

ペミロラストカリウム点眼液

Pemirolast Potassium Ophthalmic Solution

本品は水性の点眼剤である。

本品は定量するとき、表示量の 95.0～105.0% に対応するペミロラストカリウム(C₁₀H₇KN₆O : 266.30)を含む。

製法 本品は「ペミロラストカリウム」をとり、点眼剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い「ペミロラストカリウム」1mg に対応する容量をとり、薄めた pH8.0 の抗生物質用 0.1mol/L リン酸塩緩衝液(1→10)を加えて 100mL とした液につき、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、波長 255～259nm 及び 355～359nm に吸収の極大を示す。

浸透圧比 別に規定する。

pH 別に規定する。

純度試験 類縁物質 本品の表示量に従い「ペミロラストカリウム」2mg に対応する容量を量り、メタノール 1mL を加え、薄めた pH8.0 の抗生物質用 0.1mol/L リン酸塩緩衝液(1→10)を加えて 5mL とし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、メタノール 20mL を加え、薄めた pH8.0 の抗生物質用 0.1mol/L リン酸塩緩衝液(1→10)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 10 μ L 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面積は、標準溶液のペミロラストのピーク面積の 3/10 より大きくない。また、試料溶液のペミロラスト以外のピーク合計面積は、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：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m 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：40℃付近の一定温度

移動相 A：トリフルオロ酢酸試液/メタノール混液(4：1)

移動相 B：メタノール/トリフルオロ酢酸試液混液(3：2)

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0～60	100→0	0→100

流量：ペミロラストの保持時間が約 19 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペミロラストの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り、薄めた pH8.0 の抗生物質用 0.1mol/L リン酸塩緩衝液(1→10)を加えて正確に 20mL とする。この液 10 μ L 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 7～13% になることを確認する。

システムの性能：ペミロラストカリウム 10mg を薄めた pH8.0 の抗生物質用 0.1mol/L リン酸塩緩衝液(1→10)10mL に溶かす。この液を無色の試験管に入れ、D65 蛍光ランプ(3000lx)を 72 時間照射する。この液 2mL を量り、メタノール 1mL を加え、薄めた pH8.0 の抗生物質用 0.1mol/L リン酸塩緩衝液(1→10)を加えて 5mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ペミロラストに対する相対保持時間約 0.9 のピークとペミロラストの分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L 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。

不溶性異物 (6.11) 試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.08) 試験を行うとき、適合する。

45 **無菌** (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

46 **定量法** 本品のペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)2mgに対応する容量を正確に量り、内標準溶液 2mLを正確に加え、薄めたpH8.0の抗生物質用 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(1→10)/メタノール混液(3:2)を加えて 20mLとし、試料溶液とする。別に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 50mgを精密に量り、水に溶かし、正確に 50mLとする。この液 2mLを正確に量り、内標準溶液 2mLを正確に加え、薄めたpH8.0の抗生物質用 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(1→10)/メタノール混液(3:2)を加えて 20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L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。

53 ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)の量(mg)= $M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$

54 M_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)

55 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)

56 試験条件

57 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 260nm)

58 カラム: 内径 3.9mm, 長さ 15cm のステンレス管に 4 μ m 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。

60 カラム温度: 40°C付近の一定温度

61 移動相: 水/メタノール/酢酸(100)混液(30:20:1)

62 流量: ペミロラストの保持時間が約 4 分になるように調整する。

63 システム適合性

64 システムの性能: 標準溶液 10 μ L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 6 以上である。

66 システムの再現性: 標準溶液 10 μ L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。

68 **貯法** 容器 気密容器。

69 -----

70 **9. 01 標準品の(1)の項に次を追加する。**

71 **ペミロラストカリウム標準品**

72 **9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。**

73 **ペミロラストカリウム** $C_{10}H_7KN_6O$ [医薬品各条]