

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

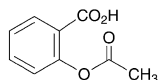
保存条件 遮光して保存する。

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

に対応する量を取り、水 10 mL を加えて 5 ～ 6 分間煮沸し、冷後、ろ過する。ろ液に塩化鉄(Ⅲ)試液 1 ～ 2 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「アスピリン」0.5 g に対応する量を取り、温エタノール(95) 10 mL ずつで振り混ぜて 2 回抽出し、抽出液を合わせてろ過する。ろ液を蒸発乾固し、残留物に炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸し、以下「アスピリン」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 サリチル酸 本品を粉末とし、表示量に従い「アスピリン」1.0 g に対応する量を取り、エタノール(95) 15 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 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 に水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え、以下「アスピリン」の純度試験(2)を準用する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アスピリン($C_9H_8O_4$) 約 1.5 g に対応する量を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え、以下「アスピリン」の定量法を準用する。

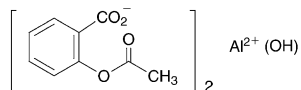
0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 45.04 mg $C_9H_8O_4$

貯法 容器 密閉容器。

アスピリンアルミニウム

Aspirin Aluminium

アセチルサリチル酸アルミニウム



$C_{18}H_{15}AlO_9$: 402.29

Bis(2-acetoxybenzoate)hydroxoaluminium [23413-80-1]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アスピリン($C_9H_8O_4$: 180.16) 83.0 ～ 90.0 % 及びアルミニウム(Al : 26.98) 6.0 ～ 7.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに酢酸臭がある。

本品は水、メタノール、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

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分解しながら溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、必要ならば加温して溶かす。この液 2 mL に塩酸を加えて中性とし、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) 定量法(1)の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 277 ～ 279 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品 2 g を白金るつぼにとり、炭化するまで強熱し、

残留物に無水炭酸ナトリウム 1 g を加えて 20 分間強熱する。冷後、残留物に希塩酸 15 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。このろ液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) サリチル酸塩 定量法(1)で得た A_{T2} と A_{S2} から次の式によって、サリチル酸塩〔サリチル酸($C_7H_6O_3$: 138.12)として〕の量を求めるとき、その量は換算した脱水物に対し 7.5 % 以下である。

$$\begin{aligned} & \text{サリチル酸}(C_7H_6O_3)\text{の量(mg)} \\ & = \text{定量用サリチル酸の量(mg)} \times \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \times \frac{1}{4} \end{aligned}$$

(2) 重金属 本品 2.0 g を磁製るつぼにとり、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え、白煙が発生し、更に白煙がなくなるまで弱く加熱した後、500 ～ 600 °C で強熱し、灰化する。灰化が不充分のときには、更に硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え、同様に弱く加熱した後、500 ～ 600 °C で強熱し、灰化を完全にす。冷後、塩酸 2 mL を加え、以下第 2 法により操作し、試験を行う。ただし、比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする(10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 15 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、赤色が消えるまでかき混ぜながら塩酸を滴加する。更に塩酸 2 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間冷却し、ガラスろ過器(G3)を用いてろ過し、残留物を 1 mol/L 塩酸試液 5 mL で 2 回洗い、洗液はろ液に合わせ、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

水分 4.0 % 以下(0.15 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

(1) アスピリン 本品約 0.1 g を精密に量り、フッ化ナトリウム試液 40 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、更に時々振り混ぜ、10 分間放置する。次にクロロホルム 20 mL ずつで 6 回抽出し、全クロロホルム抽出液を合わせ、更にクロロホルムを加えて正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で 3 時間乾燥し、その約 0.09 g を精密に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液(1)とする。またアスピリン標準品をデシケーター(シリカゲル)で 5 時間乾燥し、その約 0.09 g を精密に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液(2)とする。これらの液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液(1)の波長 278 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 、並びに 308 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。また標準溶液(2)の波長 278 nm における吸光度 A_{S3} を測定する。

アスピリン($C_9H_8O_4$)の量(mg)

$$= \text{アスピリン標準品の量(mg)} \times \left[\frac{A_{T1} - \frac{A_{T2} \times A_{S1}}{A_{S2}}}{A_{S3}} \right]$$