

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

### 精製オレイン酸

新	旧
<p><b>純度試験</b></p> <p><u>(1)</u> オレイン酸含量及び飽和脂肪酸含量 本品 <u>0.3</u> g に三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加温する。冷後、ジエチルエーテル 30 mL で洗いながら分液漏斗に移し、水 20 mL を加えてよく振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて脱水した後、ろ過する。ろ液を留去し、残留物にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 <math>\mu</math>L につき、次の条件で<u>ガスクロマトグラフィー</u>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりオレイン酸の量を求めるとき、85.0% 以上である。また、同様に飽和脂肪酸の合計量を求めるとき 10.0% 以下である。</p> <p>試験条件</p> <p>検出器：水素炎イオン化検出器。</p> <p>カラム：内径 3 mm，長さ 3 m のガラス管に<u>ガスクロマトグラフィー用</u>コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 150 ~ 180 <math>\mu</math>m の<u>ガスクロマトグラフィー用</u>ケイソウ土に 15% の割合で被覆したものを充てんする。</p> <p>カラム温度：210°C 付近の一定温度</p> <p>キャリアーガス：窒素</p> <p>流量：主ピークの保持時間が約 10 分になるように調整する。</p> <p>面積測定範囲：溶媒のピークの後から主ピークの保持時間の約 <u>2.5</u> 倍の範囲</p>	<p><b>純度試験</b></p> <p><u>(4)</u> オレイン酸含量及び飽和脂肪酸含量 本品 <u>0.01</u> g に三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加温する。冷後、ジエチルエーテル 30 mL で洗いながら分液漏斗に移し、水 20 mL を加えてよく振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて脱水した後、ろ過する。ろ液を留去し、残留物にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。<u>別に</u>パルミチン酸メチル、<u>ステアリン酸メチル、オレイン酸メチル</u>を各 <u>3 mg</u> 量りとり、ヘキサン 5 mL を加えて溶かし、<u>標準溶液</u>とする。試料溶液及び<u>標準溶液</u> 2 <math>\mu</math>L につき、次の条件で<u>ガスクロマトグラフ</u>法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりオレイン酸含量を求めるとき、85.0% 以上である。また、同様に飽和脂肪酸の合計量を求めるとき、10.0% 以下である。</p> <p>試験条件</p> <p>検出器：水素炎イオン化検出器。</p> <p>カラム：内径 3 mm，長さ 3 m のガラス管に<u>ガスクロマトグラフ用</u>コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 150~180 <math>\mu</math>m の<u>ガスクロマトグラフ用</u>ケイソウ土に 15% の割合で被覆したものを充てんする。</p> <p>カラム温度：210°C 付近の一定温度</p> <p>キャリアーガス：窒素</p> <p>流量：主ピークの保持時間が約 10 分に</p>

システム適合性

検出の確認：ガスクロマトグラフィー用  
パルミチン酸メチル，ガスクロマトグ  
ラフィー用ステアリン酸メチル及び  
ガスクロマトグラフィー用オレイン  
酸メチル0.1 gずつをヘキサン5 mLに  
溶かし，システム適合性試験用溶液と  
する。システム適合性試験用溶液1 mL  
を正確に量り，ヘキサンを加えて正確  
に50 mLとする。この液1 mLを正確  
に量り，ヘキサンを加えて正確に10  
mLとする。この液2  $\mu$ L から得たオレ  
イン酸メチルのピーク面積がシステ  
ム適合性試験用溶液のオレイン酸メ  
チルのピーク面積の0.14 ~ 0.26 %  
になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用  
溶液2  $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作  
するとき，パルミチン酸メチル，ステ  
アリン酸メチル，オレイン酸メチルの  
順に流出し，パルミチン酸メチルとス  
テアリン酸メチル及びステアリン酸  
メチルとオレイン酸メチルの分離度  
はそれぞれ4以上及び1.5以上である。

システムの再現性：システム適合性試験  
用溶液2  $\mu$ Lにつき，上記の条件で試  
験を6回繰り返すとき，オレイン酸メ  
チルのピーク面積の相対標準偏差は  
2.0 % 以下である。

(2) (省略)

(3) ヒ素 本品1.0 gをとり，第3法によ  
り検液を調製し，試験を行う(2 ppm 以下)。

(4) 脂肪油及び鉍物油 (省略)

なるように調整する。

検出感度：試料溶液2  $\mu$ L から得た主ピ  
ークのピーク高さがフルスケールの  
30 % 以上になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後から主ピ  
ークの保持時間の約2倍の範囲。

システム適合性

システムの性能：標準溶液2  $\mu$ Lにつき，  
上記の条件で操作するとき，パルミチ  
ン酸メチル，ステアリン酸メチル，オ  
レイン酸メチルの順に溶出し，それぞ  
れの分離度は4以上である。

システムの再現性：標準溶液2  $\mu$ Lにつ  
き，上記の条件で試験を6回繰り返す  
とき，オレイン酸メチルのピーク面積  
の相対標準偏差は2.0 % 以下である。

(2) (省略)

(3) ヒ素 本品1.0 gをとり，第3法によ  
り検液を調製し，装置Bを用いる方法により  
試験を行う(2 ppm 以下)。

(1) 脂肪油及び鉍物油 (省略)

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

### 大豆レシチン

新	旧
<p><b>純度試験</b></p> <p>(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調整し, 試験を行う (2 ppm 以下).</p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調整し, <u>装置 B を用いる方法により</u> 試験を行う (2 ppm 以下).</p>
<p><u>乾燥減量 1.5 % 以下 (3 g, 105°C, 1 時間).</u></p> <p><u>本品が粉末の場合は, 乾燥減量試験法により試験を行う. 本品が粒又は粘性の液の場合には, 本品約 3 g を, あらかじめ 105°C で 1 時間乾燥し, 質量を精密に量った海砂約 15 g 及び質量を精密に量った小ガラス棒と共にはかり瓶に入れ, その質量を精密に量り, 小ガラス棒を用いて速やかに粉砕して 2 mm 以下の大きさにし, 又は均一に混合した後, 小ガラス棒と共に 105°C で 1 時間乾燥する.</u></p>	<p><u>水分 1.5 % 以下 (1 g, 直接滴定).</u></p>

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

### タウマチン

新	旧
<p><b>性状</b> 本品は淡黄褐色～灰褐色の粉末又は薄片で、においはなく、味は極めて甘い。  <u>本品の水溶液（1→100000）</u>でも甘味がある。          本品は水に溶けやすく、エタノール（99.5）にほとんど溶けない。          本品は吸湿性である。</p>	<p><b>性状</b> 本品は淡黄褐色～灰褐色の粉末又は薄片で、においはなく、味は極めて甘く、<u>10<sup>5</sup>万倍の水溶液</u>でも甘味がある。          本品は水に溶けやすく、エタノール（99.5）にほとんど溶けない。          本品は吸湿性である。</p>
<p><b>吸光度</b> 本品の水溶液（1→2000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 276 ～ 280 nm に吸収の極大を示し、この波長における比吸光度は、<u>換算した乾燥物に対し、11.8 ～ 13.4</u>である。</p>	<p><b>比吸光度</b> 本品の水溶液（1→2000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 276～280 nm に吸収の極大を示し、この波長における比吸光度は <u>12.0 ～12.5</u> である。</p>
<p><b>純度試験</b></p> <p><u>(3)アルミニウム</u> 本品の換算した乾燥物 2.0 g に対応する量を精密に量り、弱く加熱して炭化する。冷後、硫酸少量を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、450 ～ 550℃ で強熱して灰化する。冷後、0.2 mol/L 塩酸試液を加え、<u>正確に 25mL とし、試料溶液とする。</u>別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて 1 mL 中にアルミニウム（Al：26.98）2.0 ～ 10.0 μg を含むように薄め、<u>アルミニウム定量用標準溶液とする。</u>試料溶液及びアルミニウム定量用標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行い、<u>アルミニウム定量用標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のアルミニウム含量を求めるとき、100ppm 以下である。</u></p>	<p><b>純度試験</b></p> <p><u>(4)アルミニウム</u>。本品 2.0 g を量り、弱く加熱して炭化する。冷後、硫酸少量を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、450 ～ 550℃ で強熱して灰化する。<u>その後、0.2 mol/L 塩酸試液で全量を 25mL とし、試料溶液とする。</u>別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて 1 mL 中にアルミニウム（Al：26.98）2.0～10.0 μg を含むように薄め、<u>標準溶液とする。</u>試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行い、<u>標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のアルミニウム含量を求める（100 ppm 以下）。</u></p> <p>使用ガス：</p> <p>可燃性ガス <u>アセチレン</u></p> <p>支燃性ガス <u>亜酸化窒素</u></p>

