

乙醯水楊酸栓

Acetylsalicylic Acid Suppositories

別名：阿斯匹林栓 Aspirin Suppositories

本品所含 $C_9H_8O_4$ ，應為標誌含量之 90.0~110.0%。

鑑別：取含量測定項下調製檢品溶液時經熔融之檢品，相當於乙醯水楊酸 1g 之冷卻凝塊，置 125-mL 錐形瓶中，加乙醇 20mL，加溫使檢品完全崩散，於冰鍋中冷卻五分鐘後，過濾。取濾液蒸乾，殘留物按一般鑑別試驗法檢查之：呈乙醯水楊酸(1)及(2)之反應。

一般檢查及其他規定：

游離水楊酸之限量——

氯化鐵—尿素試劑——取尿素 60g，加入氯化鐵溶液 (6→10) 8mL 與 0.05N 鹽酸 42mL 之混液中，勿予加熱，旋搖使溶。必要時可加 6N 鹽酸，調整其 pH 為 3.2。此溶液應於使用當日配製。

測定法——取 20×2.5-cm 之柱層析管按柱層析法 (通則 1010.1) 於下方縮細部塞以玻璃棉，將層析用矽藻土 1g 與 5M 磷酸 0.5mL 之混合物均勻填入柱中，於其上再均勻填以矽藻土 3g 與氯化鐵—尿素試劑 2mL 之混合物。取含量測定項下調製檢品溶液時經熔融後冷卻之檢品，相當於乙醯水楊酸約 50mg 之冷卻凝塊，精確稱定，加氯仿 10mL，微溫攪拌至溶，藉氯仿 5mL 之助，移置於層析柱上。取氯仿 50mL，分次加入層析柱，使自然流洗後，用氯仿沖洗層析管之尖端，棄去流洗液。如紫色帶域移行達柱之底部，棄去此層析柱，另取較少量之檢品重行測試。

層析柱中吸著之水楊酸以冰醋酸：水飽和乙醚 (1→10) 混液 10mL 溶析二次，繼之以氯仿 30mL 溶析之，流出之溶析液收集於預置甲醇 20mL 及鹽酸 0.2mL 之 100-mL 容量瓶中，加氯仿至容量作為檢品溶液。另取水楊酸適量，精確稱定，溶於氯仿，每 mL 含水楊酸 150 μ g 之溶液。取此溶液 5mL，移置一內置甲醇 10mL，鹽酸 0.1mL，冰醋酸乙醚溶液 (1→10) 10mL 之 50-mL 容量瓶中，加氯仿至容量，混勻，作為標準品溶液。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，以與標準品溶液相同之溶劑為對照，於波長 306nm 附近呈最大吸收處，測定二者之吸光度，檢品溶液之吸光度不得超過標準品溶液之吸光度 (3.0%)。

含量測定：(注意—測定時使用新近用水飽和之氯仿) 層析柱——取層析用矽藻土 3g 與碳酸氫鈉溶液 (1→

12) 2mL 混合後，準照游離水楊酸之限量項下方法，均勻充填於層析柱中。使用當日製備。

標準品溶液——取乙醯水楊酸對照標準品 (注意—使用前置矽膠乾燥器內乾燥五小時) 約 50mg，精確稱定，置 50-mL 容量瓶中，加冰醋酸 0.5mL，加氯仿至容量。取此溶液 5.0mL，置 100-mL 容量瓶中，加冰醋酸氯仿溶液 (1→100) 至容量，混勻。

檢品溶液——取小皿及玻棒各一，稱定後，將本品五粒以上置入皿中，於汽鍋上加熱至熔融，攪拌至冷，稱量之。取相當於乙醯水楊酸約 50mg 之冷卻凝塊，置預貯鹽酸甲醇溶液 (1→50) 1mL 之 50-mL 容量瓶中，加氯仿 40mL，混勻，並加至容量。

測定法——取檢品溶液 5mL，置層析柱上方，自然流下後，順次以氯仿 5mL 及 25mL 流洗，棄去流洗液。隨即以冰醋酸氯仿溶液 (1→10) 10mL，及冰醋酸氯仿溶液 (1→100) 85mL 溶析之，流出之溶析液收集於 100-mL 容量瓶中，並加冰醋酸氯仿溶液 (1→100) 至容量，混勻。所得溶液隨即與標準品溶液，用 1-cm 貯液管，以氯仿為對照，於波長 280nm 附近呈最大吸收處測定其吸光度，按照下列公式計算所取檢品含 $C_9H_8O_4$ 之 mg 數：

$$C(A_U/A_S)$$

C：標準品溶液每 mL 所含乙醯水楊酸對照標準品之 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：本品應置於緊密容器內冷處貯之。

用途分類：見乙醯水楊酸。

乙醯水楊酸錠

Acetylsalicylic Acid Tablets

別名：阿斯匹林錠 Aspirin Tablets

本品所含 $C_9H_8O_4$ ，應為標誌含量之 90.0~110.0%。(本品含量大於 81mg 者，不含甘味劑及芳香劑。)

