

溶液，按分光吸光度測定法（通則 1008）用 1-cm 貯液管，取鹼性亞硝鐵氰化鈉溶液 5.0mL 以甲醇：水（1：1）混液稀釋成 100mL 之溶液為對照液，於波長 710nm 附近呈最大吸收處測定之：檢品溶液之吸光度不得大於標準品溶液測得者（限度：對氨基酚 0.005%）。

- (8) 對氯乙醯苯胺限量——取本品 1.0g，置 15-mL 玻塞離心管中，加乙醚 5mL，機械震盪三十分鐘後，以 1000rpm 之轉速離心分離十五分鐘或直至明確分層為止。取上澄液 200 μ L，按薄層層析法（通則 1010.3），以每 40 μ L 部分點注於矽膠薄層上，獲得一直徑勿超過 10mm 之注點。另取每 mL 含對氯乙醯苯胺 10 μ g 之標準品乙醚溶液 40 μ L 點注於矽膠薄層上。乾後，以己烷：丙酮（75：25）混液為展開溶媒，於一未經展開溶媒飽和之展層室中層析之。取出層析板風乾後，置短波長紫外光下檢視之：檢品溶液如有與標準品溶液主斑點 R_f 值相同之斑處呈現，其大小及色澤均不得較標準品溶液主斑點所呈現者為大為深（10ppm）。
- (9) 熾灼殘渣——本品經熾灼後，遺留殘渣不得超過 0.1%（通則 3002）。

含量測定：取本品約 120mg，精確稱定，置 500-mL 容量瓶中，加甲醇 10mL 使溶後，加水至容量，混勻。取此液 5.0mL，置 100-mL 容量瓶中，加水稀釋至容量，混勻。另取本品對照標準品適量，精確稱定，以相同溶媒調製為每 mL 含約 12 μ g 之標準品溶液。取檢品溶液及標準品溶液，按紫外光吸光度測定法（通則 1008）用 1-cm 貯液管，以水為對照液，於波長 244nm 附近呈最大吸收處測定二溶液之吸光度。按下列公式計算所取檢品含 $C_8H_9NO_2$ 之 mg 數：

$$10C(A_U/A_S)$$

C ：標準品溶液每 mL 所含本品對照標準品之 μ g 數。

A_U 及 A_S ：分別為檢品溶液及標準品溶液之吸光度。

貯藏法：本品應置緊密阻光容器中貯之。

用途分類：鎮痛藥，解熱藥。

乙醯胺酚、乙醯水楊酸錠

Acetaminophen and Acetylsalicylic Tablets

本品所含乙醯胺酚 ($C_8H_9NO_2$) 及乙醯水楊酸 ($C_9H_8O_4$) 應分別為各該成分標誌含量之 90.0~

110.0%。

鑑別：按含量測定項操作所得層析圖譜，檢品溶液中乙醯胺酚及乙醯水楊酸二成分主波峯分別與標準品溶液中該二成分主波峯之滯留時間相同。

一般檢查及其他規定：

(1) 溶離度——按照通則 3015 方法測定之。

溶媒：水；900mL

裝置 II：50rpm

時程：45 分鐘

移動相溶媒——按含量測定項規定製備。

混合溶媒——按含量測定項規定製備。

內部標準品溶液——取安息香酸適量，加甲醇溶成每 mL 含約 1mg 之溶液。

標準品溶液 1——取水楊酸對照標準品（注意一使用前置矽膠乾燥器內乾燥三小時）適量，精確稱定，加混合溶媒溶成每 mL 含約 70 μ g 之溶液。取此溶液 4.0mL 與內部標準品溶液 1.0mL 混勻供用。

標準品溶液 2——取乙醯胺酚對照標準品（注意一使用前置矽膠乾燥器內乾燥十八小時）及乙醯水楊酸對照標準品（注意一使用前置矽膠乾燥器內乾燥五小時）各適量，精確稱定，加混合溶媒溶成每 mL 含乙醯胺酚及乙醯水楊酸各約 360 μ g 之溶液。取此溶液 4.0mL 與內部標準品溶液 1.0mL 混勻供用。

檢品溶液——本試驗所得溶液經取樣、過濾，取濾液 4.0mL 與內部標準品溶液 1.0mL 混合供用。

層析裝置——按照含量測定項下規定製備。

測定法——取檢品溶液及標準品溶液 1、2 各等量（約 20 μ L），分別注入層析裝置層析之，記錄其層析圖譜，測計各主波峯值，其相對滯留時間設安息香酸為 1.0，則乙醯胺酚為約 0.3，水楊酸為約 0.4，乙醯水楊酸為約 0.6。按下式計算所溶離乙醯胺酚 ($C_8H_9NO_2$) 之量：

$$90(C/W)(R_U/R_S)$$

C ：標準品溶液 2 每 mL 含乙醯胺酚對照標準品之 μ g 數。

W ：本品標誌每錠含乙醯胺酚之 mg 數。

R_U 及 R_S ：分別為檢品溶液及標準品溶液 2 中乙醯胺酚與內部標準品波峯值之比值。

按下式計算溶離乙醯水楊酸 ($C_9H_8O_4$) 之量：

$$\{[90C_1(R_{U1}/R_{S1})] + [90C_2(R_{U2}/R_{S2})(1.3044)]\} / W$$

C_1 及 C_2 ：分別為標準品溶液 2 每 mL 含乙醯水楊酸對照標準品及標準品溶液 1 每 mL 含水楊酸對照標準品之 μ g 數。

R_{U1} 及 R_{S1} ：分別為檢品溶液及標準品溶液 2 中乙醯水楊酸與內部標準品波峯值之比值。

R_{U2} 及 R_{S2} ：分別為檢品溶液及標準品溶液 1 中水

楊酸與內部標準品波峯值之比值。

W ：本品標誌每錠含乙醯水楊酸之 mg 數。

容許範圍——於四十五分鐘時程內所溶離之乙醯胺酚 ($C_8H_9NO_2$) 及乙醯水楊酸 ($C_9H_8O_4$)，均不得少於各該成分標誌含量之 75% (Q)。

