

## 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、セプタムは表面  
6 がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で、アルミニウ  
7 ム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定して密栓  
8 できるもの。又は同様の気密性を有するもの。

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

14 (ii) 操作法 本品約65 mgを精密に量り、分解瓶に入れ、  
15 アジピン酸0.06 ~ 0.10 g、内標準溶液2.0 mL及びヨウ化水  
16 素酸2.0 mLを加え、直ちに密栓し、その質量を精密に量る。  
17 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  
18 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  
19 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  
20 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  
21 30分間、5分ごとに手で振り混ぜる。冷後、その質量を精密  
22 に量り、減量が26 mg未満及び内容物の漏れがないとき、混  
23 合物の上層を試料溶液とする。別にアジピン酸0.06 ~ 0.10  
24 g、内標準溶液2.0 mL及びヨウ化水素酸2.0 mLを分解瓶にと  
25 り、直ちに密栓し、その質量を精密に量り、マイクロシリ  
26 ングを用いセプタムを通して定量用ヨウ化イソプロピル15 ~  
27 22  $\mu\text{L}$ を加え、その質量を精密に量る。分解瓶をよく振り混  
28 ぜた後、内容物の上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準  
29 溶液1 ~ 2  $\mu\text{L}$ につき、次の条件でガスクロマトグラフィー  
30 (2.02) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する  
31 ヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

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

$$33 = M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 44.17$$

34  $M_S$ ：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

35  $M_T$ ：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

36 44.17：ヒドロキシプロポキシ基の式量/ヨウ化イソプロ  
37 ピルの分子量  $\times 100$

38 内標準溶液  $n$ -オクタンのおキシレン溶液(3→100)

39 試験条件

40 検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器。

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

45 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  
46 100 $^\circ\text{C}$ まで昇温し、その後、毎分35 $^\circ\text{C}$ で250 $^\circ\text{C}$ まで昇  
47 温し、250 $^\circ\text{C}$ を8分間保持する。

48 注入口温度：250 $^\circ\text{C}$

49 検出器温度：280 $^\circ\text{C}$

50 キャリヤーガス：ヘリウム

51 流量：毎分4.3 mL(内標準物質の保持時間約10分)。

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  $\mu\text{L}$ 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、内標準物質  
56 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  $\mu\text{L}$ 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