

## エルゴタミン酒石酸塩 1mg・無水カフェイン 50mg・イソプロピルアンチピリン 300mg 錠

**溶出性**〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水 900mLを用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu$ m 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 5mL を正確に量り、内標準溶液 1mL を正確に加えた後、移動相を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にエルゴタミン酒石酸塩標準品を 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、この液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、標準原液 A とする。また、無水カフェイン標準品を 80°C で 4 時間乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、標準原液 B とする。また、イソプロピルアンチピリン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 5 時間減圧乾燥し、その約 60mg を精密に量り、標準原液 A 2mL、標準原液 B 10mL を正確に加えた後、移動相を加えて溶かし、正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 1mL を正確に加えた後、移動相を加えて正確に 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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、それぞれの液の内標準溶液のピーク面積に対するエルゴタミン酒石酸塩のピーク面積の比  $Q_{TE}$  及び  $Q_{SE}$ 、カフェインのピーク面積の比  $Q_{TC}$  及び  $Q_{SC}$  並びにイソプロピルアンチピリンのピーク面積の比  $Q_{TI}$  及び  $Q_{SI}$  を求める。

本品の 30 分間の溶出率はエルゴタミン酒石酸塩 70%以上、無水カフェイン 85%以上及びイソプロピルアンチピリン 85%以上である。

エルゴタミン酒石酸塩 ( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SE} \times (Q_{TE}/Q_{SE}) \times (1/C_E) \times (9/5)$$

無水カフェイン ( $C_8H_{10}N_4O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SC} \times (Q_{TC}/Q_{SC}) \times (1/C_C) \times 90$$

イソプロピルアンチピリン ( $C_{14}H_{18}N_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SI} \times (Q_{TI}/Q_{SI}) \times (1/C_I) \times 450$$

$W_{SE}$  : エルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_{SC}$  : 無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

$W_{SI}$  : イソプロピルアンチピリン標準品の秤取量 (mg)

$C_E$  : 1 錠中のエルゴタミン酒石酸塩 ( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ ) の表示量 (mg)

$C_C$  : 1 錠中の無水カフェイン ( $C_8H_{10}N_4O_2$ ) の表示量 (mg)

$C_I$  : 1 錠中のイソプロピルアンチピリン ( $C_{14}H_{18}N_2O$ ) の表示量 (mg)

内標準溶液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 10mg を移動相に溶かし、100mL とする。

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 290nm)

蛍光光度計 (励起波長 : 320nm, 蛍光波長 : 388nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用  
ブチ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：薄めたリン酸（17→20）1.36mL を量り，水を加えて混和し，正確に 2000mL  
とする（10mmol/L リン酸水溶液）。この液 1500mL にアセトニトリル 500mL を加  
える。

流量：カフェインの保持時間が約 2 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 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，蛍光検出におい  
てはエルゴタミン酒石酸塩，4-ジメチルアミノベンズアルデヒドの順に溶出し，エル  
ゴタミン酒石酸塩，4-ジメチルアミノベンズアルデヒドの分離度は 2.0 以上である。  
紫外吸光検出においてはカフェイン，4-ジメチルアミノベンズアルデヒド，イソプロ  
ピルアンチピリンの順に溶出し，カフェイン，4-ジメチルアミノベンズアルデヒド及  
びイソプロピルアンチピリンのピークの分離度はそれぞれ 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ 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エルゴタミン酒石酸塩，カフェイン及びイソプロピル  
アンチピリンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ 3.0% 以下である。

**エルゴタミン酒石酸塩標準品** エルゴタミン酒石酸塩（日局）。ただし，乾燥したものを定量す  
るとき，エルゴタミン酒石酸塩（ $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ ）99.0% 以上を含むもの。