(2) 單位劑量均一度——本品所含乙醯胺酚及乙醯水楊酸，均應符合含量均一度之規定 (通則 3016)。

(3) 水楊酸限量——

混合溶媒、移動相溶媒、內部標準品溶液及層析裝置——按照含量測定項規定製備。

測定法——取水楊酸對照標準品適量精確稱定，加混合溶媒溶成每 mL 含 1.0mg 之溶液。取此溶液 1.0mL、5.0mL 及 10.0mL 分置三個 100-mL 容量瓶中，三瓶各加內部標準品溶液 10.0mL，再各加混合溶媒至容量，分別混勻。取此三標準品溶液按照含量測定項測定法層析之，將測得水楊酸與安息香酸波峯值之三種不同比值，比對各該標準品溶液每 mL 含水楊酸之 mg 數，作成標準曲線，再將含量測定項檢品溶液之層析圖譜中所得水楊酸與安息香酸波峯值之比值與此標準曲線相比對，以求得檢品溶液每 mL 含水楊酸 ($C_7H_6O_3$) 之 mg 數，將此數值與含量測定項所得檢品溶液中乙醯水楊酸含量相比對，計算所含水楊酸之百分值：本品所含水楊酸不得超過 3.0%。

含量測定：(注意—使用清潔乾燥之玻璃器皿；檢品溶液及標準品溶液應於臨測定時製備後，並迅即注入層析之)

混合溶媒——取氯仿：甲醇：冰醋酸 (78：20：2) 混液供用。

移動相溶媒——取氫氧化四甲銨五水合物 225mg，置 1000-mL 容量瓶中，加水 750mL、甲醇 125mL、乙腈 125mL 及冰醋酸 1.0mL，攪拌三分鐘，以孔徑 0.5- μ m 或更細之微孔濾膜過濾並予脫氣處理，必要時混合比例可予調整。

內部標準品溶液——取安息香酸適量，加混合溶媒溶成每 mL 含約 20mg 之溶液。

標準品溶液——取乙醯胺酚對照標準品及乙醯水楊酸對照標準品各約 325mg，精確稱定，置 100-mL 容量瓶中，加內部標準品溶液 10.0mL，以混合溶媒稀釋至容量，混勻。

檢品溶液——取本品二十錠以上，稱量後研成細粉，取相當於乙醯胺酚約 325mg 之細粉，精確稱定，置 100-mL 容量瓶中，加內部標準品溶液 10.0mL 及混合溶媒約 50mL，超音波振盪三分鐘，加混合溶媒至容量，混合後，取其一部分以孔徑 2.5- μ m 或更細之微孔濾膜過濾，以濾液供用。

層析裝置——液相層析裝置，具 280-nm 檢測器，

3.9-mm \times 30-cm 層析管，充填直徑 3~10 μ m 十八矽烷鍵結之多孔性矽石或陶瓷微粒，移動相溶媒每分鐘流速約 2mL，取標準品溶液按照下述測定法注入四次層析之，記錄其波峯值；其任一成分重複注入之相對標準差均不得大於 3.0%。

測定法——取檢品溶液及標準品溶液等量 (約 5 μ L) 分別注入層析裝置層析之，記錄其層析圖譜，測計各主波峯值。各成分滯留時間之順序為：乙醯胺酚、水楊酸 (如含有)、乙醯水楊酸及安息香酸分別為二、三、五及八分鐘。按下式計算所取檢品中含乙醯胺酚 ($C_8H_9NO_2$) 之 mg 數：

$$100C(R_U/R_S)$$

C ：標準品溶液每 mL 含乙醯胺酚對照標準品之 mg 數。

R_U 及 R_S ：分別為檢品溶液及標準品溶液中乙醯胺酚與安息香酸波峯值之比值。

依照上列計算式將「乙醯胺酚對照標準品」變更為「乙醯水楊酸對照標準品」，「乙醯胺酚」變更為「乙醯水楊酸」即可計算所取檢品中含乙醯水楊酸 ($C_9H_8O_4$) 之 mg 數。

貯藏法：本品應置於緊密阻光容器內及控溫室中貯之。

用途分類：見乙醯胺酚。

乙醯胺酚、磷酸可待因膠囊

Acetaminophen and Codeine Phosphate Capsules

本品所含乙醯胺酚 ($C_8H_9NO_2$) 及磷酸可待因 ($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$) 應分別為各該成分標誌含量之 90.0~110.0%。

鑑別：

(1) 按含量測定項操作所得層析圖譜，檢品溶液中乙醯胺酚及磷酸可待因二成分主波峯分別與標準品溶液中該二成分主波峯之滯留時間相同。

(2) 取相當於磷酸可待因約 12mg 之膠囊內容物，置於分液漏斗中，加水 5mL、氫氧化銨 1mL、二氯乙烷 5mL，振搖一分鐘，靜置使液層分離，取下層澄清液用為檢品溶液。另取乙醯胺酚對照標準品 (注意—使用前置矽膠乾燥器內乾燥十八小時) 及磷酸可待因對照標準品 (注意—使用前於 105° 乾燥十八小時) 各適量，加甲醇溶成每 mL 含該二成分各 12mg 之溶液用為標準品溶液，取檢品溶液及標準品溶液各 10 μ L，按照薄層層析法 (通則