<p>使用ガス：  可燃性ガス：アセチレン  支燃性ガス：亜酸化窒素  ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ  波長：309.3 nm</p> <p>(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、第3法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。</p> <p>(5) 炭水化物 本品の換算した乾燥物 0.5 g に対応する量を精密に量り、塩酸で pH 3.0 に調整した水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 0.10 mL をとり、システイン・硫酸試液 6 mL を正確に加え、水浴中で3分間加熱した後、冷水で5分間冷却し、試料溶液とする。別にブドウ糖適量を精密に量り、水を加えて 1 mL 中にブドウ糖 (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub> : 180.16) 10 ~ 100 μg を含むように薄め、これらの液につき、試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び各標準溶液につき、塩酸で pH 3.0 に調整した水 0.10 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 400nm における吸光度を測定する。各標準溶液から得た吸光度から、縦軸を吸光度、横軸を濃度とする検量線を作成する。これに試料溶液から得られた吸光度をあてて試料溶液中のブドウ糖含量を求め、試料 1 g 中の炭水化物 (%) として計算するとき、3.0 % 以下である。</p>	<p>ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ  波長：309.3 nm</p> <p>(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第3法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。</p> <p>(5) 炭水化物 本品約 0.5 g を精密に量り、塩酸で pH 3 に調整した水に溶かして 50 mL とする。この液 0.10 mL をとり、システイン・硫酸試液 6 mL を正確に加え、水浴中で3分間加熱した後、冷水で5分間冷却し、試料溶液とする。また、塩酸で pH 3 に調整した水 0.10 mL について同様に操作し、対照液とする。試料溶液につき、対照液を対照として紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 400 nm における吸光度を測定する (3.0 % 以下)。</p> <p>炭水化物含量 (%) =</p> $\frac{\text{試料吸光度} \times 1000}{(100 - \text{タウマチンの乾燥減量}) \times f}$ $f = \frac{\text{試料採取量 (g)}}{0.5}$
<p>乾燥減量 6.0 % 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)</p>	<p>乾燥減量 9.0 % 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)</p>
<p>強熱残分 2.0 % 以下 (1 g, 乾燥物換算)</p>	<p>強熱残分 1.0 % 以下 (1 g)</p>
<p>定量法 本品を乾燥し、その約 0.015 g を精密</p>	<p>定量法 本品を乾燥し、その約 0.015 g を精密に</p>

に量り，窒素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1mL = 0.1401 mg N

量り，窒素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1mL = 0.14007 mg N

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

### テルペン樹脂

新	旧
<p><b>性状</b> 本品は淡黄色半透明なフレーク状の砕きやすい固体で、<u>においはない。</u></p> <p>本品は<u>トルエンに極めて溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けやすく、水又はエタノール (95) にほとんど溶けない。</u></p>	<p><b>性状</b> 本品は淡黄色半透明なフレーク状の砕きやすい固体で、<u>においはない。</u></p> <p>本品は<u>クロロホルムに極めて溶けやすく、トルエンに溶けやすく、水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。</u></p>
<p><b>確認試験</b> 本品を<u>ジエチルエーテルに溶かし、この溶液を窓板に薄く塗りつけ、ジエチルエーテルを蒸発して得た薄膜につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、波数 2930 <math>\text{cm}^{-1}</math>、1465 <math>\text{cm}^{-1}</math>、1385 <math>\text{cm}^{-1}</math> 及び 1365 <math>\text{cm}^{-1}</math> 付近に吸収を認める。</u></p>	<p><b>確認試験</b> 本品を<u>クロロホルムに溶かし、この溶液を窓板に薄く塗りつけ、クロロホルムを蒸発して得た薄膜につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、波数 2940 <math>\text{cm}^{-1}</math>、1452 <math>\text{cm}^{-1}</math> 及び 1400 <math>\text{cm}^{-1}</math>～1360 <math>\text{cm}^{-1}</math> (分岐) 付近に吸収を認める。</u></p>
<p><b>軟化点</b> 110 ～ 120℃</p> <p>(1)装置 図 1 ～ 5 に示すものを用いる。</p> <p>A : 鋼球 (径 9.5 mm, <u>質量</u> 3.5 g)</p> <p>B : 環 (黄銅製で、その概略は図 2 による)</p> <p>C : 環の支持板 (金属製で、その概略は図 3 による)</p> <p>D : 底板 (その概略は図 4 による。対流孔 J を 40 個もつ)</p> <p>E : 定置板 (その概略は図 5 による)</p> <p>F : <u>温度計</u> (その水銀球の中心が、環の指示板 C の下面と同じ高さになるようにする)</p> <p>G : ガラス容器</p> <p>H : 環の支持孔</p> <p>I : 温度計の水銀球の入る穴</p> <p>J : 対流孔 (径約 4 mm)</p> <p>[図 : 省略]</p>	<p><b>軟化点</b> 110 ～ 120℃</p> <p>(1)装置 図 1 ～ 5 に示すものを用いる。</p> <p>A : 鋼球 (径 9.5 mm, <u>重さ</u> 3.5 g)</p> <p>B : 環 (黄銅製で、その概略は図 2 による)</p> <p>C : 環の支持板 (金属製で、その概略は図 3 による)</p> <p>D : 底板 (その概略は図 4 による。対流孔 J を 40 個もつ)</p> <p>E : 定置板 (その概略は図 5 による)</p> <p>F : <u>温度計 1 号</u> (その水銀球の中心が、環の指示板 C の下面と同じ高さになるようにする)</p> <p>G : ガラス容器</p> <p>H : 環の支持孔</p> <p>I : 温度計の水銀球の入る穴</p> <p>J : 対流孔 (径約 4 mm)</p> <p>[図 : 省略]</p>

(以下省略)	(以下省略)
--------	--------



[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

### トリエチレングリコール

新	旧
<p><b>純度試験</b></p> <p>(2) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g を水に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 <u>50 mg</u> ずつを精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L ずつを正確にとり、次の条件で<u>ガスクロマトグラフィー</u>により試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Ta}</math> 及び <math>H_{Sa}</math> 並びにジエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Tb}</math> 及び <math>H_{Sb}</math> を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である。</p> <p>エチレングリコールの量 (mg)</p> $= M_a \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/10$ <p>ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= M_b \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/10$ <p><math>M_a</math> : エチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p><math>M_b</math> : ジエチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p><b>操作条件</b></p> <p>検出器 : 水素炎イオン化検出器</p> <p>カラム : 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m の管に<u>ガスクロマトグラフィー用 D-ソルビトール</u>を 150 ~ 180 <math>\mu</math>m の<u>ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土</u>に 12 % の割合で被覆したものを充てんする。</p> <p>カラム温度 : 165°C 付近の一定温度</p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(2) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g を水に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 <u>0.05 g</u> ずつを精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L ずつを正確にとり、次の条件で<u>ガスクロマトグラフ法</u>により試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Ta}</math> 及び <math>H_{Sa}</math> 並びにジエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Tb}</math> 及び <math>H_{Sb}</math> を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である。</p> <p>エチレングリコールの量 (mg)</p> $= \text{ガスクロマトグラフ用エチレングリコールの量 (mg)} \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/10$ <p>ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= \text{ガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールの量 (mg)} \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/10$ <p><b>操作条件</b></p> <p>検出器 : 水素炎イオン化検出器</p> <p>カラム : 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m の管に<u>ガスクロマトグラフ用 D-ソルビトール</u>を 150~180 <math>\mu</math>m の<u>ガスクロマトグラフ用ケイソウ土</u>に 12 % の割合で被覆したものを充てんする。</p> <p>カラム温度 : 165°C 付近の一定温度</p>

<p>キャリアーガス：窒素又はヘリウム</p> <p>流量：ジエチレングリコールの保持時間が約8分になるように調整する。</p> <p>カラムの選定：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。</p> <p>検出感度：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> から得たジエチレングリコールのピーク高さがフルスケールの約80%になるように調整する。</p>	<p>キャリアーガス：窒素又はヘリウム</p> <p>流量：ジエチレングリコールの保持時間が約8分になるように調整する。</p> <p>カラムの選定：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。</p> <p>検出感度：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> から得たジエチレングリコールのピーク高さがフルスケールの約80%になるように調整する。</p>
--	--

