

## プラナルカスト水和物 112.5mg カプセル

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液として、ポリソルベート 80 5gに薄めたpH 6.8のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて1000 mLとした液900 mLを用いる。溶出試験法第2法により、毎分100回転で試験を行う。溶出試験開始90分後、溶出液15 mL以上をとり、孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液2 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にプラナルカスト標準品約0.025 gを精密に量り、ジメチルスルホキシド5 mLを加えて溶かし、試験液を加えて正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長260 nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定し、溶出率を算出する。

本品の90分間の溶出率が80%以上のときは適合とする

プラナルカスト水和物の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{450}{C} \times k$$

$W$ : 脱水物換算したプラナルカスト標準品の量 (mg)

$C$ : 1カプセル中のプラナルカスト水和物( $C_{27}H_{23}N_5O_4 \cdot 1/2 H_2O$ )の表示量 (mg)

$k$ : プラナルカストの無水物換算補正係数, 1.0187

( $= C_{27}H_{23}N_5O_4 \cdot 1/2 H_2O$ の分子量/ $C_{27}H_{23}N_5O_4$ の分子量 = 490.52/481.51)

**プラナルカスト標準品**  $C_{27}H_{23}N_5O_4$ : 481.50 4-オキソ-8-[4-(4-フェニルブトキシ)ベンゾイルアミノ]-2-(テトラゾール-5-イル)-4*H*-1-ベンゾピランで、下記の規格に適合するもの。

**精製法** プラナルカスト水和物を *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶かし、エタノール(99.5)を加えて結晶を析出させる。この操作を更に2回繰り返し、得られた結晶を60℃で24時間減圧乾燥して本品を得る。

**吸光度** (1%, 1 cm) (258 nm): 855~875(乾燥物に換算したもの10 mg, エタノール(99.5), 1000 mL)。

**純度試験**

- (1) 本品10 mgをエタノール(99.5) / ジクロロメタン混液(1:1) 5 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、エタノール(99.5) / ジクロロメタン混液(1:1)を加えて正確に20 mLとする。この液1 mLを正確に量り、エタノール(99.5) / ジクロロメタン混液(1:1)を加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 μLずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/テトラヒドロフラン/ギ酸/酢酸(100)混液(10:4:1:1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。
- (2) 本品のアセトニトリル/ジメチルスルホキシド混液(3:1)溶液(1→5000) 4 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ法により、試験を行うとき、面積百分率で99.5%以上である。

## 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

カラム：内径 6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタヒルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25°C付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル／メタノール混液（5：5：1）

流量：プラナルカストの保持時間が約 10 分になるように調整する。

検出感度：本品のアセトニトリル／ジメチルスルホキシド混液（3：11）溶液（1→1000000）4 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、プラナルカストのピーク高さがフルスケールの 1~2%になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からプラナルカストの保持時間の約 2 倍の範囲

## システム適合性

システムの性能：本品のアセトニトリル／ジメチルスルホキシド混液（3：1）溶液（1→2500）5mL にパラオキシ安息香酸イソアミルのアセトニトリル／ジメチルスルホキシド混液（3：1）溶液（1→2500）5mL を加えた液 4  $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、プラナルカスト、パラオキシ安息香酸イソアミルの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：本品のアセトニトリル／ジメチルスルホキシド混液（3：1）溶液（1→2500）5mL を正確に量り、パラオキシ安息香酸イソアミルのアセトニトリル／ジメチルスルホキシド混液（3：1）溶液（1→2500）5mL を正確に加えた液 4  $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、パラオキシ安息香酸イソアミルのピーク面積に対するプラナルカストのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0%以下である。

乾燥減量 2.0%以下（0.5 g, 105°C, 2 時間）

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する（指示薬：チモールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液 1 mL）。ただし、滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する（換算した乾燥物に対し、99.0%以上）。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 48.15 mg  $C_{27}H_{23}N_5O_4$