

1 メチルセルロース

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
14 り付けられて、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 を加
28 え、再びその質量を精密に量る。分解瓶を振り混ぜた後、内
29 容物の上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 ~ 2
30 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) によ
31 り試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するヨードメタ
32 ンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

33 $\text{メトキシ基}(\text{CH}_3\text{O})\text{の量}(\%) = M_S / M \times Q_T / Q_S \times 21.86$

34 M_S ：定量用ヨードメタンの秤取量(mg)

35 M ：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

36 内標準溶液 n -オクタンの o -キシレン溶液(3→100)

37 試験条件

38 検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器
39 カラム：内径0.53 mm、長さ30 mのフューズドシリカ
40 管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシ
41 ロキサンを厚さ3 μm で被覆する。なお、必要ならば、
42 ガードカラムを使用する。

43 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
44 100 $^\circ\text{C}$ まで昇温し、次に毎分35 $^\circ\text{C}$ で250 $^\circ\text{C}$ まで昇温す
45 る。その後、250 $^\circ\text{C}$ を8分間保持する。

46 注入口温度：250 $^\circ\text{C}$

47 検出器温度：280 $^\circ\text{C}$

48 キャリヤーガス：ヘリウム

49 流量：毎分4.3 mL(内標準物質の保持時間約10分)

50 スプリット比：1：40

51 システム適合性

52 システムの性能：標準溶液1 ~ 2 μL につき、上記の条
53 件で操作するとき、ヨードメタン、内標準物質の順に
54 流出し、その分離度は5以上である。

55 システム再現性：標準溶液1 ~ 2 μL につき、上記の条
56 件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面
57 積に対するヨードメタンのピーク面積の比の相対標準
58 偏差は2.0%以下である。
59
60