

1 タカルシトール軟膏

2 Tacalcitol Ointment

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～115.0 %に対応する
4 タカルシトール(C₂₇H₄₄O₃: 416.64)を含む。

5 **製法** 本品は「タカルシトール水和物」をとり、軟膏剤の製法に
6 より製する。

7 **確認試験** 定量法で得た試料溶液及び標準溶液30 μLにつき、
8 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行
9 うとき、試料溶液及び標準溶液の主ピークの保持時間は等し
10 い。また、それらのピークの吸収スペクトルは同一波長のと
11 ころに同様の強度の吸収を認める。

12 試験条件

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

15 検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：
16 265 nm, スペクトル測定範囲：210～400 nm)

17 システム適合性

18 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

19 **純度試験** 類縁物質 20 μg/g製剤に適用する。

20 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品のタカルシト
21 ール(C₂₇H₄₄O₃)約20 μgに対応する量をとり、ヘキサン5 mL及
22 びメタノール5 mLを加え、15分間よく振り混ぜた後、遠心
23 分離する。上層を除き、下層5 mLを量り、減圧で溶媒を留
24 去し、残留物をメタノール1 mLに溶かす。この液を孔径0.2
25 μm以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液
26 とする。試料溶液30 μLにつき、次の条件で液体クロマトグ
27 ラフィー (2.01) により試験を行い、各々のピーク面積を自
28 動積分法により測定し、面積百分率法によりタカルシトール
29 及びタカルシトールに対する相対保持時間約0.83のプレタカ
30 ルシトール以外のピークの量を求めるとき、0.8 %以下であ
31 り、タカルシトール及び上記のピーク以外のピークの合計量
32 は2.0 %以下である。

33 試験条件

34 検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準
35 用する。

36 移動相A：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

37 移動相B：水

38 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
39 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%)
0～30	60	40
30～50	60→100	40→0
50～60	100	0

40 流量：タカルシトールの保持時間が約24分になるよう
41 に調整する。

42 面積測定範囲：溶媒のピークの後から60分の範囲

43 システム適合性

44 検出の確認：試料溶液0.5 mLにメタノールを加えて50
45 mLとし、システム適合性試験用溶液とする。この液
46 4 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に10
47 mLとする。この液30 μLから得たタカルシトールの

48 ピーク面積が、システム適合性試験用溶液のタカルシ
49 トールのピーク面積の28～52 %になることを確認す
50 る。

51 システムの性能：試料溶液30 μLにつき、上記の条件で
52 操作するとき、プレタカルシトール、タカルシトール
53 の順に溶出し、その分離度は5以上である。

54 システムの再現性：システム適合性試験用溶液30 μLに
55 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、タカル
56 シトールのピーク面積の相対標準偏差は10 %以下で
57 ある。

58 **定量法** 本品のタカルシトール(C₂₇H₄₄O₃)約2 μgに対応する量
59 を精密に量り、ヘキサン5 mL、メタノール4 mL及び内標準
60 溶液1 mLを正確に加え、15分間よく振り混ぜた後、遠心分
61 離し、下層を孔径0.2 μm以下のメンブランフィルターでろ
62 過し、ろ液を試料溶液とする。別にタカルシトール標準品
63 (別途「タカルシトール水和物」と同様の方法で水分 (2.48)
64 を測定しておく)約1 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、
65 正確に20 mLとし、この液1 mLを正確に量り、メタノール
66 を加えて正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、
67 内標準溶液1 mL及びヘキサン5 mLを正確に加え、15分間よ
68 く振り混ぜた後、遠心分離し、下層を孔径0.2 μm以下のメ
69 ンブランフィルターでろ過し、ろ液を標準溶液とする。試料
70 溶液及び標準溶液30 μLにつき、次の条件で液体クロマトグ
71 ラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面
72 積に対するタカルシトールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求
73 める。

74 タカルシトール(C₂₇H₄₄O₃)の量(μg) = $M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

75 M_S ：脱水物に換算したタカルシトール標準品の秤取量
76 (mg)

77 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶
78 液(3→2500000)

79 試験条件

80 検出器：紫外吸光度計(測定波長：265 nm)

81 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
82 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
83 化シリカゲルを充填する。

84 カラム温度：30 °C付近の一定温度

85 移動相：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／薄
86 めた0.25 mol/L酢酸試液(1→10)混液(13：7)

87 流量：タカルシトールの保持時間が約18分になるよう
88 に調整する。

89 システム適合性

90 システムの性能：標準溶液30 μLにつき、上記の条件で
91 操作するとき、内標準物質、タカルシトールの順に溶
92 出し、その分離度は14以上である。

93 システムの再現性：標準溶液30 μLにつき、上記の条件
94 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
95 に対するタカルシトールのピーク面積の比の相対標準
96 偏差は2.0 %以下である。

97 貯法

98 保存条件 遮光して保存する。

99 容器 気密容器。