アスコルビン酸・パントテン酸カルシウム錠

Ascorbic Acid and Calcium Pantothenate Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0 %に対応するL－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$：176.12)及び表示量の93.0～107.0 %に対応するパントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$：476.53)を含む．

製法　本品は「アスコルビン酸」及び「パントテン酸カルシウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，「アスコルビン酸」0.5 gに対応する量をとり，水30 mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5 mLずつをとり，「アスコルビン酸」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品を粉末とし，「パントテン酸カルシウム」3 mgに対応する量をとり，エタノール(95) 20 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にパントテン酸カルシウム3 mgをエタノール(95) 20 mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／希酢酸混液(5：3：2)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのエタノール(95)溶液(1→200)を均等に噴霧した後，120 ℃で20分間加熱するとき，試料溶液から得たスポットのうち1個のスポット及び標準溶液から得たスポットは紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉

（1）　アスコルビン酸　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，メタリン酸溶液(1→50) 100 mLを加え，よく振り混ぜ，0.05 mol/Lヨウ素液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1 mL)．

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝8.806 mg $C_6H_8O_6$

（2）　パントテン酸カルシウム　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1 mL中にパントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)約0.15 mgを含む液となるように内標準溶液V mLを正確に加えて15分間激しく振り混ぜ，孔径0.45 μm以下のメンブランブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法(2)を準用する．

パントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$$

M_S：乾燥物に換算したパントテン酸カルシウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセトアミノフェン溶液(1→50000)

溶出性〈6.10〉

（1）　アスコルビン酸　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は85 %以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mLをとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にL－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$)約11 μgを含む液となるように溶出試験第1液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にアスコルビン酸標準品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約22 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとし，37 ℃で60分間加温する．この液5 mLを正確に量り，溶出試験第1液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，溶出試験第1液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長243 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．ただし，溶出液の採取後，吸光度測定までを1時間以内に行う．

L－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

M_S：アスコルビン酸標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のL－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$)の表示量(mg)

（2）　パントテン酸カルシウム　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は75 %以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mLをとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にパントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)約3.3 μgを含む液となるように溶出試験第1液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にパントテン酸カルシウム標準品（別途「パントテン酸カルシウム」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約16.5 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のパントテン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

パントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

M_S：乾燥物に換算したパントテン酸カルシウム標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のパントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(210 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μm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コーンポリマー被覆シリカゲルを充填する．

カラム温度：35 ℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80 gを水900 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 2.6に調整した後，水を加えて1000 mLとする．この液970 mLに液

体クロマトグラフィー用アセトニトリル30 mLを加える．

流量：パントテン酸の保持時間が約10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100 μLにつき，上記の条件で操作するとき，パントテン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，パントテン酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である．

定量法

（1） アスコルビン酸　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．L－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$)約0.1 gに対応する量を精密に量り，メタリン酸溶液(1→50) 50 mLを加え，0.05 mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1 mL).

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝8.806 mg $C_6H_8O_6$

（2） パントテン酸カルシウム　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．パントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)約3 mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液20 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にパントテン酸カルシウム標準品(別途「パントテン酸カルシウム」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約30 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50 mLとする．その液5 mLを正確にとり，内標準溶液20 mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するパントテン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

パントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaNO_2O_{10}$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S：乾燥物に換算したパントテン酸カルシウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセトアミノフェン溶液(1→50000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(200 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ5 cmのステンレス管に3 μm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填する．

カラム温度：25 ℃付近の一定温度

移動相：0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(97：3)

流量：パントテン酸の保持時間が約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5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，パントテン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するパントテン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0 %以下である．

貯法　容器　気密容器．

---

9. 41 試薬・試液の項に次を追加する．

パントテン酸カルシウム　$C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$　[医薬品各条]