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

### 乳糖造粒物

新	旧
<p><b>定量法</b></p> <p>(1)ヒドロキシプロピルセルロース 本品を乾燥し、その約 8 g を精密に量り (W), 質量既知の共栓付き遠心沈殿管に入れ, エタノール (99.5) 40 mL を加えて約 30 分間激しく振り混ぜる。これを毎分 4000 回転で 20 分間遠心分離した後, 遠心沈殿管の質量を量り, 加えられたエタノール(99.5)の質量(W<sub>1</sub>)を算出する。上澄液約 20 mL をあらかじめ 80℃ で 30 分間乾燥した質量既知の秤量瓶に量り (W<sub>2</sub>), 秤量瓶のふたを半開きにして水浴上で蒸発乾固し, 残留物を 80℃ で 2 時間乾燥し, その質量を精密に量る (W<sub>3</sub>)。</p> <p>ヒドロキシプロピルセルロースの量 (%)</p> $= \frac{W_1 \times W_3}{W \times (W_2 - W_3)} \times 100$ <p>W : 試料採取量 (g)  W<sub>1</sub> : 加えたエタノール (99.5) の質量 (g)  W<sub>2</sub> : 上澄液の秤取量 (g)  W<sub>3</sub> : 上澄液の蒸発乾固, 乾燥後の残留物の質量 (g)</p>	<p><b>定量法</b></p> <p>(1)ヒドロキシプロピルセルロース 本品を乾燥し、その約 8g を精密に量り (W), 質量既知の共栓付き遠心沈殿管に入れ, エタノール (99.5) 40 mL を加えて約 30 分間激しく振り混ぜる。これを毎分 4000 回転で 20 分間遠心分離した後, 遠心沈殿管の質量を量り, 加えられたエタノール(99.5)の質量(W<sub>1</sub>)を算出する。上澄液約 20 mL をあらかじめ 80℃ で 30 分間乾燥した質量既知の秤量瓶に量り (W<sub>2</sub>), 秤量瓶のふたを半開きにして水浴上で蒸発乾固し, 残留物を 80℃ で 2 時間乾燥し, その質量を精密に量る (W<sub>3</sub>)。</p> <p>ヒドロキシプロピルセルロースの量 (%)</p> $= \frac{W_1 \times W_3}{W \times (W_3 - W_3)} \times 100$ <p>W : 試料採取量 (g)  W<sub>1</sub> : 加えたエタノール (99.5) の質量 (g)  W<sub>2</sub> : 上澄液の秤取量 (g)  W<sub>3</sub> : 上澄液の蒸発乾固, 乾燥後の残留物の質量 (g)</p>

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910・  
酸化チタン・マクロゴール 400 混合物

新	旧
<p><b>(基原)</b></p> <p>本品はヒプロメロース（日局）、酸化チタン（日局）及びマクロゴール（日局）の混合物である。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、<u>ヒプロメロース由来のメトキシ基</u>（<math>-\text{OCH}_3</math>：31.03）17.0～19.0%，<u>ヒドロキシプロポキシ基</u>（<math>-\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}</math>：75.09）4.0～7.5%を含むほか、酸化チタン（<math>\text{TiO}_2</math>：79.87）28.0～34.5%及びマクロゴール 400 5.5～7.0%を含む。</p>	<p><b>(基原)</b></p> <p>本品はヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910（日局）、酸化チタン（日局）及びマクロゴール（日局）の混合物である。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、<u>ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910 由来のメトキシ基</u>（<math>-\text{OCH}_3</math>：31.03）17.0～19.0%，<u>ヒドロキシプロポキシ基</u>（<math>-\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}</math>：75.09）4.0～7.5%を含むほか、酸化チタン（<math>\text{TiO}_2</math>：79.87）28.0～34.5%及びマクロゴール 400 5.5～7.0%を含む。</p>
<p><b>定量法</b></p> <p>(1)ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910 及びマクロゴール 400</p> <p>(i) 装置</p> <p>分解瓶：5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20 mm、首部までの高さが 50 mm、高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で、栓は耐熱性樹脂製、<u>内栓</u>又はシールはフッ素樹脂製のもの。</p> <p>加熱器：(省略)</p> <p>(ii) 操作法</p> <p>本品を乾燥し、その約 0.032g を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 0.065g、内標準溶液 1.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。</p> <p>(中略)</p>	<p><b>定量法</b></p> <p>(1)ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910 及びマクロゴール 400</p> <p>(i) 装置</p> <p>分解瓶：5mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20 mm、首部までの高さが 50 mm、高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で、栓は耐熱性樹脂製、<u>内径</u>又はシールはフッ素樹脂製のもの。</p> <p>加熱器：(省略)</p> <p>(ii) 操作法</p> <p>本品を乾燥し、その約 0.032g を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 0.065g、内標準溶液 1.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。</p> <p>(中略)</p>

別に定量用マクロゴール 400 約 2 mg を精密に量り、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液 (2) とし、内標準物質のピーク面積に対するヨードエタンのピーク面積の比  $Q_{sb}$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メトキシ基 (CH}_3\text{O) の量 (\%)} \\ & = Q_{Ta}/Q_{Sa} \times W_{Sa}/\text{試料の量 (mg)} \\ & \quad \times 21.864 \end{aligned}$$

ヒドロキシプロポキシ基 (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>) の量 (%)

$$= Q_{Tc}/Q_{Sc} \times W_{Sc}/\text{試料の量 (mg)} \times 44.17$$

$W_{Sa}$ : 標準溶液 (1) 中のヨードメタンの量 (mg)

$W_{Sc}$ : 標準溶液 (1) 中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

本品中のマクロゴール 400 の量 (%)

$$= Q_{Tb}/Q_{Sb} \times W_{Sb}/\text{試料の量 (mg)} \times 100$$

$W_{Sb}$ : 定量用マクロゴール 400 の量 (mg)

内標準溶液 *n*-オクタンの *o*-キシレン溶液 (1→50)

操作条件 (省略)

(2) 酸化チタン 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、るつぼに入れ、初めは弱く注意しながら加熱し、徐々に強熱して灰化する。冷後、残留物に無水硫酸ナトリウム 1 g、水 2 mL 及び硫酸 2 mL を加え、液が黄色澄明になるまで穏やかに加熱する。冷後、るつぼの内容物を薄めた硫酸 (1→4) 20 mL で加温して洗い込み、更に水で数回洗った後、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶

別に定量用マクロゴール 400 約 2 mg を精密に量り、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液 (2) とし、内標準物質のピーク面積に対するヨードエタンのピーク面積の比  $Q_{sb}$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メトキシ基 (CH}_3\text{O) の量 (\%)} \\ & = \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times \frac{W_{Sa}}{\text{試料の量 (mg)}} \times 21.864 \end{aligned}$$

ヒドロキシプロポキシ基 (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>) の量 (%)

$$= \frac{Q_{Tc}}{Q_{Sc}} \times \frac{W_{Sc}}{\text{試料の量 (mg)}} \times 44.17$$

$W_{Sa}$ : 標準溶液 (1) 中のヨードメタンの量 (mg)

$W_{Sc}$ : 標準溶液 (1) 中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

本品中のマクロゴール 400 の量 (%)

$$= \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times \frac{W_{Sb}}{\text{試料の量 (mg)}} \times 100$$

$W_{Sb}$ : 定量用マクロゴール 400 の量 (mg)

内標準溶液 *n*-オクタンの *o*-キシレン溶液 (1→50)

操作条件 (省略)

(2) 酸化チタン 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、るつぼに入れ、初めは弱く注意しながら加熱し、徐々に強熱して灰化する。冷後、残留物に無水硫酸ナトリウム 1 g、水 2 mL 及び硫酸 2 mL を加え、液が黄色澄明になるまで穏やかに加熱する。冷後、るつぼの内容物を薄めた硫酸 (1→4) 20 mL で加温して洗い込み、更に水で数回洗った後、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶

液とする。別にチタン標準原液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、チタン標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、薄めた硫酸 (1→2) 10 mL、薄めたリン酸 (1→2) 10 mL 及び水 50 mL を加えた後、更に過酸化水素試液 5 mL を加え、水を加えて正確に 100 mL とし、よく振り混ぜ、5 分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 400 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{試料中の酸化チタン (TiO}_2\text{) の量 (\%)} \\ & = \text{チタン標準溶液の濃度 (ppm)} \\ & \quad \times A_T / A_S \times 1.668 / \text{試料の量 (g)} \\ & \quad \times 0.01 \\ & 1.668 : \text{酸化チタン (TiO}_2\text{) の分子量/チ} \\ & \quad \text{タン (Ti) の原子量} \end{aligned}$$

液とする。別にチタン標準原液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、チタン標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、薄めた硫酸 (1→2) 10 mL、薄めたリン酸 (1→2) 10 mL 及び水 50 mL を加えた後、更に過酸化水素試液 5 mL を加え、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 400 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{試料中の酸化チタン (TiO}_2\text{) の量 (\%)} \\ & = \text{チタン標準溶液の濃度 (ppm)} \end{aligned}$$

