

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、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。又は同等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
11 ターラーを用いて分解瓶の内容物をかき混ぜる構造を有
12 するか、又は振とう器に取り付けられて、毎分約100回
13 の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60 ~ 100 mg、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±2℃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60 ~ 100 mg、
24 内標準溶液2.0 mL及びヨウ化水素酸2.0 mLを分解瓶にとり、
25 直ちに密栓し、その質量を精密に量り、マイクロシリンジを
26 用いセプタムを通して定量用ヨードメタン45 µL及び定量用
27 ヨウ化イソプロピル15 ~ 22 µLを加え、再びそれぞれの質
28 量を精密に量る。分解瓶をよく振り混ぜた後、内容物の上層
29 を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 ~ 2 µLにつき、
30 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
31 い、内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ
32 化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Ta} 、 Q_{Tb} 及び Q_{Sa} 、 Q_{Sb} を
33 求める。

34 メトキシ基(CH₃O)の量(%)

$$35 = M_{Sa} / M \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 21.86$$

36 ヒドロキシプロポキシ基(C₃H₇O₂)の量(%)

$$37 = M_{Sb} / M \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 44.17$$

38 M_{Sa} ：定量用ヨードメタンの秤取量(mg)

39 M_{Sb} ：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

40 M ：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

41 21.86：メトキシ基の式量/ヨードメタンの分子量 × 100

42 44.17：ヒドロキシプロポキシ基の式量/ヨウ化イソプロ
43 ピルの分子量 × 100

44 内標準溶液 *n*-オクタンの*o*-キシレン溶液(3→100)

45 試験条件

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

51 カラム温度：50℃を3分間保持した後、毎分10℃で
52 100℃まで昇温し、次に毎分35℃で250℃まで昇温す
53 る。その後、250℃を8分間保持する。

54 注入口温度：250℃

55 検出器温度：280℃

56 キャリヤーガス：ヘリウム

57 流量：毎分4.3 mL (内標準物質の保持時間約10分)

58 スプリット比：1：40

59 システム適合性

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

64 システム再現性：標準溶液1 ~ 2 µLにつき、上記の条
65 件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面
66 積に対するヨードメタン、ヨウ化イソプロピルのピー
67 ク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下であ
68 る。
69
70