

ニセルゴリン散 Nicergoline Powder

溶出試験 本品の表示量に従いニセルゴリン ($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$) 約5 mgに対応する量を精密に量り、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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20 mL以上をとり、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10 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 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。更に、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、紫外可視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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : ニセルゴリン標準品の量 (mg)

W_T : ニセルゴリン散の秤取量 (g)

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

溶出規格

| 表示量 | 規定時間 | 溶出率 |
|--------|------|-------|
| 10mg/g | 15分 | 80%以上 |

ニセルゴリン標準品 $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$: 484.39 (+)-10-メトキシ-1,6-ジメチルエルゴリン-8-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 ニセルゴリン1 gに20 mL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℃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ある．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2940 cm^{-1} ， 1719 cm^{-1} ， 1273 cm^{-1} 及び 746 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

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

純度試験 類縁物質 本品0.012 gをとり，移動相25 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1.5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に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)．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 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℃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．

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

システム適合性

検出の確認：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．

乾燥減量 0.5%以下(2 g，減圧，60℃，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 = 24.219 mg $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$

ニセルゴリン錠 Nicergoline Tablets

溶出試験 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20 mL以上をとり、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10 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 で2時間減圧乾燥し、表示量の10倍量を精密に量り、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。更に、この液10 mLを正確に量り、薄めたpH6.8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、紫外可視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250nmにおける吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 9$$

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)

溶出規格

| 表示量 | 規定時間 | 溶出率 |
|-----|------|-------|
| 5mg | 90分 | 70%以上 |

ニセルゴリン標準品 $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$: 484.39 (+)-10-メトキシ-1,6-ジメチルエルゴリン-8-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 ニセルゴリン1 gに20 mL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℃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ある．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2940 cm^{-1} ， 1719 cm^{-1} ， 1273 cm^{-1} 及び 746 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

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

純度試験 類縁物質 本品0.012 gをとり，移動相25 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1.5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に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)．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 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℃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．

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

システム適合性

検出の確認：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．

乾燥減量 0.5%以下(2 g，減圧，60℃，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 = 24.219 mg $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$