

水和物 0.05 g を溶かし、水を加えて 200 mL とし、ろ過する。用時製する。

標定 アスコルビン酸標準品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタリン酸・酢酸試液に溶かし、正確に 100 mL とし、その 2 mL を正確に量り、メタリン酸・酢酸試液 8 mL 及び過酸化水素試液 2 mL を加えて振り混ぜ、滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液で 5 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正し、この試液 1 mL に対応する L-アスコルビン酸 (C₆H₈O₆) の量 *A* mg を計算する。

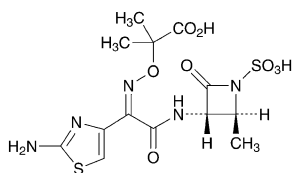
貯法

保存条件 空気を「窒素」で置換して保存する。

容器 密封容器。

アズトレオナム

Aztreonam



C₁₃H₁₇N₅O₈S₂ : 435.43

2-[(Z)-(2-Aminothiazol-4-yl)-[(2S,3S)-2-methyl-4-oxo-1-sulfoazetidin-3-ylcarbamoyl]methyleneaminooxy]-2-methyl-1-propanoic acid [78110-38-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 920 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、アズトレオナム (C₁₃H₁₇N₅O₈S₂) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく、水又はメタノールに溶けにくく、エタノール (95) に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (3 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアズトレオナム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品の核磁気共鳴スペクトル用重水素化ジメチルスルホキシド溶液 (1 → 10) につき、核磁気共鳴スペクトル用重水素化ジメチルスルホキシドに混在する軽水素体を内部基準物質とし、その化学シフトを 2.50 ppm として核磁気共鳴スペクトル測定法 (H) により測定するとき、δ 1.5 ppm 付近に多重線のシグナル A を、δ 7.0 ppm 付近に単一線のシグナル B を示し、各シグナルの面積強度比 A : B はほぼ 9 : 1 である。

旋光度 [α]_D²⁰: -26 ~ -32° (脱水物に換算したものの 0.25 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 2.2 ~

2.8 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.1 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.04 g を水 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 μL 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、試料溶液のアズトレオナム以外の各々のピーク面積は、標準溶液のアズトレオナムのピーク面積より大きくなく、試料溶液のアズトレオナム以外のピークの合計面積は標準溶液のアズトレオナムのピーク面積の 2.5 倍より大きくない。

試験条件

カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

面積測定範囲: 溶媒ピークの後から、アズトレオナムの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、この液 25 μL から得たアズトレオナムのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のアズトレオナムのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能: 定法量で得た標準溶液 25 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、アズトレオナムの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 25 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アズトレオナムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

水分 2.0 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びアズトレオナム標準品約 0.02 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを水 70 mL に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水を加えて 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 μL 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い、内標準物質のピーク面積に対するアズトレオナムのピーク面積の比 *Q_T* 及び *Q_S* を求める。

$$\begin{aligned} & \text{アズトレオナム (C}_{13}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}_2\text{) の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ & = \text{アズトレオナム標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000 \end{aligned}$$

内標準溶液 4-アミノ安息香酸溶液 (1 → 6250)

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 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：40 °C 付近の一定温度

移動相：硫酸水素テトラブチルアンモニウム 1.7 g を水 300 mL に溶かし，0.5 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液で pH を 3.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする。この液 650 mL にメタノール 350 mL を加える。

流量：アズトレオナムの保持時間が約 8 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 25 μ L につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アズトレオナムの順に溶出し，その分離度は 4 以上である。

システムの再現性：標準溶液 25 μ 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アズトレオナムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

貯法

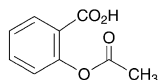
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

アスピリン

Aspirin

アセチルサリチル酸



$C_9H_8O_4$: 180.16

2-Acetoxybenzoic acid [50-78-2]

本品を乾燥したものは定量するとき，アスピリン ($C_9H_8O_4$) 99.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶，粒又は粉末で，においはなく，わずかに酸味がある。

本品はエタノール (95) 又はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

本品は湿った空气中で徐々に加水分解してサリチル酸及び酢酸になる。

融点：約 136 °C（あらかじめ溶液を 130 °C に加熱しておく）。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 5 mL を加えて 5 ~ 6 分間煮沸し，冷後，塩化鉄 (III) 試液 1 ~ 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.5 g に炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，希硫酸 10 mL を加えるとき，酢酸のにおい

を発生し，白色の沈殿を生じる。また，この沈殿をろ過して除き，ろ液にエタノール (95) 3 mL 及び硫酸 3 mL を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を温炭酸ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は澄明である。

(2) サリチル酸 本品 2.5 g をエタノール (95) に溶かし 25 mL とし，この 1.0 mL をとり，新たに製した希硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 1 mL に水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え，30 秒間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：サリチル酸 0.100 g を水に溶かし，酢酸 (100) 1 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。この液 1.0 mL をとり，新たに製した希硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 1 mL にエタノール (95) 1 mL 及び水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え，30 秒間放置する。

(3) 塩化物 本品 1.8 g に水 75 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 75 mL とし，ろ過する。ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.015 % 以下)。

(4) 硫酸塩 (3) のろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.040 % 以下)。

(5) 重金属 本品 2.5 g をアセトン 30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液は鉛標準液 2.5 mL にアセトン 30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(6) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり，試験を行う。液の色は比較液 Q より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (3 g，シリカゲル，5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けた還流冷却器を用いて 10 分間穏やかに煮沸する。冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.25 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 45.04 mg $C_9H_8O_4$

貯法 容器 密閉容器。

アスピリン錠

Aspirin Tablets

アセチルサリチル酸錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ~ 105 % に対応するアスピリン ($C_9H_8O_4$: 180.16) を含む。

製法 本品は「アスピリン」をとり，錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」0.1 g