

**サリチルアミド 45mg/g・アセトアミノフェン 25mg/g・無水カフェイン
10mg/g・メチレンジサリチル酸プロメタジン 2.25mg/g 顆粒**
**Salicylamide 45mg/g, Acetaminophen 25mg/g, Anhydrous Caffeine 10mg/g
and Promethazine Methylenedisalicylate 2.25mg/g Granules**

溶出試験 本品約 1g を精密に量り，試験液に崩壊試験法の第 1 液 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．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL を正確にとり，直ちに 37 ± 0.5 に加温した崩壊試験法の第 1 液 20mL を正確に注意して補う．溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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，溶出試験開始 15 分後及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする．別にシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 0.030g 及び 105 で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 0.017g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20mL とし，標準原液(1)とする．別にカフェイン標準品を 80 で 4 時間乾燥し，その約 0.017g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20mL とし，標準原液(2)とする．別にメチレンジサリチル酸プロメタジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.019g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とし，標準原液(3)とする．標準原液(1)10mL，標準原液(2)及び標準原液(3)4mL をそれぞれ正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 300mL とし，標準溶液とする．試料溶液(1)，試料溶液(2)及び標準溶液 30 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 $A_{\text{Ta}(1)}$ 及び A_{Sa} ，アセトアミノフェンのピーク面積 $A_{\text{Tb}(1)}$ 及び A_{Sb} ，カフェインのピーク面積 $A_{\text{Tc}(1)}$ 及び A_{Sc} 並びにプロメタジンのピーク面積 $A_{\text{Td}(1)}$ $A_{\text{Td}(2)}$ 及び A_{Sd} を測定する．本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

サリチルアミド($\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{\text{Sa}}}{W_{\text{T}}} \times \frac{A_{\text{Ta}(1)}}{A_{\text{Sa}}} \times \frac{1}{C_{\text{a}}} \times 150$$

アセトアミノフェン($\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{\text{Sb}}}{W_{\text{T}}} \times \frac{A_{\text{Tb}(1)}}{A_{\text{Sb}}} \times \frac{1}{C_{\text{b}}} \times 150$$

無水カフェイン($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{\text{Sc}}}{W_{\text{T}}} \times \frac{A_{\text{Tc}(1)}}{A_{\text{Sc}}} \times \frac{1}{C_{\text{c}}} \times 60$$

メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sd}}{W_T} \times \left(\frac{A_{Td(1)}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{Td(2)}}{A_{Sd}} \right) \times \frac{1}{C_d} \times 12$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の量(mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

W_{Sc} : カフェイン標準品の量(mg)

W_{Sd} : メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品の量(mg)

W_T : サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン・メチレンジサリチル酸プロメタジン顆粒の秤取量(g)

C_a : 1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量(mg)

C_b : 1g 中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量(mg)

C_c : 1g 中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量(mg)

C_d : 1g 中のメチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 250nm)

カラム : 内径 4.6mm , 長さ 15cm 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 .

カラム温度 : 40 付近の一定温度

移動相 : 水 1000mL にリン酸 0.5mL 及び 1-オクチルアミン 1mL を加え , リン酸を加え , pH2.5 に調整する . この液 800mL にアセトニトリル 144mL 及びメタノール 80mL を加える .

流量 : アセトアミノフェンの保持時間が約 3 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 30 μ L につき , 上記の条件で操作するとき , アセトアミノフェン , カフェイン , サリチルアミド , プロメタジンの順に溶出し , アセトアミノフェン , カフェイン及びサリチルアミドの分離度はそれぞれ 3 以上である .

システムの再現性 : 標準溶液 30 μ L につき , 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき , アセトアミノフェン , カフェイン , サリチルアミド及びプロメタジンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0%以下である .

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
サリチルアミド	45mg/g	15 分	85%以上
アセトアミノフェン	25mg/g		85%以上
無水カフェイン	10mg/g		85%以上
メチレンジサリチル酸 プロメタジン	2.25mg/g	90 分	75%以上

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)99.0%以上を含むもの.

メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品 「メチレンジサリチル酸プロメタジン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)99.0%以上を含むもの.

1-オクチルアミン $CH_3(CH_2)_7NH_2$ 無色～わずかにうすい黄色澄明の液体である.
屈折率 n_D^{20} : 1.426 ~ 1.432

サリチルアミド 270mg/g・アセトアミノフェン 150mg/g・無水カフェイン 60mg/g・メチレンジサリチル酸プロメタジン 13.5mg/g 顆粒
Salicylamide 270mg/g, Acetaminophen 150mg/g, Anhydrous Caffeine 60mg/g and Promethazine Methylenedisalicylate 13.5mg/g Granules

