

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($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$: 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に対応する量
7 をとり、メタノール5 mLを加え、超音波処理した後、水／メ
8 タノール混液(111:89)にリン酸を加えてpH 2.4に調整した液
9 を加えて50 mLとする。この液をろ過し、ろ液を試料溶液と
10 する。別にアスピリン0.4 gをとり、試料溶液の調製と同様に
11 操作して得た液を標準溶液とする。これらの液につき、薄層
12 クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び
13 標準溶液5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル
14 (蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に
15 ペンタン／酢酸(100)混液(9:1)を展開溶媒として約8 cm展開
16 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を
17 照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液か
18 ら得たスポットの R_f 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0.2
20 gに対応する量を精密に量り、メタノール20 mLを加え、超音
21 波処理した後、水／メタノール混液(111:89)にリン酸を加え
22 てpH 2.4に調整した液を加えて正確に200 mLとする。この
23 液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用サリチル酸
24 をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し、その約60 mgを
25 精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100 mLとする。こ
26 の液5 mLを正確にとり、メタノールを加えて正確に100 mL
27 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを正
28 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
29 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 及び
30 A_S を測定するとき、サリチル酸($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$)の量は3.0%以下で
31 ある。

32 サリチル酸($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$)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 μL につき、上記の条件で
40 試験を6回繰り返すとき、サリチル酸のピーク面積の
41 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一
43 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、超音波処理した
45 後、水／メタノール混液(111:89)にリン酸を加えてpH 2.4に
46 調整した液を加えて正確に100 mLとする。この液をろ過し、
47 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($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$)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900
51 mLずつを用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行うと
52 き、試験液に溶出試験第1液を用いた場合の本品の120分間の
53 溶出率は10%以下であり、試験液に溶出試験第2液を用いた
54 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20
56 mL以上をとり、孔径10 μm 以下のメンブランフィルターでろ
57 過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V mLを正
58 確に量り、1 mL中にアスピリン($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$)約0.11 mgを含む液
59 となるように試験液を加えて正確に V' mLとし、試料溶液と
60 する。別にアスピリン標準品をデシケーター(シリカゲル)で5
61 時間乾燥し、その約56 mgを精密に量り、メタノール1 mLに
62 溶かし、試験液を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを
63 正確にとり、試験液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液と
64 する。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫
65 外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う。試験液に溶出
66 試験第1液を用いたものは波長280 nmにおける吸光度 A_{T1} 及
67 び A_{S1} 並びに波長350 nmにおける吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を、試験
68 液に溶出試験第2液を用いたものは波長265 nmにおける吸光
69 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 A_{S2}
70 を測定する。

71 アスピリン($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$)の表示量に対する溶出率(%)
72 = $M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1 / C$
73 $\times 180$

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($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$)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、粉末と
77 する。アスピリン($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$)約0.2 gに対応する量を精密に量り、
78 メタノール20 mLを加え、超音波処理した後、水／メタノール
79 混液(111:89)にリン酸を加えてpH 2.4に調整した液を加えて
80 正確に200 mLとする。この液をろ過し、ろ液を試料溶液と
81 する。別にアスピリン標準品をデシケーター(シリカゲル)で5
82 時間乾燥し、その約50 mgを精密に量り、メタノール5 mLに
83 溶かし、水／メタノール混液(111:89)にリン酸を加えてpH
84 2.4に調整した液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。
85 試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを正確にとり、次の条件で
86 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
87 の液のアスピリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

88 アスピリン($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 4$

89 M_S : アスピリン標準品の秤取量(mg)

90 **試験条件**

91 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 295 nm)

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

95 カラム温度: 40℃付近の一定温度

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

99 流量: 毎分1.8 mL (アスピリンの保持時間約2分)

100 システム適合性

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

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

111 貯法 容器 気密容器。

112

113