

医薬品各条の部 タカルシトール水和物の条の次に次の一条を加える。

タカルシトール軟膏

Tacalcitol Ointment

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

製法 本品は「タカルシトール水和物」をとり、軟膏剤の製法により製する。

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、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ころに同様の強度の吸収を認める。

試験条件

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。

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

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

純度試験 類縁物質 20 μg/g製剤に適用する。

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

試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する。

移動相A：水

移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

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

流量：タカルシトールの保持時間が約24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注入後60分まで

システム適合性

検出の確認：試料溶液0.5 mLにメタノールを加えて50

mLとし、システム適合性試験用溶液とする。この液4 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に10 mLとする。この液30 μLから得たタカルシトールのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のタカルシトールのピーク面積の28～52 %になることを確認する。

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

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

定量法 本品のタカルシトール(C₂₇H₄₄O₃)約2 μgに対応する量を精密に量り、ヘキサン5 mL、メタノール4 mL及び内標準溶液1 mLを正確に加え、15分間よく振り混ぜた後、遠心分離し、下層を孔径0.2 μm以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にタカルシトール標準品(別途「タカルシトール水和物」と同様の方法で水分 (2.48) 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、正確に20 mLとする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、内標準溶液1 mL及びヘキサン5 mLを正確に加え、15分間よく振り混ぜた後、遠心分離し、下層を孔径0.2 μm以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液30 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面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 を求める。

$$\text{タカルシトール(C}_{27}\text{H}_{44}\text{O}_3\text{)の量(}\mu\text{g)} = M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

M_S ：脱水物に換算したタカルシトール標準品の秤取量 (mg)

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液(3→2500000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：265 nm)

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

カラム温度：30 °C付近の一定温度

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

流量：タカルシトールの保持時間が約18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30 μLにつき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、タカルシトールの順に溶出し、その分離度は14以上である。

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

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.