

برانلکاست کاپسول Pranlukast Capsules

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり，試験液として，ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 200mL とした液 900mL を用い，パドル法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にبرانلکاست水和物($C_{27}H_{23}N_5O_4 \cdot 1/2 H_2O$)約 5.0 μ g を含む液となるように，ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 200mL とした液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にبرانلکاست標準品(別途，105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し，その減量 〈2.41〉 を測定しておく．)約 25mg を精密に量り，ジメチルスルホキシド 5mL に溶かし，ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 200mL とした液を加えて正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 200mL とした液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 200mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長 260nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

برانلکاست水和物の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18 \times 1.0187$$

W_S : 乾燥物に換算したبرانلکاست標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のبرانلکاست水和物($C_{27}H_{23}N_5O_4 \cdot 1/2 H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
112.5mg	90 分	80%以上

برانلکاست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 برانلکاست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。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

確認試験

(1)本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、256～260nmに吸収の極大を示し、310～318nmに吸収の肩を示す。

(2)本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3100cm^{-1} 、 2940cm^{-1} 、 1662cm^{-1} 、 1646cm^{-1} 及び 1254cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 〈2.24〉 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (258nm) : 855～875(乾燥物に換算したものの10mg, エタノール(99.5), 1000mL)。

類縁物質 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ィー〈2.01〉により、試験を行い、ピーク面積を自動分析法により測定するとき、プランルカスト以外の類縁物質のピークの合計面積は0.5%以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径約6mm、長さ約15cm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チルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.02mol/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：プランルカストの保持時間が約10分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ンルカストの保持時間の約2倍の範囲

カラムの選定：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)1mL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)1mLを加えた液4 μL につき、上記の条件で操作するとき、プランルカスト、パラオキシ安息香酸イソアミルの順に溶出し、分離度が3以上のものを用いる。

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(3:1)溶液(1→1000000)4 μL につき、上記の条件で操作するとき、プラン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。

乾燥減量 〈2.41〉 2.0%以下(0.5g, 105℃, 2時間)

含量 換算した乾燥物に対し，99.0%以上． 定量法 本品約 0.3g を精密に量り，*N,N*-ジメチルホルムアミド 30mL に溶かし，0.1mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉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 1mL)．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

0.1mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1mL = 48.15mg

$C_{27}H_{23}N_5O_4$