

アスピリン・ダイアルミネート (アスピリン 330mg・炭酸マグネシウム 100mg・ジヒドロキシアルミニウムアミノアセテート 50mg) 錠

#### 溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL 以上を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.5mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 6mL を正確に加え、試料溶液とする。別にアスピリン標準品をデシケーター (シリカゲル) で 5 時間乾燥し、その約 22mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 20mL とする。この液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 30mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.5mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 15mL を正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 269nm における吸光度  $A_r$  及び  $A_s$  を測定する。  
本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

アスピリン ( $C_9H_8O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_r}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 1500$$

$W_s$  : アスピリン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のアスピリン ( $C_9H_8O_4$ ) の表示量 (mg)

pH4.0 の 0.5mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液

酢酸ナトリウム三水和物 68.05g を量り、水 750mL を加えて溶かし、酢酸 (100) を用いて pH を 4.0 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

アスピリン・ダイアルミネート (アスピリン 81mg・炭酸マグネシウム 22mg・ジヒドロキシアルミニウムアミノアセテート 11mg) 錠

#### 溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 4mL を正確に量り、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液 1mL を加え、15 分間放置する。この液に薄めた塩酸 (9→100) を加えて pH 3 以下とし、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 20mL 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 23mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 15mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、サリチル酸のピーク面積  $A_r$  及び  $A_s$  を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

アスピリン ( $C_9H_8O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_r}{A_s} \times \frac{180.16}{138.12} \times \frac{1}{C} \times 270$$

$W_s$  : 定量用サリチル酸の量 (mg)

180.16 : アスピリンの分子量

138.12 : サリチル酸の分子量

$C$  : 1 錠中のアスピリン ( $C_9H_8O_4$ ) の表示量 (mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 296 nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu$ m の液体クロマトグラフィー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 : 水/メタノール/酢酸(100)混液 (50 : 50 : 3)

流量 : サリチル酸の保持時間が約 6 分と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 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、サリチル酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は 6000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、サリチル酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。