

## ペミロラストカリウム錠 Pemirolast Potassium Tablets

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液にpH5.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50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0.45μm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VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)約5.6μgを含む液となるようにpH5.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確にV'mLとする。この液4mLを正確に量り、薄めた水酸化カリウム試液(1→10)2mLを正確に加え、試料溶液とする。別にペミロラストカリウム標準品(別途本品0.1gにつき、水分測定法の電量滴定法により水分を測定しておく)約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとする。この液4mLを正確に量り、薄めた水酸化カリウム試液(1→10)2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長357nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W<sub>s</sub>：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の量(mg)

C：1錠中のペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)の表示量(mg)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	45分	75%以上
10mg	60分	70%以上

ペミロラストカリウム標準品 C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O : 266.30 9-メチル-3-(1H-テトラゾール-5-イル)-4H-ピリド[1,2-a]ピリミジン-4-オンカリウム塩で、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

**精製法** ペミロラストカリウム3gを水20mLに加熱して溶かし、温時ろ過し、ろ液を2-プロパノール200mL中に滴加する。析出した結晶をろ取し、2-プロパノール100mLで洗浄後、105°Cで3時間乾燥する。

性状 本品は淡黄色の粉末である。

確認試験 本品を 105°Cで 3 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $3080\text{cm}^{-1}$ ,  $1690\text{cm}^{-1}$ ,  $1310\text{cm}^{-1}$  及び  $785\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10g をメタノール 20mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20mL 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 20 $\mu\text{L}$  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。次にメタノール／1,4-ジオキサン／アンモニア水(28)混液(5:5:2)を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254nm)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。

水分 0.5%以下(0.1g, 電量滴定法)。

含量 換算した脱水物に対し 99.0%以上。定量法 本品約 0.2g を精密に量り、水 150mL に溶かし、0.1mol/L 塩酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1\text{mol/L 塩酸 } 1\text{mL} = 26.630\text{mg} \quad \text{C}_{10}\text{H}_7\text{KN}_6\text{O}$$

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, **pH5.0** 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH5.0 に調整する。

## ペミロラストカリウムドライシロップ Pemirolast Potassium Dry Syrup

**溶出試験** 本品の表示量に従いペミロラストカリウム( $C_{10}H_7KN_6O$ )約5mgに対応する量を精密に量り、試験液にpH5.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50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0.45μm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4mLを正確に量り、薄めた水酸化カリウム試液(1→10)2mLを正確に加え、試料溶液とする。別にペミロラストカリウム標準品(別途本品0.1g)につき、水分測定法の電量滴定法により水分を測定しておく)約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとする。この液4mLを正確に量り、薄めた水酸化カリウム試液(1→10)2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長357nm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。

ペミロラストカリウム( $C_{10}H_7KN_6O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_S$ ：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の量(mg)

$W_T$ ：ペミロラストカリウムドライシロップの秤取量(g)

$C$ ：1g中のペミロラストカリウム( $C_{10}H_7KN_6O$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg/g	15分	80%以上

ペミロラストカリウム標準品  $C_{10}H_7KN_6O$  : 266.30 9-メチル-3-(1H-テトラゾール-5-イル)-4H-ピリド[1,2-a]ピリミジン-4-オンカリウム塩で、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

**精製法** ペミロラストカリウム3gを水20mLに加熱して溶かし、温時ろ過し、ろ液を2-プロパノール200mL中に滴加する。析出した結晶をろ取し、2-プロパノール100mLで洗浄後、105°Cで3時間乾燥する。

**性状** 本品は淡黄色の粉末である。

**確認試験** 本品を105°Cで3時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カ

リウム錠剤法により測定するとき、波数  $3080\text{cm}^{-1}$ ,  $1690\text{cm}^{-1}$ ,  $1310\text{cm}^{-1}$  及び  $785\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

類縁物質 本品  $0.10\text{g}$  をメタノール  $20\text{mL}$  に溶かし、試料溶液とする。この液  $1\text{mL}$  を正確に量り、メタノールを加えて正確に  $100\text{mL}$  とする。この液  $1\text{mL}$  を正確に量り、メタノールを加えて正確に  $20\text{mL}$  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  $20\mu\text{L}$  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。次にメタノール／1,4-ジオキサン／アンモニア水(28)混液(5:5:2)を展開溶媒として約  $10\text{cm}$  展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  $254\text{nm}$ )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。

水分  $0.5\%$  以下( $0.1\text{g}$ 、電量滴定法)。

含量 換算した脱水物に対し  $99.0\%$  以上。定量法 本品約  $0.2\text{g}$  を精密に量り、水  $150\text{mL}$  に溶かし、 $0.1\text{mol/L}$  塩酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1\text{mol/L} \text{ 塩酸 } 1\text{mL} = 26.630\text{mg} \quad \text{C}_{10}\text{H}_7\text{KN}_6\text{O}$$

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液、pH5.0  $0.05\text{mol/L}$  リン酸水素二ナトリウム試液  $1000\text{mL}$  に、クエン酸一水和物  $5.25\text{g}$  を水に溶かして  $1000\text{mL}$  とした液を加え、pH5.0 に調整する。