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1.668}{\text{試料の量 (g)}} \times 0.01$$

$$\begin{aligned} & 1.668 : \text{酸化チタン (TiO}_2\text{) の分子量/チ} \\ & \quad \text{タン (Ti) の原子量} \end{aligned}$$

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

フェニルエチルアルコール変性アルコール（95 vol%）

新	旧
<p>(基原)</p> <p>本品はエタノール（日局）に、<u>β-フェニルエチルアルコール</u>を加えて変性したものである。</p> <p>本品はエタノール（C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O）95.13 ~ 95.63 vol% を含む（15℃ における比重法による）。</p> <p>本品は定量するとき、<u>β-フェニルエチルアルコール（C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>O）0.1575 ~ 0.1925 w/v% を含む。</u></p>	<p>(基原)</p> <p>本品はエタノール（日局）<u>200 Lにつき、フェニルエチルアルコール 350 g</u>を加えて変性したものである。</p> <p>本品はエタノール（C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O）95.13~95.63 vol%を含む（15℃ における比重法による）。</p>
<p><u>(削除)</u></p>	<p><u>純度試験 蒸発残留物</u> 本品 40 mL を正確に量り、水浴上で蒸発した後、残留物を 105℃ で 1 時間乾燥するとき、その量は <u>0.063~0.077 g</u> である。</p>
<p><u>定量法</u> β-フェニルエチルアルコール 本品を試料溶液とし、別に β-フェニルエチルアルコール標準品約 0.175 g を精密に量り、エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液の β-フェニルエチルアルコールのピーク面積 A<sub>T</sub>及び A<sub>S</sub>を測定し、β-フェニルエチルアルコールの量を求める。</p> <p><u>β-フェニルエチルアルコールの量 (mg)</u></p> $= Ms \times A_T / A_S$ <p><u>Ms : β-フェニルエチルアルコール標準品の秤取量 (mg)</u></p> <p>試験条件</p> <p>検出器：水素炎イオン化検出器</p>	

カラム：内径 0.53 mm, 長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を厚さ 1 μm で被覆する。

カラム温度：150℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：β-フェニルエチルアルコールの保持時間が約 12 分になるように調整する。

スプリット比：1：20

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、β-フェニルエチルアルコールの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 25000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、β-フェニルエチルアルコールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。



[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

フェニルエチルアルコール変性アルコール（99 vol%）

新	旧
<p><b>(基原)</b></p> <p>本品は無水エタノール（日局）に、<u>β-フェニルエチルアルコールを加えて変性したものである。</u></p> <p>本品はエタノール（C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O）99.05 ~ 99.86 vol% を含む（15℃における比重法による）。</p> <p>本品は<u>定量するとき、β-フェニルエチルアルコール（C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>O）0.1575 ~ 0.1925 w/v% を含む。</u></p>	<p><b>(基原)</b></p> <p>本品は無水エタノール（日局）<u>200 Lにつき、β-フェニルエチルアルコール 350 gを加えて変性したものである。</u></p> <p>本品はエタノール（C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O）99.05~99.86 vol% を含む（15℃における比重法による）。</p>
<p><u>(削除)</u></p>	<p><u>純度試験 蒸発残留物 本品 40 mL を正確に量り、水浴上で蒸発した後、残留物を 105℃で 1 時間乾燥するとき、その量は 0.063~0.077 g である。</u></p>
<p><b>定量法</b> <u>β-フェニルエチルアルコール 本品を試料溶液とし、別にβ-フェニルエチルアルコール標準品約 0.175 gを精密に量り、エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μLずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のβ-フェニルエチルアルコールのピーク面積 A<sub>T</sub>及び A<sub>S</sub>を測定し、β-フェニルエチルアルコールの量を求める。</u></p> <p><u>β-フェニルエチルアルコールの量 (mg)</u></p> $= Ms \times A_T / A_S$ <p><u>Ms: β-フェニルエチルアルコール標準品の秤取量 (mg)</u></p> <p><b>試験条件</b></p> <p><u>検出器: 水素炎イオン化検出器</u></p>	

カラム：内径 0.53 mm, 長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を厚さ 1 μm で被覆する。

カラム温度：150℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：β-フェニルエチルアルコールの保持時間が約 12 分になるように調整する。

スプリット比：1：20

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、β-フェニルエチルアルコールの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 25000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、β-フェニルエチルアルコールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

## 粉 糖

新	旧
<p><b>(基原)</b></p> <p>本品は精製白糖(日局)に固結防止のためトウモロコシデンプン(日局)を添加し、粉碎したものである。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、シヨ糖(C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub>:342.30)96.0~99.0%及びトウモロコシデンプン1.0~4.0%を含む。</p>	<p><b>(基原)</b></p> <p>本品は白糖(日局)に塊化防止のためトウモロコシデンプン(日局)を添加し、粉碎したものである。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、シヨ糖(C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub>:342.30)96.0~99.0%及びトウモロコシデンプン1.0~4.0%を含む。</p>
<p><b>定量法</b></p> <p>(1) シヨ糖 本品を乾燥し、その約13gを精密に量り、水50mLを加えて30分間振り混ぜる。これをガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、水約30mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて正確に200mLとする。この液につき、旋光度測定法により20±1℃、層長100mmで旋光度<math>\alpha_D</math>を測定する。</p> $\text{シヨ糖含量 (\%)} = \frac{\text{本品の}[\alpha]_D^{20}}{66.5} \times 100$ $[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{M}$ <p><math>\alpha</math> : 偏光面を回転した角度。  <math>M</math> : 試料の量 (g) × 1/200          66.5 : シヨ糖の比旋光度<math>[\alpha]_D^{20}</math></p>	<p><b>定量法</b></p> <p>(1) シヨ糖 本品を乾燥し、その約13gを精密に量り、水50mLを加えて30分間振り混ぜる。これをガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、水約30mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて正確に200mLとする。この液につき、旋光度測定法により20±1℃、層長100mmで旋光度<math>[\alpha]_D^{20}</math>を測定する。</p> $\text{シヨ糖含量 (\%)} = \frac{\text{本品の}[\alpha]_D^{20}}{66.5} \times 100$ $[\alpha]_D^{20} = \alpha W$ <p><math>\alpha</math> : 偏光面を回転した角度。  <math>W</math> : 試料の量 (g) × 1/200          66.5 : シヨ糖の旋光度<math>[\alpha]_D^{20}</math></p>

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

### ポリエチレンテレフタレートセパレータ

新	旧
<p><b>確認試験</b></p> <p>(3) 本品の離型剤処理をしていない面をナイフで削って得られた粉末につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960 <math>\text{cm}^{-1}</math>, 1720 <math>\text{cm}^{-1}</math>, 1250 <math>\text{cm}^{-1}</math>, 1100 <math>\text{cm}^{-1}</math>, 1020 <math>\text{cm}^{-1}</math> 及び <u>725 <math>\text{cm}^{-1}</math></u> 付近に吸収を認める。</p>	<p><b>確認試験</b></p> <p>(3) 本品の離型剤処理をしていない面をナイフで削って得られた粉末につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960 <math>\text{cm}^{-1}</math>, 1720 <math>\text{cm}^{-1}</math>, 1250 <math>\text{cm}^{-1}</math>, 1100 <math>\text{cm}^{-1}</math>, 1020 <math>\text{cm}^{-1}</math> 及び <u>720 <math>\text{cm}^{-1}</math></u> 付近に吸収を認める。</p>

