標準溶液25 μL につき、次の条件で液体
94 クロマトグラフィ(2.01)により試験を行い、内標準物質
95 のピーク面積に対するシロドシンのピーク面積の比 Q_T 及び
96 Q_S を求める。

97 シロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)の量(mg)

$$98 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$$

99 M_S : 脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

100 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール／塩
101 化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)の溶液(1→8000)

102 試験条件

103 「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する。

104 システム適合性

105 定量法のシステム適合性を準用する。

106 溶出性 (6.02) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
107 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
108 80 %以上である。

109 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
110 9 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
111 ーでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液V mLを
112 正確に量り、1 mL中にシロドシン(C₂₅H₃₂F₃N₃O₄)約1.1 μg
113 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V'
114 mLとし、試料溶液とする。別にシロドシン標準品(別途「シ
115 ロドシン」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約22
116 mgを精密に量り、0.1 mol/L塩酸試液に溶かし、正確に100
117 mLとする。この液5 mLを正確に量り、0.1 mol/L塩酸試液
118 を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、
119 0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に100 mLとし、標準溶液と
120 する。試料溶液及び標準溶液100 μLずつを正確にとり、次
121 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、
122 それぞれの液のシロドシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定す
123 る。

124 シロドシン(C₂₅H₃₂F₃N₃O₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$125 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$$

126 M_S：脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

127 C：1錠中のシロドシン(C₂₅H₃₂F₃N₃O₄)の表示量(mg)

128 試験条件

129 「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する。

130 システム適合性

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

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

138 定量法 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品20個以上
139 をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。シロドシン
140 (C₂₅H₃₂F₃N₃O₄)約40 mgに対応する量を精密に量り、内標準
141 溶液8 mLを正確に加えた後、メタノール／塩化ナトリウム
142 溶液(1→200)混液(7：3)を加え、時々振り混ぜながら超音波
143 処理を行った後、メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)
144 混液(7：3)を加えて100 mLとする。この液5 mLをとり、メ
145 タノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて
146 50 mLとし、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ
147 過する。初めのろ液3 mLを除き、次のろ液を試料溶液とす
148 る。別にシロドシン標準品(別途「シロドシン」と同様の方
149 法で水分(2.48)を測定しておく)約20 mgを精密に量り、内
150 標準溶液4 mLを正確に加え、メタノール／塩化ナトリウム
151 溶液(1→200)混液(7：3)に溶かし、50 mLとする。この液5

152 mLをとり、メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液
153 (7：3)を加えて50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び
154 標準溶液25 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
155 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
156 るシロドシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

157 シロドシン(C₂₅H₃₂F₃N₃O₄)の量(mg)

$$158 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

159 M_S：脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

160 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール／塩
161 化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)の溶液(1→800)

162 試験条件

163 「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する。

164 システム適合性

165 システムの性能：標準溶液25 μLにつき、上記の条件で
166 操作するとき、シロドシン、内標準物質の順に溶出し、
167 その分離度は10以上である。

168 システムの再現性：標準溶液25 μLにつき、上記の条件
169 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
170 に対するシロドシンのピーク面積の比の相対標準偏差
171 は1.0 %以下である。

172 貯法

173 保存条件 遮光して保存する。

174 容器 気密容器。

175 -----

176 9. 01 標準品(1)の項に次を追加する。

177 シロドシン標準品

178 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

179 シロドシン C₂₅H₃₂F₃N₃O₄ [医薬品各条]