

1 ポビドン

2 純度試験(7), (8)及び試薬・試液の項を次のように改める。

3 純度試験

4 (7) ギ酸 本品約2 gを精密に量り、水に溶かし、正確に
5 100 mLとし、試料原液とする。あらかじめ水に懸濁したカ
6 ラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)を内
7 径8 mmのクロマトグラフィー管に入れ、充填層高約20 mm
8 の常に強酸性イオン交換樹脂層が水に浸されているクロマト
9 グラム柱を作る。水5 mLをクロマトグラム柱に入れ、毎分
10 約1 mLの流速で流出するように調節する。水面が強酸性イ
11 オン交換樹脂層の上面に近くなったとき、試料原液を加え、
12 最初の流出液2 mLを除き、次の流出液1.5 mLをとり、試料
13 溶液とする。別にギ酸約0.1 gを精密に量り、水に溶かして
14 正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、水を加え
15 て正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
16 溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
17 フィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のギ酸のピーク面積 A_r 及び A_s を測定する。次式によりギ酸の量を求めるとき、0.5%以下である。

$$20 \text{ ギ酸の量(\%)} = M_s / M_T \times A_r / A_s$$

21 M_s : ギ酸の秤取量(g)

22 M_T : 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

23 試験条件

24 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 210 nm)

25 カラム: 内径7.8 mm, 長さ300 mmのステンレス管に9
26 μ mの液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹
27 脂を充填する。

28 カラム温度: 35°C付近の一定温度

29 移動相: 薄めた過塩素酸(1→700)

30 流量: 毎分1.0 mL

31 システム適合性

32 システムの性能: 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で
33 操作するとき、ギ酸のピークの理論段数及びシンメト
34 リー係数は、それぞれ1000段以上、0.5 ~ 1.5である。
35 システムの再現性: 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件
36 で試験を6回繰り返すとき、ギ酸のピーク面積の相対
37 標準偏差は2.0%以下である。

38 (8) 2-ピロリドン 本品約0.5 gを精密に量り、水/液体
39 クロマトグラフィー用メタノール混液(19:1)に溶かし、正
40 確に100 mLとし、試料溶液とする。別に2-ピロリドン
41 0.150 gをとり、水/液体クロマトグラフィー用メタノール
42 混液(19:1)に溶かし、正確に100 mLとする。この液2 mL
43 を正確に量り、水/液体クロマトグラフィー用メタノール混
44 液(19:1)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試
45 料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液
46 体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞ
47 れの液の2-ピロリドンのピーク面積 A_r 及び A_s を測定する。次
48 式により2-ピロリドンの量を求めるとき、3.0%以下である。

$$49 \text{ 2-ピロリドンの量(\%)} = 1 / M \times A_r / A_s \times 0.3$$

50 M : 脱水物に換算した本品の秤取量 (g)

51 試験条件

52 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 205 nm)

53 カラム: 内径4.0 mm, 長さ10 mm及び内径4.6 mm,
54 長さ150 mmのそれぞれステンレス管に5 μ mの液体
55 クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲ
56 ルを充填し、それぞれプレカラム及び分離カラムとす
57 る。

58 カラム温度: 40°C付近の一定温度

59 移動相: 水/液体クロマトグラフィー用メタノール混液
60 (19:1)

61 流量: 毎分0.8 mL

62 システム適合性

63 システムの性能: 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で
64 操作するとき、2-ピロリドンのピークの理論段数及
65 びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以
66 下である。

67 システムの再現性: 上記の条件で標準溶液につき、試験
68 を6回繰り返すとき、2-ピロリドンのピーク面積の
69 相対標準偏差は2.0%以下である。
70 -----

71 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

72 2-ピロリドン C_4H_7NO 無色～微黄色の澄明な液又は白色
73 ～微黄色の塊又は粉末である。においはない。

74 凝固点 (2.42) 22 ~ 26°C

75 純度試験 本品約1 gを精密に量り、メタノールに溶かし、
76 正確に10 mLとし、試料溶液とする。この液1 μ Lにつき、
77 次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行
78 う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分
79 率法により2-ピロリドンの量を求めるとき、98.0%以上で
80 ある。

81 試験条件

82 検出器: 水素炎イオン化検出器

83 カラム: 内径0.53 mm, 長さ30 mのガラス製の中空毛
84 管カラムの内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチ
85 レングリコール20Mを厚さ1.0 μ mで被覆する。

86 カラム温度: 80°Cで1分間保持し、その後毎分10°Cで
87 190°Cになるまで昇温し、190°Cを20分間保持する。

88 試料気化室温度: 200°C付近の一定温度

89 キャリヤーガス: ヘリウム

90 流量: 2-ピロリドンの保持時間が約10分になるように
91 調整する。

92 スプリット比: 1:20

93 面積測定範囲: 2-ピロリドンの保持時間の約2倍の範
94 囲

95 水分 (2.48) 0.2%以下(5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

96 アセトアルデヒドアンモニアトリマー三水合物 (C_2H_5N)₃ ·
97 3H₂O 無色又は白色～わずかに薄い黄色の結晶又は粉末で
98 ある。

99 含量 95.0%以上。 定量法 本品約0.9 gを精密に量り、
100 水50 mLに溶かし、1 mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(電位差
101 滴定法)。

102 1 mol/L塩酸1 mL=61.08 mg (C_2H_5N)₃ · 3H₂O

103
104
105
106