

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 個以上を取り、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。

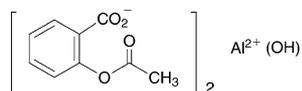
0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 45.04 mg $C_9H_8O_4$

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)

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

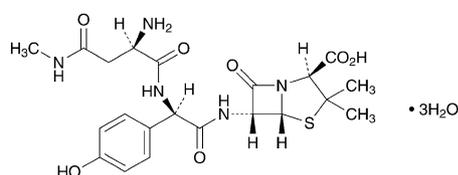
(2) アルミニウム 本品約 0.4 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液を滴加して pH を約 1 とし、更に pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL 及び Cu-PAN 試液 0.5 mL を加え、煮沸しながら、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり、1 分以上持続したときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} &0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二} \\ &\text{水素二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 1.3491 \text{ mg Al} \end{aligned}$$

貯法 容器 密閉容器。

アスポキシシリン

Asposicillin



$C_{21}H_{27}N_5O_7S \cdot 3H_2O$: 547.58

(2*S*, 5*R*, 6*R*)-6-[(2*R*)-2-[(2*R*)-2-Amino-3-methylcarbamoylpropanoylamino]-2-(4-hydroxyphenyl)-acetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo-[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate [63358-49-6, 無水物]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 950 μ g (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、アスポキシシリン ($C_{21}H_{27}N_5O_7S$: 493.53) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、水にやや溶けにくく、アセトニトリル、メタノール又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 4000) 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スポキシシリン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) 本品につき、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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアスポキシシリン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +170 \sim +185° (脱水物に換算したもの 0.2 g, 水, 20 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.2 \sim 5.2 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(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 2.0 g をとり、第 5 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 (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.05 g を移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 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 10 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、試料溶液のアスポキシシリン以外の各々のピークの面積は、標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の $\frac{3}{10}$ より大きくなく、試料溶液のアスポキシシリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, 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。

面積測定範囲 : アスポキシシリンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認 : 標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たアスポキシシリンのピーク面積が、標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の 15 \sim 25 % になることを確認する。

システムの再現性 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アスポキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である。

水分 9.5 \sim 13.0 % (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品及びアスポキシシリン標準品約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを水適量に溶かし、内標準溶液 10 mL ずつを正確に加え、アセトニトリル 6.5 mL 及び水を加えて 50 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 10 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い、内標準物質のピーク面積に対するアスポキシシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} &\text{アスポキシシリン } (C_{21}H_{27}N_5O_7S) \text{ の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ &= \text{アスポキシシリン標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ &\quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000 \end{aligned}$$

内標準溶液 *N*-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド溶液 (1 \rightarrow 1000)

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 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。