

有効成分；ニセルゴリン
剤 型；散剤
含 量；10mg / g

本品 0.5 g を精密に量り，試験液に薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）900 mL 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．溶出試験開始 15 分後，溶出液 10 mL 以上をとり，孔径 20 μ m のポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にニセルゴリン標準品を 60 $^{\circ}$ C で 2 時間減圧乾燥し，その約 0.05 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，吸光度測定法により試験を行い，波長 225 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 250 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする．

ニセルゴリン ($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{9}{C}$$

W_s : ニセルゴリン標準品の量 (mg)

W_T : 本品の試料秤取量 (g)

C : 1 g 中のニセルゴリン ($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$) の表示量 (mg)

ニセルゴリン標準品 $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$ (+)-10-メトキシ-1,6-ジメチルエルゴリン-8 β -メタノール 5-プロモニコチン酸エステルで，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 本品 1 g に 20mL のアセトニトリルを加えて直ちに溶解後，冷暗所に約 1.5 日放置し，結晶を析出させる．析出した結晶をろ取し，60 $^{\circ}$ C で 2 時間減圧乾燥する．

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +19.0 ~ +23.0 $^{\circ}$ (乾燥後，0.1g，クロロホルム，10mL，100mm)．

純度試験 類縁物質 本品 0.012g をとり，移動相 25mL に溶かし，試料溶液とする．

この液 1.5mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う．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，試料溶液のニセルゴリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 1 / 3 より大きくない (0.5 % 以下)．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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：50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 1 g を水 500 mL に溶かし，アンモニア試液を加えて pH を 6.0 に調整する．この液 510 mL にアセトニトリル 300 mL 及びエタノール (99.5) 190 mL を加える．

流量：ニセルゴリンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たニセルゴリンのピーク高さが 2 ~ 5 mm 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ニセルゴリンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (2 g，減圧，60 $^{\circ}$ C，2 時間)．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，ニトロベンゼン 40 mL を加え，0.1 mol / L 過塩素酸で滴定する (指示薬：ニュートラルレッド試液 10 滴)．ただし，滴定の終点は液の赤色が青紫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．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.220 mg $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$

有効成分；ニセルゴリン
剤 型；錠剤
含 量；5 mg

本品1個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）900 mL 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。溶出試験開始 90 分後、溶出液 10 mL 以上をとり、孔径 20 μ m のポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にニセルゴリン標準品を 60 °C で 2 時間減圧乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 225 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 250 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする。

ニセルゴリン ($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{9}{C}$$

W_s : ニセルゴリン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のニセルゴリン ($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$) の表示量 (mg)

ニセルゴリン標準品 $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$ (+)-10-メトキシ-1,6-ジメチルエルゴリン-8 β -メタノール 5-ブロモニコチン酸エステルで、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 本品 1 g に 20mL のアセトニトリルを加えて直ちに溶解後、冷暗所に約 1.5 日放置し、結晶を析出させる。析出した結晶をろ取り、60 °C で 2 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +19.0 ~ +23.0 ° (乾燥後, 0.1g, クロロホルム, 10mL, 100mm)。

純度試験 類縁物質 本品 0.012g をとり、移動相 25mL に溶かし、試料溶液とする。

この液 1.5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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、試料溶液のニセルゴリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 1 / 3 より大きくない (0.5 % 以下)。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254nm）

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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：50 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 1 g を水 500 mL に溶かし、アンモニア試液を加えて pH を 6.0 に調整する。この液 510 mL にアセトニトリル 300 mL 及びエタノール (99.5) 190 mL を加える。

流量：ニセルゴリンの保持時間が約 11 分になるように調整する。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たニセルゴリンのピーク高さが 2 ~ 5 mm 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ニセルゴリンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (2 g, 減圧, 60 °C, 2 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸 10 mL を加え、加温して溶かし、冷後、ニトロベンゼン 40 mL を加え、0.1 mol / L 過塩素酸で滴定する（指示薬：ニュートラルレッド試液 10 滴）。ただし、滴定の終点は液の赤色が青紫色を経て青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.220 mg $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$