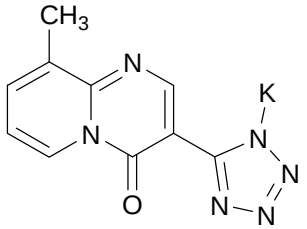
ペミロラストカリウム

Pemirolast Potassium



$C_{10}H_7KN_6O$：266.30

Monopotassium 5-(9-methyl-4-oxo-4*H*-pyrido[1,2-*a*]pyrimidin-3-yl)-1*H*-tetrazol-1-ide [*100299-08-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ペミロラストカリウム（$C_{10}H_7KN_6O$）98.5 ～ 101.0%を含む．

性 状 本品は淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品は水酸化カリウム試液に溶ける．

融点：約 322℃（分解）．

確認試験

（**1**） 本品の薄めた水酸化カリウム試液（1 → 10000）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し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はペミロラストカリウム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度の吸収を認める．

（**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試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はペミロラストカリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（**3**） 本品はカリウム塩の定性反応（**1**）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（**1**） 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（**2**） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（**3**） 類縁物質 本品 50 mg を pH 8.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：2）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：2）を加えて正確に 100 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：2）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．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るとき，試料溶液のペミロラスト以外のピークの面積は，標準溶液のペミロラストのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：ペミロラストの保持時間の約 9 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：2）を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 μL から得たペミロラストのピーク面積が，標準溶液のペミロラストのピーク面積の 15 ～ 25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペミロラストのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，1.7 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペミロラストのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

（**4**）　残留溶媒 別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　0.5%以下（0.1 g，電量滴定法）．

定 量 法　本品及びペミロラストカリウム標準品（別途「ペミロラストカリウム」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを pH 8.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：2）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：2）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 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，内標準物質のピーク面積に対するペミロラストのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ペミロラストカリウム（$C_{10}H_7KN_6O$）の量（mg）＝ W_S ×（Q_T / Q_S）

W_S：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　アミノ安息香酸エチルのメタノール溶液（1 → 1000）

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 4.6 mm，長さ 15 cm 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タデシ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：水/メタノール/酢酸（100）混液（30：20：1）

流　量：ペミロラストの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペミロラスト，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するペミロラストのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0%以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

9．01 標準品の(1)の項に次を追加する．

ペミロラストカリウム標準品　確認試験，定量法