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

ポリオキシエチレン (42) ポリオキシプロピレン (67) グリコール

新	旧
<p><b>純度試験</b></p> <p>(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 試験を行う (2 ppm 以下).</p> <p>(5) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g を水に溶かし, 正確に 20 mL とし, 試料溶液とする. 別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 <u>25 mg</u> ずつを精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L ずつを正確にとり, 次の条件で<u>ガスクロマトグラフィー</u>により試験を行う. それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Ta}</math> 及び <math>H_{Sa}</math> 並びにジエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Tb}</math> 及び <math>H_{Sb}</math> を測定し, エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき, エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である.</p> <p style="text-align: center;">エチレングリコールの量 (mg)  <math>= M_a \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/5</math></p> <p style="text-align: center;">ジエチレングリコールの量 (mg)  <math>= M_b \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/5</math></p> <p style="text-align: center;"><math>M_a</math>: エチレングリコールの秤取量  <u>(mg)</u></p> <p style="text-align: center;"><math>M_b</math>: ジエチレングリコールの秤取量  <u>(mg)</u></p> <p><b>操作条件</b></p> <p>検出器: 水素炎イオン化検出器</p> <p>カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m の管に<u>ガスクロマトグラフィー用 D-ソ</u></p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, <u>装置 B を用いる方法</u>により試験を行う (2 ppm 以下).</p> <p>(5) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g を水に溶かし, 正確に 20 mL とし, 試料溶液とする. 別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 <u>0.025 g</u> ずつを精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L ずつを正確にとり, 次の条件で<u>ガスクロマトグラフ法</u>により試験を行う. それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Ta}</math> 及び <math>H_{Sa}</math> 並びにジエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Tb}</math> 及び <math>H_{Sb}</math> を測定し, エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき, エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である.</p> <p style="text-align: center;">エチレングリコールの量 (mg)  <math>= \text{ガスクロマトグラフ用エチレングリコールの量 (mg)} \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/10</math></p> <p style="text-align: center;">ジエチレングリコールの量 (mg)  <math>= \text{ガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールの量 (mg)} \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/10</math></p> <p><b>操作条件</b></p> <p>検出器: 水素炎イオン化検出器</p> <p>カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m の管に<u>ガスクロマトグラフ用 D-ソ</u>ルビ</p>

<p>ルピトールを 150 ~ 180 <math>\mu\text{m}</math> の<u>ガス</u> <u>クロマトグラフィー用ケイソウ土</u>に 12 % の割合で被覆したものを充て んする。</p> <p>カラム温度：165°C 付近の一定温度 キャリアーガス：窒素又はヘリウム 流量：ジエチレングリコールの保持時間 が約 8 分になるように調整する。</p> <p>カラムの選定：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> につき、 上記の条件で操作するとき、エチレン グリコール、ジエチレングリコールの 順に流出し、それぞれのピークが完全 に分離するものを用いる。</p> <p>検出感度：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> から得たジエ チレングリコールのピーク高さがフ ルスケールの約 80 % になるように 調整する。</p>	<p>トールを 150~180 <math>\mu\text{m}</math> の<u>ガスクロマ</u> <u>トグラフ用ケイソウ土</u>に 12 % の割 合で被覆したものを充てんする。</p> <p>カラム温度：165°C 付近の一定温度 キャリアーガス：窒素又はヘリウム 流量：ジエチレングリコールの保持時間 が約 8 分になるように調整する。</p> <p>カラムの選定：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> につき、 上記の条件で操作するとき、エチレン グリコール、ジエチレングリコールの 順に流出し、それぞれのピークが完全 に分離するものを用いる。</p> <p>検出感度：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> から得たジエ チレングリコールのピーク高さがフ ルスケールの約 80 % になるように 調整する。</p>
--	--

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

ポリオキシエチレン (54) ポリオキシプロピレン (39) グリコール

新	旧
<p><b>純度試験</b></p> <p>(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下).</p> <p>(5) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g を水に溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 <u>25 mg</u> ずつを精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L ずつを正確にとり、次の条件で<u>ガスクロマトグラフィー</u>により試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Ta}</math> 及び <math>H_{Sa}</math> 並びにジエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Tb}</math> 及び <math>H_{Sb}</math> を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である。</p> <p>エチレングリコールの量 (mg)</p> $= \frac{M_a}{M_b} \times \frac{H_{Ta}}{H_{Sa}} \times \frac{1}{5}$ <p>ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= \frac{M_b}{M_c} \times \frac{H_{Tb}}{H_{Sb}} \times \frac{1}{5}$ <p><math>M_a</math> : エチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p><math>M_b</math> : ジエチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p>操作条件</p> <p>検出器 : 水素炎イオン化検出器</p> <p>カラム : 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m の管に<u>ガスクロマトグラフィー用 D-ソル</u></p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、<u>装置 B を用いる方法により</u>試験を行う (2 ppm 以下).</p> <p>(5) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g を水に溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 <u>0.025 g</u> ずつを精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L ずつを正確にとり、次の条件で<u>ガスクロマトグラフ法</u>により試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Ta}</math> 及び <math>H_{Sa}</math> 並びにジエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Tb}</math> 及び <math>H_{Sb}</math> を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である。</p> <p>エチレングリコールの量 (mg)</p> $= \frac{\text{ガスクロマトグラフ用エチレングリコールの量 (mg)}}{M_b} \times \frac{H_{Ta}}{H_{Sa}} \times \frac{1}{10}$ <p>ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= \frac{\text{ガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールの量 (mg)}}{M_c} \times \frac{H_{Tb}}{H_{Sb}} \times \frac{1}{10}$ <p>操作条件</p> <p>検出器 : 水素炎イオン化検出器</p> <p>カラム : 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m の管に<u>ガスクロマトグラフ用 D-ソルピトール</u>を 150~180 <math>\mu</math>m の<u>ガスクロマトグ</u></p>

<p>ピトールを 150 ~ 180 <math>\mu\text{m}</math> のガスクロマトグラフィ用ケイソウ土に 12 % の割合で被覆したものを充てんする。</p> <p>カラム温度：165<math>^{\circ}\text{C}</math> 付近の一定温度</p> <p>キャリアーガス：窒素又はヘリウム</p> <p>流量：ジエチレングリコールの保持時間が約 8 分になるように調整する。</p> <p>カラムの選定：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。</p> <p>検出感度：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> から得たジエチレングリコールのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する。</p>	<p>ラフ用ケイソウ土に 12 % の割合で被覆したものを充てんする。</p> <p>カラム温度：165<math>^{\circ}\text{C}</math> 付近の一定温度</p> <p>キャリアーガス：窒素又はヘリウム</p> <p>流量：ジエチレングリコールの保持時間が約 8 分になるように調整する。</p> <p>カラムの選定：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。</p> <p>検出感度：標準溶液 2 <math>\mu\text{L}</math> から得たジエチレングリコールのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する。</p>
---	---



[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

ポリオキシエチレン (196) ポリオキシプロピレン (67) グリコール

新	旧
<p><b>純度試験</b></p> <p>(5)エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g をメタノールに加熱して溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 25 mg ずつを精密に量り、メタノールに加熱して溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Ta}</math> 及び <math>H_{Sa}</math> 並びにジエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Tb}</math> 及び <math>H_{Sb}</math> を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である。</p> <p>エチレングリコールの量 (mg)</p> $= M_a \times H_{Ta} / H_{Sa} \times \underline{1/5}$ <p>ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= M_b \times H_{Tb} / H_{Sb} \times \underline{1/5}$ <p><math>M_a</math>: エチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p><math>M_b</math>: ジエチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p>操作条件 (省略)</p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(5)エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 4.0 g をメタノールに加熱して溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 25 mg ずつを精密に量り、メタノールに加熱して溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Ta}</math> 及び <math>H_{Sa}</math> 並びにジエチレングリコールのピーク高さ <math>H_{Tb}</math> 及び <math>H_{Sb}</math> を測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25% 以下である。</p> <p>エチレングリコールの量 (mg)</p> $= W_a \times (H_{Ta} / H_{Sa}) \times \underline{(1/10)}$ <p>ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= W_b \times (H_{Tb} / H_{Sb}) \times \underline{(1/10)}$ <p><math>W_a</math>: <u>ガスクロマトグラフィー用</u>エチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p><math>W_b</math>: <u>ガスクロマトグラフィー用</u>ジエチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p>操作条件 (省略)</p>

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

### ポリソルベート 20

新	旧
<p><b>(基原)</b></p> <p>本品はソルビトール及び無水ソルビトールの水酸基の一部を主としてラウリン酸からなる脂肪酸で部分エステル化し、エチレンオキシドを付加重合したもので、ソルビトール及び無水ソルビトールそれぞれ1モル当たりのエチレンオキシドの平均付加モル数は約20である。</p>	<p><b>(基原)</b></p> <p>本品は無水ソルビトールの水酸基の一部をラウリン酸でエステル化したモノラウレートのポリオキシエチレンエーテルである。</p>
<p><b>確認試験</b></p> <p>(3) 本品 0.1g をフラスコに入れ、水酸化ナトリウムのメタノール溶液 (1→50) 2 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間加熱する。還流冷却器から、三フッ化ホウ素・メタノール試液 2 mL をフラスコに加え、更に 30 分間加熱する。次に還流冷却器からヘプタン 4 mL を加えて 5 分間加熱する。冷却後、飽和塩化ナトリウム溶液 10 mL を加えて約 15 秒間振り混ぜる。更に飽和塩化ナトリウム溶液を加え、上層をフラスコの口まで上昇させる。上層 2 mL をとり、水 2 mL ずつで 3 回洗い、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水したものを、試料溶液とする。別に、ガスクロマトグラフィー用ラウリン酸メチル 50 mg、ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸メチル 50 mg、ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸メチル 80 mg 及びガスクロマトグラフィー用オレイン酸メチル 100 mg を量り、ヘプタンを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 µL につき、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験</p>	<p><b>確認試験</b></p> <p>(3) 本品 5g に希水酸化カリウム・エタノール試液 50mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で1時間加熱し、冷却後、エタノール(95)を留去する。残留物に水 50 mL を加えて溶かした後、塩酸を加えて酸性にし、ジエチルエーテル 30 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水 20 mL ずつで洗液が中性となるまで洗った後、ジエチルエーテルを留去する。残留物の酸価を測定するとき、260～275 である。</p>