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り，試験液に崩壊試験法の第 1 液 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．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45μm 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，次のろ液を試料溶液とする．別にシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 0.030g 及び 105 で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 0.017g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20mL とし，標準原液(1)とする．別にカフェイン標準品を 80 で 4 時間乾燥し，その約 0.017g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20mL とし，標準原液(2)とする．別にメチレンジサリチル酸プロメタジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.019g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とし，標準原液(3)とする．標準原液(1)5mL，標準原液(2)及び標準原液(3)2mL をそれぞれ正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} ，アセトアミノフェンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} ，カフェインのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} 並びにプロメタジンのピーク面積 A_{Td} 及び A_{Sd} を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sa}}{W_T} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 450$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sb}}{W_T} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 450$$

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sc}}{W_T} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 180$$

メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sd}}{W_T} \times \frac{A_{Td}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{C_d} \times 36$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の量(mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

W_{Sc} : カフェイン標準品の量(mg)

W_{Sd} : メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品の量(mg)

W_T : サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン・メチレンジサリチル酸プロメタジン顆粒の秤取量(g)

C_a : 1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量(mg)

C_b : 1g 中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量(mg)

C_c : 1g 中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量(mg)

C_d : 1g 中のメチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm 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．

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：水 1000mL にリン酸 0.5mL 及び 1-オクチルアミン 1mL を加え，リン酸を加え，pH2.5 に調整する．この液 800mL にアセトニトリル 144mL 及びメタノール 80mL を加える．

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約 3 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド，プロメタジンの順に溶出し，アセトアミノフェン，カフェイン及びサリチルアミドの分離度はそれぞれ 3 以上である．

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，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド及びプロメタジンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0%以下である．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
サリチルアミド	270mg/g	15 分	85%以上
アセトアミノフェン	150mg/g		85%以上
無水カフェイン	60mg/g		85%以上
メチレンジサリチル酸 プロメタジン	13.5mg/g		75%以上

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」．ただし，乾燥したものを定量すると

き，サリチルアミド($\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$)99.0%以上を含むもの．

メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品 「メチレンジサリチル酸プロメタジン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，メチレンジサリチル酸プロメタジン($\text{C}_{34}\text{H}_{40}\text{N}_4\text{S}_2 \cdot \text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{O}_6$)99.0%以上を含むもの．

1-オクチルアミン $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{NH}_2$ 無色～わずかにうすい黄色澄明の液体である．
屈折率 n_{D}^{20} : 1.426 ~ 1.432

**サリチルアミド 135mg・アセトアミノフェン 75mg・無水カフェイン
30mg・メチレンジサリチル酸プロメタジン 6.75mg 錠**
**Salicylamide 135mg, Acetaminophen 75mg, Anhydrous Caffeine 30mg
and Promethazine Methylenedisalicylate 6.75mg Tablets**

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に崩壊試験法の第 1 液 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．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45μm 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，次のろ液を試料溶液とする．別にシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 0.030g 及び 105 で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 0.017g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20mL とし，標準原液(1)とする．別にカフェイン標準品を 80 で 4 時間乾燥し，その約 0.017g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20mL とし，標準原液(2)とする．別にメチレンジサリチル酸プロメタジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.019g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とし，標準原液(3)とする．標準原液(1)5mL，標準原液(2)及び標準原液(3)2mL をそれぞれ正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} ，アセトアミノフェンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} ，カフェインのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} 並びにプロメタジンのピーク面積 A_{Td} 及び A_{Sd} を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 450$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 450$$

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sc} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 180$$

メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sd} \times \frac{A_{Td}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{C_d} \times 36$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の量(mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

W_{Sc} : カフェイン標準品の量(mg)

W_{Sd} : メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品の量(mg)

C_a : 1錠中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量(mg)

C_b : 1錠中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量(mg)

C_c : 1錠中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量(mg)

C_d : 1錠中のメチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm 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．

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：水 1000mL にリン酸 0.5mL 及び 1-オクチルアミン 1mL を加え，リン酸を加え，pH2.5 に調整する．この液 800mL にアセトニトリル 144mL 及びメタノール 80mL を加える．

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約 3 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド，プロメタジンの順に溶出し，アセトアミノフェン，カフェイン及びサリチルアミドの分離度はそれぞれ 3 以上である．

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，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド及びプロメタジンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0%以下である．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
サリチルアミド	135mg	45 分	70%以上
アセトアミノフェン	75mg		85%以上
無水カフェイン	30mg		85%以上
メチレンジサリチル酸 プロメタジン	6.75mg		80%以上

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」．ただし，乾燥したものを定量するとき，サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)99.0%以上を含むもの．

メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品 「メチレンジサリチル酸プロメタジ

ン」.ただし,乾燥したものを定量するとき,メチレンジサリチル酸プロメタジン
($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)99.0%以上を含むもの.

1-オクチルアミン $CH_3(CH_2)_7NH_2$ 無色～わずかにうすい黄色澄明の液体である.
屈折率 n_D^{20} : 1.426 ~ 1.432