注意：本品經加腸衣者，應符合乙醯水楊酸延釋錠之規定。

鑑別：

(1) 取本品一錠，壓碎後加水 50mL，煮沸五分鐘。冷後，加氯化鐵試液 1~2 滴，即現紫紅色。

(2) 取相當於乙醯水楊酸約 500mg 之本品粉末，加乙醇 10mL 振搖數分鐘，離心分離之。傾出上澄液蒸

發至乾。殘留物於 60° 真空乾燥一小時，按照紅外光吸光度測定法（通則 1008）溴化鉀錠法測定之，其吸收光譜與乙醯水楊酸對照標準品（注意—使用前置矽膠乾燥器內乾燥五小時）以同法測得者，僅於相同波長處呈最大吸收。

一般檢查及其他規定：

(1) 溶離度——按照通則 3015 方法測定。

溶 媒：0.05M 醋酸鹽緩衝液；500mL
 (0.05M 醋酸鹽緩衝液：取醋酸鈉三水鹽 2.99g，冰醋酸 1.66mL，加水使成 1000mL。
 此溶液之 pH 值為 4.50±0.05。)

裝置 I：50rpm

時 程：30 分鐘

測定法——本試驗所得溶液經取樣、過濾，必要時，濾液以溶離溶媒作適當稀釋後，按照紫外光吸光度測定法於波長 265±2nm 乙醯水楊酸與水楊酸等吸光點處，測定其吸光度，與已知濃度乙醯水楊酸對照標準品溶於相同溶媒所成溶液之吸光度相比對，計算所含溶離 C₉H₈O₄ 之量。（注意—標準品所作溶液，應於臨測定時製作之。製作時，可加擬製此溶液總容量 1% 以內容量之乙醇使標準品溶解後，再以溶離溶媒稀釋至容量）。
 容許範圍——於三十分鐘時程內，溶離之 C₉H₈O₄ 不得少於標誌含量之 80% (Q)。

(2) 單位劑量均一度——應符合規定（通則 3016）。

(3) 游離水楊酸限量——

移動相溶媒及稀釋液——均按照含量測定項下規製備。

標準溶液——取水楊酸對照標準品適量，精確稱定，溶於按含量測定項下規定製備之標準品溶液中，使成每 mL 含水楊酸約 0.015mg 之標準溶液。

檢品溶液——以含量測定項下製備檢品溶液時保留之儲備溶液供用。

層析裝置——準用含量測定項下層析裝置。取標準溶液按照含量測定項下測定法層析之，記錄其波峯值。相對滯留時間乙醯水楊酸為 1.0 則水楊酸為約 0.7，水楊酸重複注入波峯之相對標準差不得大於 4.0%，水楊酸與乙醯水楊酸波峯間之分離率 *R* 不得小於 2.0。

測定法——按照含量測定項下測定法測定之。按照下列公式計算所取錠劑檢品中含水楊酸 (C₇H₆O₃) 之百分數：

$$2000 (C / Q_A) (r_U / r_S)$$

C：標準溶液每 mL 所含水楊酸對照標準品之 mg 數。

Q_A：按含量測定項測得結果計算本試驗所取錠劑檢品中含乙醯水楊酸 (C₉H₈O₄) 之 mg 數。

r_U 及 *r_S*：分別為檢品溶液及標準品溶液測得水楊酸之波峯值。

水楊酸之含量，不得超過 0.3%，如為著衣錠，其含量不得超過 3.0%。

含量測定：

移動相溶媒——取庚磺酸鈉 2g，溶於水 850mL 與乙腈 150mL 之混液中，以冰醋酸調整其 pH 至 3.4。

稀釋溶液——取乙腈 99 容與蟻酸 1 容混勻。

標準品溶液——取乙醯水楊酸對照標準品適量，精確稱定，溶於稀釋溶液，使成每 mL 含約 0.5mg 之標準品溶液。

檢品溶液——取本品二十錠以上，稱量後研成細粉，取相當於乙醯水楊酸約 100mg 之細粉，精確稱定，置適當容器中，加稀釋溶液 20.0mL 及玻璃珠約十錠，強烈震搖十分鐘，離心分離之，取上澄液為儲備溶液。精確量取儲備溶液 1 容，以稀釋溶液 9 容定量稀釋成檢品溶液。所餘儲備溶液保留供作水楊酸之測定。

層析裝置——液相層析裝置，具波長 280-nm 檢測器，4.0-mm×30-cm 層析管，充填直徑 5~10μm 十八矽烷鍵結之多孔性矽石或陶瓷微粒，移動相溶媒流速每分鐘約 2mL，取標準品溶液按照下述測定法層析之，記錄其波峯值。其相對標準差不得大於 2.0%，曳尾因數亦不得大於 2.0。

測定法——取檢品溶液及標準品溶液等量（約 10μL），分別注入層析裝置層析之，記錄其層析圖譜，測計其主波峯值，按照下列公式計算所取錠劑檢品中含乙醯水楊酸 (C₉H₈O₄) 之 mg 數：

$$200C (r_U / r_S)$$

C：標準品溶液每 mL 所含乙醯水楊酸對照標準品之 mg 數。

r_U 及 *r_S*：分別為檢品溶液及標準品溶液主成分之波峯值。

貯 藏 法：本品應置於緊密容器中貯之。（含量小於 81mg 具甘味劑及芳香劑之錠劑單位包裝不得超過三十六錠。）

用途分類：見乙醯水楊酸。