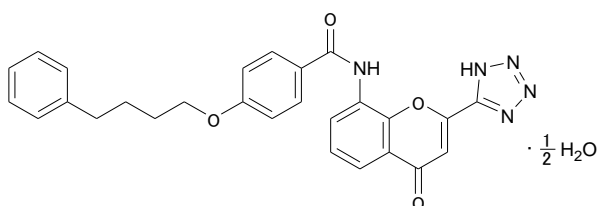


1 プランルカスト水和物

2 Pranalukast Hydrate



3

4 $C_{27}H_{23}N_5O_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$: 490.515 *N*-[4-Oxo-2-(1*H*-tetrazol-5-yl)-4*H*-chromen-8-yl]-4-

6 (4-phenylbutyloxy)benzamide hemihydrate

7 [150821-03-7]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、プランルカ
9 スト($C_{27}H_{23}N_5O_4$: 481.50) 98.0~101.0 %を含む。

10 **性状** 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

11 本品はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく、水にほとん
12 ど溶けない。

13 融点：約233℃(分解)。

14 **確認試験**

15 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき、紫
16 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプランルカス
18 ト標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較
19 するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強
20 度の吸収を認める。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
22 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本
23 品の参照スペクトル又はプランルカスト標準品のスペクトル
24 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同
25 様の強度の吸収を認める。

26 **純度試験**

27 (1) 重金属(1.07) 本品1.0 gをとり、*N,N*-ジメチルホル
28 ムアミド10 mLを加えて懸濁させ、以下第4法により操作し、
29 試験を行う。比較液は*N,N*-ジメチルホルムアミド10 mLを
30 検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液2.0 mLを加える(20
31 ppm以下)。

32 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0 gをろつぽにとり、*N,N*-ジメチ
33 ルホルムアミド10 mLを加えて懸濁させる。これに硝酸マグ
34 ネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10) 10 mLを加
35 え、点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化させる。冷
36 後、残留物に塩酸3 mLを加え、加温して溶かす。これを検
37 液として試験を行う(2 ppm以下)。

38 (3) 類縁物質 本品20 mgをアセトニトリル/ジメチルス
39 ルホキシド混液(3 : 1) 50 mLに溶かし、試料溶液とする。
40 この液1 mLを正確に量り、アセトニトリル/ジメチルスル
41 ホキシド混液(3 : 1)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液
42 とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次
43 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。
44 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
45 るとき、試料溶液のプランルカストに対する相対保持時間約

46 1.5のピーク面積は、標準溶液のプランルカストのピーク面
47 積の1/2より大きくなく、試料溶液のプランルカスト及び
48 上記以外のピークの面積は、標準溶液のプランルカストのピ
49 ーク面積の1/5より大きくない。また、試料溶液のプラン
50 ルカスト以外のピークの合計面積は、標準溶液のプランルカ
51 ストのピーク面積より大きくない。

52 **試験条件**

53 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
54 の試験条件を準用する。

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後からプランルカストの
56 保持時間の約5倍の範囲

57 **システム適合性**

58 検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、アセトニト
59 リル/ジメチルスルホキシド混液(3 : 1)を加えて正確
60 に50 mLとする。この液10 μ Lから得たプランルカス
61 トのピーク面積が、標準溶液のプランルカストのピー
62 ク面積の7~13 %になることを確認する。

63 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
64 操作するとき、プランルカストのピークの理論段数及
65 びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5以
66 下である。

67 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
68 で試験を6回繰り返すとき、プランルカストのピーク
69 面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。

70 **水分**(2.48) 1.5~2.2 % (50 mg, 電量滴定法)。71 **強熱残分**(2.44) 0.2 %以下(1 g)。

72 **定量法** 本品及びプランルカスト標準品(別途本品と同様の方
73 法で水分(2.48)を測定しておく)約20 mgずつを精密に量り、
74 それぞれをアセトニトリル/ジメチルスルホキシド混液(3 :
75 1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLずつを正確
76 に量り、それぞれに内標準溶液5 mLずつを正確に加え、試
77 料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液4 μ Lに
78 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試
79 験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプランルカスト
80 のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

81 プランルカスト($C_{27}H_{23}N_5O_4$)の量(mg) = $M_S \times Q_T / Q_S$ 82 M_S : 脱水物に換算したプランルカスト標準品の秤取量
83 (mg)84 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソアミルのアセトニト
85 リル/ジメチルスルホキシド混液(3 : 1)溶液(1→2500)86 **試験条件**

87 検出器：紫外吸光度計(測定波長：260 nm)

88 カラム：内径6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μ m
89 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ
90 ゲルを充填する。

91 カラム温度：25℃付近の一定温度

92 移動相：0.02 mol/Lリン酸二水素カリウム試液/アセト
93 ニトリル/メタノール混液(5 : 5 : 1)94 流量：プランルカストの保持時間が約10分となるよう
95 に調整する。96 **システム適合性**97 システムの性能：標準溶液4 μ Lにつき、上記の条件で

98 操作するとき、ブランルカスト、内標準物質の順に溶
99 出し、その分離度は3以上である。

100 システムの再現性：標準溶液4 μL につき、上記の条件
101 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
102 に対するブランルカストのピーク面積の比の相対標準
103 偏差は1.0 %以下である。

104 貯法 容器 気密容器。

105 -----

106 **9.01 標準品の(1)の項に次を追加する。**

107 ブランルカスト標準品

108

109