

## 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、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 $130 \pm 2^\circ\text{C}$ 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  $\mu\text{L}$ を加え、再  
27 びその質量を精密に量る。分解瓶を振り混ぜた後、内容物の  
28 上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 ~ 2  $\mu\text{L}$ に  
29 つき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試  
30 験を行い、内標準物質のピーク面積に対するヨードメタンの  
31 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

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

33  $M_S$  : 定量用ヨードメタンの秤取量(mg)

34  $M$  : 乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

35 21.86 : メトキシ基の式量/ヨードメタンの分子量  $\times 100$

36

37 内標準溶液  $n$ -オクタンの $o$ -キシレン溶液(3 $\rightarrow$ 100)

38 試験条件

39 検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

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

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

47 注入口温度：250 $^\circ\text{C}$

48 検出器温度：280 $^\circ\text{C}$

49 キャリヤーガス：ヘリウム

50 流量：毎分4.3 mL (内標準物質の保持時間約10分)

51 スプリット比：1 : 40

52 システム適合性

53

54

55

56

57

58

59

60

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

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