

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 mLを正確に加え、直ちにフッ素樹脂で被覆したシリコ
7 ーンゴム製セプタムをアルミニウム製のキャップを用いてバ
8 イアルに固定して密栓する。バイアルを注意して振り混ぜた
9 後、内容物を試料溶液とする。別にエチレンオキシドをジク
10 ロロメタンに溶かし、1 mL中に50 mgを含むように調製し
11 た液0.5 mLを正確にとり、水を加えて正確に50 mLとする。
12 この液を室温になるまで放置した後、その1 mLを正確にと
13 り、水を加えて正確に250 mLとし、エチレンオキシド原液
14 とする。また、1,4-ジオキサン1 mLを正確に量り、水を加
15 えて正確に200 mLとする。この液1 mLを正確に量り、水
16 を加えて正確に100 mLとし、1,4-ジオキサン原液とする。エ
17 チレンオキシド原液6 mL及び1,4-ジオキサン原液2.5 mL
18 をそれぞれ正確に量り、水を加えて正確に25 mLとし、エチ
19 レンオキシド・1,4-ジオキサン標準原液とする。本品1.00
20 gを正確に量り、10 mLのヘッドスペース用バイアルに入れ、
21 エチレンオキシド・1,4-ジオキサン標準原液2 mLを正確に
22 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タ
23 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
24 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
25 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
26 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
27 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-
28 ジオキサンの量を求めるとき、それぞれ1 ppm以下及び10
29 ppm以下である。

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

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

33 A_a : 試料溶液のエチレンオキシドのピーク面積

34 A_b : 標準溶液のエチレンオキシドのピーク面積

35 1,4-ジオキサンの量(ppm)

36 = $2 \times 1.03 \times C_b \times A'_a / (A'_b - A'_a)$

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

38 1.03 : 1,4-ジオキサンの密度(g/mL)

39 A'_a : 試料溶液の1,4-ジオキサンのピーク面積

40 A'_b : 標準溶液の1,4-ジオキサンのピーク面積

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 μm 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 mLを正確に量り、水を加えて正確に
64 100 mLとする。この液2 mL及びエチレンオキシド原
65 液2 mLをそれぞれ正確に量り、10 mLのヘッドス
66 ース用バイアルに入れ、直ちにフッ素樹脂で被覆した
67 シリコーンゴム製セプタムをアルミニウム製のキャ
68 ップを用いてバイアルに固定して密栓する。バイアルを
69 注意して振り混ぜた後、内容物をシステム適合性試験
70 用溶液とする。◆標準溶液及び◆システム適合性試験
71 用溶液につき、上記の条件で操作するとき、アセトア
72 ルデヒド、エチレンオキシド、1,4-ジオキサンの順
73 に流出し、アセトアルデヒドとエチレンオキシドの分
74 離度は2.0以上である。
75