

## 1 低置換度ヒドロキシプロピルセルロース

## 2 定量法の項を次のように改める。

## 3 定量法

## 4 (i) 装置

5 分解瓶：5 mLの耐圧セラムバイアルで、外径20 mm、高  
6 さ50 mm、首部の外径20 mm及び内径13 mm、セプタ  
7 ムは表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で、アル  
8 ミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定  
9 して密栓できるもの。又は同様の気密性を有するもの。

10 加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径20 mm、  
11 深さ32 mmの穴をあけたもので分解瓶に適合するもの。  
12 加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容  
13 物をかき混ぜる構造を有するか、又は振とう器に取り付  
14 けられて、毎分約100回の往復振とうができるもの。

15 (ii) 操作法 本品約65 mgを精密に量り、分解瓶に入れ、  
16 アジピン酸0.06 ~ 0.10 g、内標準溶液2.0 mL及びヨウ化水  
17 素酸2.0 mLを加え、直ちに密栓し、その質量を精密に量る。  
18 分解瓶の内容物の温度が130±2℃になるようにブロックを  
19 加熱しながら、マグネチックスターラー又は振とう器を用い  
20 て60分間かき混ぜる。マグネチックスターラー又は振とう  
21 器が使えない場合には、加熱時間の初めの30分間、5分ごと  
22 に手で振り混ぜる。冷後、その質量を精密に量り、減量が  
23 26 mg未満及び内容物の漏れがないとき、混合物の上層を試  
24 料溶液とする。別にアジピン酸0.06 ~ 0.10 g、内標準溶液  
25 2.0 mL及びヨウ化水素酸2.0 mLを分解瓶にとり、直ちに密  
26 栓し、その質量を精密に量り、マイクロシリンジを用いセプ  
27 タムを通して定量用ヨウ化イソプロピル15 ~ 22 µLを加え、  
28 その質量を精密に量る。分解瓶をよく振り混ぜた後、内容物  
29 の上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 ~ 2 µL  
30 につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により  
31 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプ  
32 ロピルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

33 ヒドロキシプロポキシ基(C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>)の量(%)

$$34 = M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 44.17$$

35  $M_S$ ：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

36  $M_T$ ：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

37 内標準溶液 *n*-オクタンの*o*-キシレン溶液(3→100)

38 試験条件

39 検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器。

40 カラム：内径0.53 mm、長さ30 mのフューズドシリカ  
41 管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシ  
42 ロキサンを厚さ3 µmで被覆する。必要ならば、ガー  
43 ドカラムを使用する。

44 カラム温度：50℃を3分間保持した後、毎分10℃で  
45 100℃まで昇温し、その後、毎分35℃で250℃まで昇  
46 温し、250℃を8分間保持する。

47 注入口温度：250℃

48 検出器温度：280℃

49 キャリヤーガス：ヘリウム

50 流量：内標準物質の保持時間が約10分になるように調

51 整する(毎分4.3 mL)。

52 スプリット比：1：40

53 システム適合性

54 システムの性能：標準溶液1 ~ 2 µLにつき、上記の条  
55 件で操作するとき、ヨウ化イソプロピル、*n*-オクタ  
56 ンの順に流出し、その分離度は5以上である。

57 システムの再現性：標準溶液1 ~ 2 µLにつき、上記の  
58 条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク  
59 面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比の  
60 相対標準偏差は2.0%以下である。  
61  
62