を行うとき、試料溶液から得た主ピークの保持時間は、標準溶液から得たラウリン酸メチルの保持時間に等しい。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.25 mm, 長さ 30 m のフェーズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィ用ポリエチレングリコール 20M を 0.5 μm の厚さで被覆する。

カラム温度：80℃ から毎分 10℃ で 220℃ まで昇温し、220℃ を 40 分間保持する。

注入口温度：250℃

検出器温度：250℃

キャリアーガス：ヘリウム

流量：ラウリン酸メチルのピークの保持時間が約 10 分となるように調整する。

スプリット比：1：50

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、ラウリン酸メチル、パルミチン酸メチル、ステアリン酸メチル及びオレイン酸メチルの順に流出し、ステアリン酸メチルとオレイン酸メチルの分離度は 2.0 以上である。

**純度試験**

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調整し、試験を行う (2 ppm 以下)。

**純度試験**

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調整し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

ポリビニルアセタールジエチルアミノアセテート

新	旧
<p><b>確認試験</b></p> <p>(1) 本品 <u>10 mg</u> に 0.5 mol/L 硫酸試液 1 mL を加え、加温して溶かし、冷後、リンタングステン酸試液 0.5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。</p>	<p><b>確認試験</b></p> <p>(1) 本品 <u>0.01 g</u> に 0.5 mol/L 硫酸試液 1 mL を加え、加温して溶かし、冷後、リンタングステン酸試液 0.5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。</p>
<p><b>純度試験</b></p> <p>(3) <u>ヒ素</u> 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。</p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(3) <u>ヒ素</u> 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、<u>装置 B を用いる方法</u>により試験を行う (2 ppm 以下)。</p>
<p><b>アセタール化度</b> 本品約 2 g を精密に量り、メタノール 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.5 mol/L 塩酸 10 mL を正確に加え、ブロムフェノールブルー試液 5 滴を加え、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で液の色が淡緑色を呈するまで滴定した後、<u>塩化ヒドロキシアンモニウム溶液 (7→200)</u> 50 mL を正確に加え、還流冷却器を付けて 2 時間加熱する。冷後、ブロムフェノールブルー試液 5 滴を加え、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定し、その消費量を <math>a</math> mL とする。同様の方法で空試験を行い、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を <math>b</math> mL とする。</p> <p>アセタール化度 (%)</p> $= \frac{(a-b) \times 5.708}{\text{試料の量(g)}}$ <p>換算した脱水物に対しアセタール化度は 58 ~ 68 % である。</p>	<p><b>アセタール化度</b> 本品約 2 g を精密に量り、メタノール 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.5 mol/L 塩酸 10 mL を正確に加え、ブロムフェノールブルー試液 5 滴を加え、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で液の色が淡緑色を呈するまで滴定した後、<u>塩酸ヒドロキシアンモニウム試液 (7→200)</u> 50 mL を正確に加え、還流冷却器を付けて 2 時間加熱する。冷後、ブロムフェノールブルー試液 5 滴を加え、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定し、その消費量を <math>a</math> mL とする。同様の方法で空試験を行い、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を <math>b</math> mL とする。</p> <p>アセタール化度 (%)</p> $= \frac{(a-b) \times 5.708}{\text{試料の量(g)}}$ <p>換算した脱水物に対しアセタール化度は 58 ~ 68 % である。</p>
<p><b>定量法</b> 本品約 0.1 g を精密に量り、窒素定量</p>	<p><b>定量法</b> 本品約 0.1 g を精密に量り、窒素定量</p>

法により試験を行う。

$$0.005 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = \underline{0.1401} \text{ mg N}$$

法により試験を行う。

$$0.005 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = \underline{0.14007} \text{ mg N}$$

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

### マレイン化ロジングリセリンエステル

新	旧
<p>軟化点 120 ~ 130℃</p> <p>(1) 装置 図 1 ~ 5 に示すものを用いる。</p> <p>A : 鋼球 (径 9.5 mm, <u>質量</u> 3.5 g)</p> <p>B : 環 (黄銅製で, その概略は図 2 による)</p> <p>C : 環の支持板 (金属製で, その概略は図 3 による)</p> <p>D : 底板 (その概略は図 4 による。対流孔 J を 40 個もつ)</p> <p>E : 定置板 (その概略は図 5 による)</p> <p>F : <u>温度計</u> (その水銀球の中心が, 環の指示板 C の下面と同じ高さになるようにする)</p> <p>G : ガラス容器</p> <p>H : 環の支持孔</p> <p>I : 温度計の水銀球の入る穴</p> <p>J : 対流孔 (径約 4 mm)</p> <p style="text-align: right;">[図 : 省略]</p> <p>(以下省略)</p>	<p>軟化点 120 ~ 130℃</p> <p>(1) 装置 図 1 ~ 5 に示すものを用いる。</p> <p>A : 鋼球 (径 9.5 mm, <u>重さ</u> 3.5 g)</p> <p>B : 環 (黄銅製で, その概略は図 2 による)</p> <p>C : 環の支持板 (金属製で, その概略は図 3 による)</p> <p>D : 底板 (その概略は図 4 による。対流孔 J を 40 個もつ)</p> <p>E : 定置板 (その概略は図 5 による)</p> <p>F : <u>温度計 1 号</u> (その水銀球の中心が, 環の指示板 C の下面と同じ高さになるようにする)</p> <p>G : ガラス容器</p> <p>H : 環の支持孔</p> <p>I : 温度計の水銀球の入る穴</p> <p>J : 対流孔 (径約 4 mm)</p> <p style="text-align: right;">[図 : 省略]</p> <p>(以下省略)</p>

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

### メタクリル酸コポリマーL

新	旧
<p><b>(基原)</b></p> <p>本品はメタクリル酸とメタクリル酸メチルを、<u>ラウリル硫酸ナトリウムを乳化剤として、水溶液中で重合して得られた共重合樹脂の乳濁液を乾燥し、粉末としたものである。</u></p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、<u>共重合体構成成分メタクリル酸 (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>: 86.09) 38.0 ~ 52.0 % を含む</u></p>	<p><b>(基原)</b></p> <p>本品はメタクリル酸とメタクリル酸メチルの共重合体である。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、メタクリル酸 (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>: 86.09) 38.0~52.0 % を含む。</p>
<p><b>確認試験</b></p> <p>(2) 本品を、2-プロパノール/水混液 (33:1) に溶かし、この溶液を窓板に薄く塗り付け、溶媒を蒸発して得た薄膜につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、<u>波数 2950 cm<sup>-1</sup>, 1735 cm<sup>-1</sup>, 1485 cm<sup>-1</sup>, 1450 cm<sup>-1</sup>, 1390 cm<sup>-1</sup>, 1260 cm<sup>-1</sup> 及び 1150 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。</u></p>	<p><b>確認試験</b></p> <p>(2) 本品を、2-プロパノール/水混液 (33:1) に溶かし、この溶液を窓板に薄く塗り付け、溶媒を蒸発して得た薄膜につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、<u>波数 2950 cm<sup>-1</sup>, 1735 cm<sup>-1</sup>, 1485 cm<sup>-1</sup>, 1450 cm<sup>-1</sup>, 1390 cm<sup>-1</sup>, 1260 cm<sup>-1</sup>, 1150 cm<sup>-1</sup> 及び 960 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。</u></p>
<p><b>純度試験</b></p> <p>(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第3法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。</p> <p>(4) <u>メタクリル酸及びメタクリル酸メチル</u> 本品約 1 g を精密に量り、<u>液体クロマトグラフィ用メタノールに溶かし正確に 50 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、あらかじめ pH 2.0 の 0.125 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL を正確に入れた容器にかき混ぜながら滴下し、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にメタクリル酸及びメタクリル酸メチル約 50 mg ずつを精密に量り、1-ブタノール 5</u></p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第3法により検液を調製し、<u>装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。</u></p> <p>(4) <u>メタクリル酸メチル</u> 本品 0.5 g を精密に量り、<u>N,N-ジメチルホルムアルデヒド 8 mL を加えて振り混ぜて溶かした後、N,N-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にメタクリル酸メチル 0.01 g を精密に量り、N,N-ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ</u></p>

mLに溶かし、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に100 mLとし、標準原液とする。標準原液3 mLを正確に量り、pH 2.0の0.125 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、試料溶液のメタクリル酸及びメタクリル酸メチルのピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$  並びに標準溶液のメタクリル酸及びメタクリル酸メチルのピーク面積  $A_{S1}$  及び  $A_{S2}$  を測定し、メタクリル酸及びメタクリル酸メチルの量を求めるとき、メタクリル酸は400 ppm以下であり、メタクリル酸メチルは100 ppm以下である。

