

## 1 ポリソルベート 80

## 2 純度試験(2)の項を次のように改める。

## 3 純度試験

4 (2) エチレンオキシド及び1,4-ジオキサン 本品1.00 g  
 5 を正確に量り、10 mLのヘッドスペース用バイアルに入れ、  
 6 水2.0 mLを加え、直ちにフッ素樹脂で被覆したシリコーン  
 7 ゴム製セプトラムをアルミニウム製のキャップを用いてバイアル  
 8 に固定して密栓する。バイアルを注意して振り混ぜた後、  
 9 内容物を試料溶液とする。別にエチレンオキシドをジクロロ  
 10 メタンに溶かし、1 mL中に50 mgを含むように調製した液  
 11 0.5 mLをとり、水を加えて50.0 mLとする。この液を室温  
 12 になるまで放置した後、その1.0 mLをとり、水を加えて  
 13 250.0 mLとし、エチレンオキシド原液とする。また、1,4-  
 14 ジオキサン1.0 mLを量り、水を加えて200.0 mLとする。  
 15 この液1.0 mLを量り、水を加えて100.0 mLとし、1,4-ジオ  
 16 キサン原液とする。エチレンオキシド原液6.0 mL及び1,4-  
 17 ジオキサン原液2.5 mLを量り、水を加えて25.0 mLとし、  
 18 エチレンオキシド・1,4-ジオキサン標準液とする。本品  
 19 1.00 gを正確に量り、10 mLのヘッドスペース用バイアルに  
 20 入れ、エチレンオキシド・1,4-ジオキサン標準液2.0 mLを  
 21 加え、直ちにフッ素樹脂で被覆したシリコーンゴム製セプ  
 22 タムをアルミニウム製のキャップを用いてバイアルに固定して  
 23 密栓する。バイアルを注意して振り混ぜた後、内容物を標準  
 24 溶液とする。試料溶液及び標準溶液のそれぞれにつき、次の  
 25 条件でガスクロマトグラフィー (2.02) のヘッドスペース法  
 26 により試験を行う。次式によりエチレンオキシド及び1,4-  
 27 ジオキサンの量を求めるとき、それぞれ1 ppm以下及び10  
 28 ppm以下である。

$$29 \quad \text{エチレンオキシドの量(ppm)} = 2 \times C_{EO} \times A_a / (A_b - A_a)$$

30  $C_{EO}$  : 標準溶液に添加されたエチレンオキシド濃度  
 31 ( $\mu\text{g/mL}$ )

32  $A_a$  : 試料溶液のエチレンオキシドのピーク面積

33  $A_b$  : 標準溶液のエチレンオキシドのピーク面積

$$34 \quad 1,4\text{-ジオキサンの量(ppm)} = 2 \times 1.03 \times C_D \times A'_a / (A'_b$$

$$35 \quad - A'_a)$$

36  $C_D$  : 標準溶液に添加された1,4-ジオキサン濃度( $\mu\text{g/mL}$ )

37 1.03 : 1,4-ジオキサンの密度( $\text{g/mL}$ )

38  $A'_a$  : 試料溶液の1,4-ジオキサンのピーク面積

39  $A'_b$  : 標準溶液の1,4-ジオキサンのピーク面積

40

41 ヘッドスペース装置の操作条件

42 バイアル内平衡温度 : 80 °C付近の一定温度

43 バイアル内平衡時間 : 30分間

44 キャリヤーガス : ヘリウム

45 試料注入量 : 1.0 mL

46 試験条件

47 検出器 : 水素炎イオン化検出器

48 カラム : 内径0.53 mm, 長さ50 mのフューズドシリカ

49 管の内面にガスクロマトグラフィー用5 %ジフェニ

50 ル・95 %ジメチルポリシロキサンを厚さ5  $\mu\text{m}$ で被覆

51 する。

52 カラム温度 : 70 °C付近の一定温度で注入し、その後、  
 53 毎分10 °Cで250 °Cまで昇温し、250 °Cを5分間保持す  
 54 る。

55 注入口温度 : 85 °C付近の一定温度

56 検出器温度 : 250 °C付近の一定温度

57 キャリヤーガス : ヘリウム

58 流量 : 毎分4.0 mL

59 スプリット比 : 1 : 3.5

60 システム適合性

61 システムの性能 : アセトアルデヒド0.100 gを量り、100  
 62 mLのメスフラスコに入れ、水を加えて100 mLとす  
 63 る。この液1.0 mLを量り、水を加えて100.0 mLとす  
 64 る。この液2.0 mL及びエチレンオキシド原液2.0 mL  
 65 をそれぞれ量り、10 mLのヘッドスペース用バイアル  
 66 に入れ、直ちにフッ素樹脂で被覆したシリコーンゴム  
 67 製セプトラムをアルミニウム製のキャップを用いてバイ  
 68 アルに固定して密栓する。バイアルを注意して振り混  
 69 ぜた後、内容物をシステム適合性試験用溶液とする。  
 70 ◆標準溶液及び◆システム適合性試験用溶液につき、  
 71 上記の条件で操作するとき、アセトアルデヒド、エチ  
 72 レンオキシド、1,4-ジオキサンの順に溶出し、アセ  
 73 トアルデヒドとエチレンオキシドの分離度は2.0以上  
 74 である。  
 75

76