

1 ヒプロメロース

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。又は同等の構造を持つもの。
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
12 の。加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の
13 内容物をかき混ぜる構造を有するか、又は振とう器に取り
14 付けられて、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60 ~ 100 mg、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 $130 \pm 2^\circ\text{C}$ になるようにブロックを
19 加熱しながら、加熱器に付属したマグネチックスターラー又
20 は振とう器を用いて60分間かき混ぜる。マグネチックスタ
21 ーラー又は振とう器が使えない場合には、加熱時間の初めの
22 30分間、5分ごとに手で振り混ぜる。冷後、その質量を精密
23 に量り、減量が26 mg未満及び内容物の漏れがないとき、混
24 合物の上層を試料溶液とする。別にアジピン酸60 ~ 100
25 mg、内標準溶液2.0 mL及びヨウ化水素酸2.0 mLを分解瓶に
26 とり、直ちに密栓し、その質量を精密に量り、マイクロシリ
27 ンジを用いセプタムを通して定量用ヨードメタン45 μL 及び
28 定量用ヨウ化イソプロピル15 ~ 22 μL を加え、再びそれぞ
29 れの質量を精密に量る。分解瓶をよく振り混ぜた後、内容物
30 の上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 ~ 2 μL
31 につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により
32 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン
33 及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Ta} 、 Q_{Tb} 及び Q_{Sa} 、
34 Q_{Sb} を求める。

35 メトキシ基(CH_3O)の量(%)

$$36 = M_{\text{Sa}}/M \times Q_{\text{Ta}}/Q_{\text{Sa}} \times 21.86$$

37 ヒドロキシプロポキシ基($\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2$)の量(%)

$$38 = M_{\text{Sb}}/M \times Q_{\text{Tb}}/Q_{\text{Sb}} \times 44.17$$

39 M_{Sa} ：定量用ヨードメタンの秤取量(mg)

40 M_{Sb} ：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

41 M ：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

42 内標準溶液 n -オクタンの o -キシレン溶液(3→100)

43 試験条件

44 検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器
45 カラム：内径0.53 mm、長さ30 mのフューズドシリカ
46 管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシ
47 ロキサンを厚さ3 μm で被覆する。なお、必要ならば、
48 ガードカラムを使用する。
49 カラム温度：50 $^\circ\text{C}$ を3分間保持した後、毎分10 $^\circ\text{C}$ で
50 100 $^\circ\text{C}$ まで昇温し、次に毎分35 $^\circ\text{C}$ で250 $^\circ\text{C}$ まで昇温す

51 る。その後、250 $^\circ\text{C}$ を8分間保持する。

52 注入口温度：250 $^\circ\text{C}$

53 検出器温度：280 $^\circ\text{C}$

54 キャリヤーガス：ヘリウム

55 流量：毎分4.3 mL (内標準物質の保持時間約10分)

56 スプリット比：1 : 40

57 システム適合性

58 システムの性能：標準溶液1 ~ 2 μL につき、上記の条
59 件で操作するとき、ヨードメタン、ヨウ化イソプロピ
60 ル、内標準物質の順に流出し、その分離度は5以上で
61 ある。

62 システム再現性：標準溶液1 ~ 2 μL につき、上記の条
63 件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面
64 積に対するヨードメタン、ヨウ化イソプロピルのピー
65 ク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下であ
66 る。
67