メタクリル酸の量 (ppm)

$$= 5 \times M_{S1} / M_T \times A_{T1} / A_{S1}$$

メタクリル酸メチルの量 (ppm)

$$= 5 \times M_{S2} / M_T \times A_{T2} / A_{S2}$$

$M_{S1}$ : メタクリル酸の秤取量 (mg)

$M_{S2}$ : メタクリル酸メチルの秤取量 (mg)

$M_T$ : 本品の秤取量 (g)

試験条件:

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 202 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 12.5 cm のステンレス管に 7 µm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 20°C 付近の一定温度

移動相: pH 2 のリン酸溶液/液体クロマトグラフィー用メタノール混液 (4:1)

流量: メタクリル酸メチルの保持時間が約 8 分になるように調整する。

法により試験を行うとき、試料溶液から得たメタクリル酸メチルのピーク高さは標準溶液から得たメタクリル酸メチルのピーク高さ以下である。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20M をシラン処理した 180 ~ 300 µm のクロモソルブ W に 20 % の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度: 150°C 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量: 窒素, メタクリル酸メチルの保持時間が約 1.5 分になる一定流量

検出感度: 標準液から得たメタクリル酸メチルのピーク高さが約 2 cm になるように調整する。



システム適合性

検出の確認：標準原液 2 mL を正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 10 mL とする。  
この液 3 mL を正確に量り、pH 2.0 の 0.125 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL を正確に加える。この液 20  $\mu$ L から得たメタクリル酸及びメタクリル酸メチルのピーク面積が標準溶液のそれぞれのピーク面積のそれぞれ 18 ~ 22 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、メタクリル酸、メタクリル酸メチルの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メタクリル酸及びメタクリル酸メチルのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である。

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

### メタクリル酸コポリマーLD

新	旧
<p><b>(基原)</b></p> <p>本品はメタクリル酸とアクリル酸エチルの、ポリソルベート 80 (日局) 及びラウリル硫酸ナトリウム (日局) 水溶液中で得られた共重合体の乳濁液である。</p> <p>本品は定量するとき、<u>共重合体構成成分メタクリル酸 (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>: 86.09) 11.5 ~ 15.5 %</u>を含む。</p>	<p><b>(基原)</b></p> <p>本品はメタクリル酸とアクリル酸エチルの、ポリソルベート 80 (日局) 及びラウリル硫酸ナトリウム (日局) 水溶液中で得られた共重合体の乳濁液である。</p> <p>本品は定量するとき、<u>メタクリル酸 (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>: 86.09) 11.5~15.5 %</u>を含む。</p>
<p><b>確認試験</b></p> <p>(2) 本品を窓板に薄く塗り付け、溶媒を蒸発して得た薄膜につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、波数 <u>2980 cm<sup>-1</sup>, 1735 cm<sup>-1</sup>, 1705 cm<sup>-1</sup>, 1475 cm<sup>-1</sup>, 1450 cm<sup>-1</sup>, 1385 cm<sup>-1</sup></u> 及び 1180 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。</p>	<p><b>確認試験</b></p> <p>(2) 本品 <u>10g</u> を窓板に薄く塗り付け、溶媒を蒸発して得た薄膜につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、波数 <u>2980 cm<sup>-1</sup>, 1735 cm<sup>-1</sup>, 1700 cm<sup>-1</sup>, 1470 cm<sup>-1</sup>, 1448 cm<sup>-1</sup>, 1385 cm<sup>-1</sup></u> 及び 1180 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。</p>
<p><b>純度試験</b></p> <p>(3) <u>メタクリル酸及びアクリル酸エチル</u> 本品約 10 g を精密に量り、<u>液体クロマトグラフィー用メタノール</u>に溶かし正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、あらかじめ過塩素酸ナトリウム-水和物溶液 (7→200) 5 mL を正確に入れた容器にかき混ぜながら滴下し、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にメタクリル酸及びアクリル酸エチル約 10 mg ずつを精密に量り、1-ブタノール 5 mL に溶かし、<u>液体クロマトグラフィー用メタノール</u>を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、<u>液体クロマトグラフィー用メタノール</u>を加え</p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(3) <u>アクリル酸エチル</u> 本品 1.0 g を精密に量り、アセトン 8 mL を加え、振り混ぜて溶かした後、アセトンを加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にアクリル酸エチル 0.01 g を精密に量り、アセトンに溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行うとき、試料溶液から得たアクリル酸エチルのピーク高さは標準溶液から得たアクリル酸エチルのピーク高さ以下である。</p> <p>操作条件 検出器：水素炎イオン化検出器</p>

て正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準原液とする。標準原液 10 mL を正確に量り、過塩素酸ナトリウム-水和物溶液 (7→200) 5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、試料溶液のメタクリル酸及びアクリル酸エチルのピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$  並びに標準溶液のメタクリル酸及びアクリル酸エチルのピーク面積  $A_{S1}$  及び  $A_{S2}$  を測定し、メタクリル酸及びアクリル酸エチルの量を求めるとき、メタクリル酸及びアクリル酸エチルはそれぞれ 50 ppm 以下である。

メタクリル酸の量 (ppm)

$$= 10 \times M_{S1} / M_T \times A_{T1} / A_{S1}$$

アクリル酸エチルの量 (ppm)

$$= 10 \times M_{S2} / M_T \times A_{T2} / A_{S2}$$

$M_{S1}$  : メタクリル酸の秤取量 (mg)

$M_{S2}$  : アクリル酸エチルの秤取量 (mg)

$M_T$  : 本品の秤取量 (g)

試験条件 :

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 202 nm)

カラム : 内径約 4.6 mm, 長さ約 12.5 cm のステンレス管に 7  $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 20°C 付近の一定温度

移動相 : pH 2 のリン酸溶液/液体クロマトグラフィー用メタノール混液 (4:1)

流量 : アクリル酸エチルの保持時間が約 7 分になるように調整する。

システム適合性

検出の確認 : 標準原液 2 mL を正確に量

カラム : 内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M をシラン処理した 180~300  $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度 : 70°C 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量 : 窒素, アクリル酸エチルの保持時間が約 3.5 分になる一定流量

検出感度 : 標準液から得たアクリル酸エチルのピーク高さが約 2 cm になるように調整する。

<p>り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 10 mL とし、更に過塩素酸ナトリウム-水和物溶液 (7→200) 5 mL を正確に加える。この液 20 <math>\mu</math>L から得たメタクリル酸及びアクリル酸エチルのピーク面積が標準溶液のそれぞれのピーク面積のそれぞれ 18 ~ 22 % になることを確認する。</p> <p>システムの性能：標準溶液 20 <math>\mu</math>L につき、上記の条件で操作するとき、メタクリル酸、アクリル酸エチルの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。</p> <p>システムの再現性：標準溶液 20 <math>\mu</math>L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メタクリル酸及びアクリル酸エチルのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である。</p>	
<p><b>蒸発残留物</b> 本品約 1 g を精密に量り、水溶上で蒸発乾固した後、残留物を 105°C で 4 時間乾燥するとき、残留物の量は 27.0 ~ 33.0 % である。</p>	<p><b>蒸発蒸留物</b> 本品約 1 g を精密に量り、水溶上で蒸発乾固した後、残留物を 105°C で 4 時間乾燥するとき、残留物の量は 27.0 ~ 33.0 % である。</p>