**無水カフェイン標準品** 無水カフェイン（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，カフ  
ェイン（ $C_8H_{10}N_4O_2$ ）99.0% 以上を含むもの。

**イソプロピルアンチピリン標準品** イソプロピルアンチピリン（日局）。ただし，乾燥したもの  
を定量するとき，イソプロピルアンチピリン（ $C_{14}H_{18}N_2O$ ）99.0% 以上を含むもの。

エルゴタミン酒石酸塩 0.5mg・無水カフェイン 25mg・イソプロピルアンチピリン 150mg 錠

**溶出性**〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水 900mLを用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 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 5mL を正確に量り、内標準溶液 1mL を正確に加えた後、移動相を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にエルゴタミン酒石酸塩標準品を 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、この液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、標準原液 A とする。また、無水カフェイン標準品を 80°C で 4 時間乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、標準原液 B とする。また、イソプロピルアンチピリン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 5 時間減圧乾燥し、その約 60mg を精密に量り、標準原液 A 2mL、標準原液 B 10mL を正確に加えた後、移動相を加えて溶かし、正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 1mL を正確に加えた後、移動相を加えて正確に 10mL とし、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〈2.10〉により試験を行い、それぞれの液の内標準溶液のピーク面積に対するエルゴタミン酒石酸塩のピーク面積の比  $Q_{TE}$  及び  $Q_{SE}$ 、カフェインのピーク面積の比  $Q_{TC}$  及び  $Q_{SC}$  並びにイソプロピルアンチピリンのピーク面積の比  $Q_{TI}$  及び  $Q_{SI}$  を求める。

本品の 30 分間の溶出率はエルゴタミン酒石酸塩 70%以上、無水カフェイン 85%以上及びイソプロピルアンチピリン 85%以上である。

エルゴタミン酒石酸塩 ( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SE} \times (Q_{TE} / Q_{SE}) \times (1 / C_E) \times (9 / 5)$$

無水カフェイン ( $C_8H_{10}N_4O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SC} \times (Q_{TC} / Q_{SC}) \times (1 / C_C) \times 90$$

イソプロピルアンチピリン ( $C_{14}H_{18}N_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{SI} \times (Q_{TI} / Q_{SI}) \times (1 / C_I) \times 450$$

$W_{SE}$  : エルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_{SC}$  : 無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

$W_{SI}$  : イソプロピルアンチピリン標準品の秤取量 (mg)

$C_E$  : 1 錠中のエルゴタミン酒石酸塩 ( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ ) の表示量 (mg)

$C_C$  : 1 錠中の無水カフェイン ( $C_8H_{10}N_4O_2$ ) の表示量 (mg)

$C_I$  : 1 錠中のイソプロピルアンチピリン ( $C_{14}H_{18}N_2O$ ) の表示量 (mg)

内標準溶液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 10mg を移動相に溶かし、100mL とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：290nm)

蛍光光度計 (励起波長：320nm, 蛍光波長：388nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用  
ブチ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：薄めたリン酸（17→20）1.36mL を量り，水を加えて混和し，正確に 2000mL  
とする（10mmol/L リン酸水溶液）。この液 1500mL にアセトニトリル 500mL を加  
える。

流量：カフェインの保持時間が約 2 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 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，蛍光検出におい  
てはエルゴタミン酒石酸塩，4-ジメチルアミノベンズアルデヒドの順に溶出し，エル  
ゴタミン酒石酸塩，4-ジメチルアミノベンズアルデヒドの分離度は 2.0 以上である。  
紫外吸光検出においてはカフェイン，4-ジメチルアミノベンズアルデヒド，イソプロ  
ピルアンチピリンの順に溶出し，カフェイン，4-ジメチルアミノベンズアルデヒド及  
びイソプロピルアンチピリンのピークの分離度はそれぞれ 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ 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エルゴタミン酒石酸塩，カフェイン及びイソプロピル  
アンチピリンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ 3.0% 以下である。

**エルゴタミン酒石酸塩標準品** エルゴタミン酒石酸塩（日局）。ただし，乾燥したものを定量す  
るとき，エルゴタミン酒石酸塩（ $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ ）99.0% 以上を含むもの。

**無水カフェイン標準品** 無水カフェイン（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，カフ  
ェイン（ $C_8H_{10}N_4O_2$ ）99.0% 以上を含むもの。

**イソプロピルアンチピリン標準品** イソプロピルアンチピリン（日局）。ただし，乾燥したもの  
を定量するとき，イソプロピルアンチピリン（ $C_{14}H_{18}N_2O$ ）99.0% 以上を含むもの。