

エルゴタミン酒石酸塩・無水カフェイン・
イソプロピルアンチピリン錠

**Ergotamine Tartrate, Anhydrous Caffeine and
Isopropylantipyrine Tablets**

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にエルゴタミン酒石酸塩((C₃₃H₃₅N₅O₅)₂・C₄H₆O₆)約 0.5 μ g、無水カフェイン(C₈H₁₀N₄O₂)約 25 μ g 及びイソプロピルアンチピリン(C₁₄H₁₈N₂O)約 150 μ g を含む液となるように移動相を加えて正確に V'mL 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℃で 4 時間減圧乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50mL とする。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(1)とする。また、無水カフェイン標準品を 80℃で 4 時間乾燥し、その約 50mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50mL とし、標準原液(2)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、移動相に溶かし、これに標準原液(1)2mL 及び標準原液 (2)10mL を正確に加えた後、移動相を加えて正確に 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 20mL 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〉 により試験を行い、エルゴタミン酒石酸塩のピーク面積 A_{Ta} 及び A_{sa}、カフェインのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{sb} 並びにイソプロピルアンチピリンのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{sc} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

エルゴタミン酒石酸塩((C₃₃H₃₅N₅O₅)₂・C₄H₆O₆)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{sa} \times (A_{Ta}/A_{sa}) \times (V/V') \times (1/C_a) \times (9/10)$$

無水カフェイン(C₈H₁₀N₄O₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{sb} \times (A_{Tb}/A_{sb}) \times (V/V') \times (1/C_b) \times 45$$

イソプロピルアンチピリン(C₁₄H₁₈N₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sc} \times (A_{Tc}/A_{Tc}) \times (V/V) \times (1/C_c) \times 225$$

W_{Sa} : エルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

W_{Sc} : イソプロピルアンチピリン標準品の秤取量(mg)

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

C_c : 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)

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 μ 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：リン酸 1.36mL を量り，水を加えて 2000mL とする．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 2.7 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 μ 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のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，2.5 以下である．紫外吸光検出においてはカフェイン，イソプロピルアンチピリンの順に溶出し，その分離度は 2.0 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，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相対標準偏差はそれぞれ 3.0% 以下である．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
エルゴタミン酒石酸塩	0.5 mg	45 分	70%以上
無水カフェイン	25 mg		80%以上
イソプロピルアンチピリン	150mg		80%以上

	表示量	規定時間	溶出率
エルゴタミン酒石酸塩	1 mg	30 分	70%以上
無水カフェイン	50 mg		80%以上
イソプロピルアンチピリン	300 mg		80%以上

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).

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($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$)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($\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}$)99.0%以上を含むもの.