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

### メタクリル酸コポリマーS

新	旧
<p><b>(基原)</b></p> <p>本品はメタクリル酸とメタクリル酸メチルを、<u>ラウリル硫酸ナトリウムを乳化剤として、水溶液中で重合して得られた共重合樹脂の乳濁液を乾燥し、粉末としたものである。</u></p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、<u>共重合体構成成分メタクリル酸 (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub> : 86.09) 25.0 ~ 34.5.0%を含む</u></p>	<p><b>(基原)</b></p> <p>本品はメタクリル酸とメタクリル酸メチルの<u>共重合体</u>である。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、メタクリル酸 (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub> : 86.09) 25.0~34.5%を含む。</p>
<p><b>確認試験</b></p> <p>(2) 本品を、2-プロパノール/水混液 (33 : 1) に溶かし、この溶液を窓板に薄く塗り付け、溶媒を蒸発して得た薄膜につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、波数 2950 cm<sup>-1</sup>, 1735 cm<sup>-1</sup>, 1485 cm<sup>-1</sup>, 1450 cm<sup>-1</sup>, 1390 cm<sup>-1</sup>, 1260 cm<sup>-1</sup> <u>及び</u> 1150 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。</p>	<p><b>確認試験</b></p> <p>(2) 本品を、2-プロパノール/水混液 (33 : 1) に溶かし、この溶液を窓板に薄く塗り付け、溶媒を蒸発して得た薄膜につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、波数 2950 cm<sup>-1</sup>, 1735 cm<sup>-1</sup>, 1485 cm<sup>-1</sup>, 1450 cm<sup>-1</sup>, 1390 cm<sup>-1</sup>, 1260 cm<sup>-1</sup>, <u>1150 cm<sup>-1</sup> 及び</u> 960 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。</p>
<p><b>純度試験</b></p> <p>(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第3法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。</p> <p>(4) <u>メタクリル酸及びメタクリル酸メチル</u> 本品約 1 g を精密に量り、液体クロマトグラフィ用メタノールに溶かし正確に 50 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、あらかじめ pH 2.0 の 0.125 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL を正確に入れた容器にかき混ぜながら滴下し、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にメタクリル酸及びメタクリル酸メチル約 50 mg ずつを精密に量り、1-ブタノール</p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第3法により検液を調製し、<u>装置 B を用いる方法により</u>試験を行う (2 ppm 以下)。</p> <p>(4) <u>メタクリル酸メチル</u> 本品 0.5 g を精密に量り、<u>N,N-ジメチルホルムアルデヒド 8 mL を加えて振り混ぜて溶かした後、N,N-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にメタクリル酸メチル 0.01 g を精密に量り、N,N-ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ</u></p>

5 mL に溶かし、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 100 mL とする。  
この液 1 mL を正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準原液とする。標準原液 3 mL を正確に量り、pH 2.0 の 0.125 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、試料溶液のメタクリル酸及びメタクリル酸メチルのピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$  並びに標準溶液のメタクリル酸及びメタクリル酸メチルのピーク面積  $A_{S1}$  及び  $A_{S2}$  を測定し、メタクリル酸及びメタクリル酸メチルの量を求めるとき、メタクリル酸は 300 ppm 以下であり、メタクリル酸メチルは 200 ppm 以下である。

メタクリル酸の量 (ppm)

$$= 5 \times M_{S1} / M_T \times A_{T1} / A_{S1}$$

アクリル酸エチルの量 (ppm)

$$= 5 \times M_{S2} / M_T \times A_{T2} / A_{S2}$$

$M_{S1}$ : メタクリル酸の秤取量 (mg)

$M_{S2}$ : メタクリル酸メチルの秤取量 (mg)

$M_T$ : 本品の秤取量 (g)

試験条件:

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 202 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 12.5 cm のステンレス管に 7  $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 20°C 付近の一定温度

移動相: pH 2 のリン酸溶液/液体クロマトグラフィー用メタノール混液 (4:1)

流量: メタクリル酸メチルの保持時間が約 8 分になるように調整する。

法により試験を行うとき、試料溶液から得たメタクリル酸メチルのピーク高さは標準溶液から得たメタクリル酸メチルのピーク高さ以下である。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20M をシラン処理した 180~300  $\mu$ m のクロモソルブ W に 20% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度: 150°C 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量: 窒素, メタクリル酸メチルの保持時間が約 1.5 分になる一定流量

検出感度: 標準液から得たメタクリル酸メチルのピーク高さが約 2 cm になるように調整する。

システム適合性:

検出の確認: 標準原液 2 mL を正確に量り, 液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 10 mL とする. この液 3 mL を正確に量り, pH 2.0 の 0.125 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL を正確に加える. この液 20  $\mu$ L から得たメタクリル酸及びメタクリル酸メチルのピーク面積が標準溶液のそれぞれのピーク面積のそれぞれ 18 ~ 22 % になることを確認する.

システムの性能: 標準溶液 20  $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, メタクリル酸, メタクリル酸メチルの順に溶出し, その分離度は 5 以上である.

システムの再現性: 標準溶液 20  $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, メタクリル酸及びメタクリル酸メチルのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である.

[主な改正部分の新旧対照表 (下線部分は改正部分を示す)]

### N-メチル-2-ピロリドン

新	旧
<p><b>純度試験</b></p> <p>(2) ヒ素 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かし、これを検液とし、試験を行う (2 ppm 以下).</p> <p>(3) 類縁物質 本品を試料溶液とする。別に、本品 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L につき、次の条件で<u>ガスクロマトグラフィー</u>により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の N-メチル-2-ピロリドン以外のピーク面積の合計面積は、標準溶液の N-メチル-2-ピロリドンのピーク面積より大きくない。</p> <p>試験条件</p> <p>検出器：熱伝導度型検出器</p> <p>カラム：内径 0.53 mm、長さ 30 m の石英製キャピラリーカラムの内壁に、<u>ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール</u>を 1.0 <math>\mu</math>m の厚さで被覆したもの。</p> <p>カラム温度：150°C 付近の一定温度</p> <p>キャリアーガス：ヘリウム</p> <p>流量：N-メチル-2-ピロリドンの保持時間が約 6 分になるように調整する。</p> <p><u>スプリット比：1：20</u></p> <p>面積測定範囲：N-メチル-2-ピロリドンの保持時間の約 3 倍の範囲</p> <p>システムの適合性</p> <p>検出の確認：<u>標準溶液 2 mL</u> を正確に量</p>	<p><b>純度試験</b></p> <p>(2) ヒ素 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かし、これを検液とし、<u>装置 B を用いる方法</u>により試験を行う (2 ppm 以下).</p> <p>(3) 類縁物質 本品を試料溶液とする。別に、本品 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 <math>\mu</math>L につき、次の条件で<u>ガスクロマトグラフ法</u>により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の N-メチル-2-ピロリドン以外のピーク面積の合計面積は、標準溶液の N-メチル-2-ピロリドンのピーク面積より大きくない。</p> <p>試験条件</p> <p>検出器：熱伝導度型検出器</p> <p><u>注入方法：スプリット注入法 (スプリット比 1：20)</u></p> <p>カラム：内径 0.53 mm、長さ 30 m の石英製キャピラリーカラムの内壁に、<u>ガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール</u>を 1.0 <math>\mu</math>m の厚さで被覆したもの。</p> <p>カラム温度：150°C 付近の一定温度</p> <p>キャリアーガス：ヘリウム</p> <p>流量：N-メチル-2-ピロリドンの保持時間が約 6 分になるように調整する。</p> <p>面積測定範囲：N-メチル-2-ピロリドンの保持時間の約 3 倍の範囲</p> <p>システムの適合性</p>



<p>り、エタノール (99.5) を加えて正確に 10 mL とする。これをシステム適合性試験用溶液とする。この液 2 <math>\mu</math>L から得た <i>N</i>-メチル-2-ピロリドンのピーク面積が、標準溶液 2 <math>\mu</math>L から得た <i>N</i>-メチル-2-ピロリドンのピーク面積の 18 ~ 22 % になることを確認する。</p> <p>システムの性能：標準溶液 2 <math>\mu</math>L につき、上記の条件で操作するとき、エタノール、<i>N</i>-メチル-2-ピロリドンの順に流出し、その分離度は 5 以上である。</p> <p>システムの再現性：標準溶液 2 <math>\mu</math>L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、<i>N</i>-メチル-2-ピロリドンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。</p>	<p>検出の確認：試料溶液 2 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 10 mL とする。これをシステム適合性試験用溶液とする。この液 2 <math>\mu</math>L から得た <i>N</i>-メチル-2-ピロリドンのピーク面積が、標準溶液 2 <math>\mu</math>L から得た <i>N</i>-メチル-2-ピロリドンのピーク面積の 18~22 % になることを確認する。</p> <p>システムの性能：標準溶液 2 <math>\mu</math>L につき、上記の条件で操作するとき、エタノール、<i>N</i>-メチル-2-ピロリドンの順に流出し、その分離度は 5 以上である。</p> <p>システムの再現性：標準溶液 2 <math>\mu</math>L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、<i>N</i>-メチル-2-ピロリドンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。</p>
--	---