

1 ピタバスタチンカルシウム水和物

2 純度試験(2)の項を次のように改める.

3 純度試験

4 (2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う. 本品
5 0.10 gをアセトニトリル/水混液(3:2) 100 mLに溶かし,
6 試料溶液とする. この液1 mLを正確に量り, アセトニトリ
7 ル/水混液(3:2)を加えて正確に100 mLとし, 標準溶液と
8 する. 試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり, 次の
9 条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う.
10 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
11 るとき, 試料溶液のピタバスタチンに対する相対保持時間約
12 1.1の類縁物質Aのピーク面積は, 標準溶液のピタバスタチ
13 ンのピーク面積の1/2より大きくなく, 試料溶液のピタバ
14 スタチン及び上記以外のピークの面積は, 標準溶液のピタバ
15 スタチンのピーク面積の1/10より大きくない. また, 試料
16 溶液のピタバスタチン以外のピークの合計面積は, 標準溶液
17 のピタバスタチンのピーク面積より大きくない. ただし, ピ
18 タバスタチンに対する相対保持時間約1.4の類縁物質Bのピ
19 ーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数1.8を乗じた
20 値とする.

21 試験条件

22 検出器, カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準
23 用する.

24 移動相A: 希酢酸10 mLに水を加えて1000 mLとする.

25 この液800 mLに薄めた酢酸ナトリウム試液(1 \rightarrow 100)
26 を加えてpH 3.8に調整する.

27 移動相B: 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

28 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
29 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 ~ 20	60	40
20 ~ 40	60 \rightarrow 10	40 \rightarrow 90
40 ~ 60	10	90

30 流量: ピタバスタチンの保持時間が約23分になるよう
31 に調整する.

32 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からピタバスタチンの
33 保持時間の約2.5倍の範囲

34 システム適合性

35 検出の確認: 標準溶液1 mLを正確に量り, アセトニト
36 リル/水混液(3:2)を加えて正確に20 mLとする. こ
37 の液10 μ Lから得たピタバスタチンのピーク面積が,
38 標準溶液のピタバスタチンのピーク面積の4 ~ 6%に
39 なることを確認する.

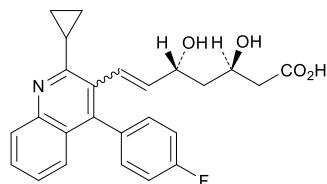
40 システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件で
41 操作するとき, ピタバスタチンのピークの理論段数及
42 びシンメトリー係数は, それぞれ17000段以上, 1.3
43 以下である.

44 システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件
45 で試験を6回繰り返すとき, ピタバスタチンのピーク
46 面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

47 貯法の項の次に次を加える.

48 その他

49 類縁物質A: (3*RS*,5*RS*)-7-[2-シクロプロピル-4-(4-フルオロ
50 フェニル)キノリン-3-イル]-3,5-ジヒドロキシヘプタ-6-エン
51 酸

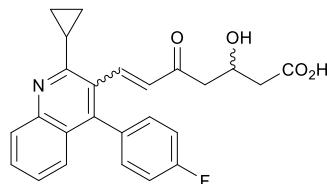


及び鏡像異性体

52

53

54 類縁物質B: 7-[2-シクロプロピル-4-(4-フルオロフェニル)キ
55 ノリン-3-イル]-3-ヒドロキシ-5-オキソヘプタ-6-エン酸



56

57

58