

1 アスピリン腸溶錠

2 Aspirin Delayed-release Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
4 アスピリン($C_9H_8O_4$: 180.16)を含む。

5 **製法** 本品は「アスピリン」をとり、錠剤の製法により製する。

6 **確認試験** 本品を粉末とし、「アスピリン」0.4 gに対応する
7 量を取り、メタノール5 mLを加え、超音波処理した後、水
8 /メタノール混液(111: 89)にリン酸を加えてpH 2.4に調整
9 した液を加えて50 mLとする。この液をろ過し、ろ液を試料
10 溶液とする。別にアスピリン0.4 gをとり、試料溶液の調製
11 と同様に操作して得た液を標準溶液とする。これらの液につ
12 き、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試
13 料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用
14 シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポット
15 する。次にペンタン/酢酸(100)混液(9: 1)を展開溶媒とし
16 て約8 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主
17 波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット
18 及び標準溶液から得たスポットのR値は等しい。

19 **純度試験** サリチル酸 本品を粉末とし、「アスピリン」約
20 0.2 gに対応する量を精密に量り、メタノール20 mLを加え、
21 超音波処理した後、水/メタノール混液(111: 89)にリン酸
22 を加えてpH 2.4に調整した液を加えて正確に200 mLとする。
23 この液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用サリチ
24 ル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し、その約60
25 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100 mLとす
26 る。この液5 mLを正確にとり、メタノールを加えて正確に
27 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10
28 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
29 り試験を行い、それぞれの液のサリチル酸のピーク面積 A_T
30 及び A_S を測定するとき、サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量は、3.0%
31 以下である。

32 サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 1 / 10$

33 M_S : 定量用サリチル酸の秤取量(mg)

34 試験条件

35 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
36 の試験条件を準用する。

37 システム適合性

38 システムの性能は定量法のシステムの性能を準用する。
39 システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
40 で試験を6回繰り返すとき、サリチル酸のピーク面積
41 の相対標準偏差は1.0%以下である。

42 **製剤均一性** (6.02) 質量偏差試験又は次の方法による含量均
43 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

44 本品1個をとり、メタノール10 mLを加え、超音波処理し
45 た後、水/メタノール混液(111: 89)にリン酸を加えてpH
46 2.4に調整した液を加えて正確に100 mLとする。この液をろ
47 過し、ろ液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

48 アスピリン($C_9H_8O_4$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 2$

49 M_S : アスピリン標準品の秤取量(mg)

50 **溶出性** (6.10) 試験液に溶出試験第1液及び溶出試験第2液

51 900 mLずつを用い、パドル法により、毎分75回転で試験を
52 行うとき、試験液に溶出試験第1液を用いた場合の本品の
53 120分間の溶出率は10%以下であり、試験液に溶出試験第2
54 液を用いた場合の本品の90分間の溶出率は75%以上である。

55 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
56 20 mL以上をとり、孔径10 μ m以下のメンブランフィルター
57 でろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V mL
58 を正確に量り、1 mL中にアスピリン($C_9H_8O_4$)約0.11 mgを含
59 む液となるように試験液を加えて正確に V' mLとし、試料
60 溶液とする。別にアスピリン標準品をデシケーター(シリカ
61 ゲル)で5時間乾燥し、その約56 mgを精密に量り、メタノ
62 ル1 mLに溶かし、試験液を加えて正確に50 mLとする。こ
63 の液5 mLを正確にとり、試験液を加えて正確に50 mLとし、
64 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対
65 照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行う。
66 試験液に溶出試験第1液を用いたものは波長280 nmにおける
67 吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長350 nmにおける吸光度 A_{T2} 及び
68 A_{S2} を、試験液に溶出試験第2液を用いたものは波長265 nm
69 における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長350 nmにおける吸光
70 度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

71 アスピリン($C_9H_8O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$72 = M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1 / C \times$$

73 180

74 M_S : アスピリン標準品の秤取量(mg)

75 C : 1錠中のアスピリン($C_9H_8O_4$)の表示量(mg)

76 **定量法** 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
77 とする。アスピリン($C_9H_8O_4$)約0.2 gに対応する量を精密に
78 量り、メタノール20 mLを加え、超音波処理した後、水/メ
79 タノール混液(111: 89)にリン酸を加えてpH 2.4に調整した
80 液を加えて正確に200 mLとする。この液をろ過し、ろ液を
81 試料溶液とする。別にアスピリン標準品をデシケーター(シ
82 リカゲル)で5時間乾燥し、その約50 mgを精密に量り、メ
83 タノール5 mLに溶かし、水/メタノール混液(111: 89)にリン
84 酸を加えてpH 2.4に調整した液を加えて正確に50 mLとし、
85 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
86 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試
87 験を行い、それぞれの液のアスピリンのピーク面積 A_T 及び
88 A_S を測定する。

89 アスピリン($C_9H_8O_4$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 4$

90 M_S : アスピリン標準品の秤取量(mg)

91 試験条件

92 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 295 nm)

93 カラム: 内径4 mm、長さ12.5 cmのステンレス管に5
94 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
95 化シリカゲルを充填する。

96 カラム温度: 40°C付近の一定温度

97 移動相: リン酸二水素カリウム0.341 gを水1000 mLに
98 溶かし、リン酸を加えてpH 2.0に調整した液/メ
99 ノール混液(3: 2)

100 流量: 毎分1.8 mL(アスピリンの保持時間約2分)

101 システム適合性

102 システムの性能：アスピリン0.2 gに定量用サリチル酸
103 のメタノール溶液(3→500) 1 mL及びメタノール20
104 mLを加えて溶かし、水/メタノール混液(111：89)
105 にリン酸を加えてpH 2.4に調整した液を加えて正確
106 に200 mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の条件
107 で操作するとき、アスピリン、サリチル酸の順に溶出
108 し、その分離度は4以上である。

109 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
110 で試験を6回繰り返すとき、アスピリンのピーク面積
111 の相対標準偏差は1.0%以下である。

112 **貯法** 容器 気密容器。

113

114