

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

一般試験法
標準品，試薬・試液，容量分析用標準液，標準液
(2) 試薬・試液

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>アクリル酸 $C_3H_4O_2$</p> <p><u>性状</u> 本品は白色～ほとんど白色の塊又は無色～ほとんど無色澄明の液である。</p> <p><u>凝固点</u> 11 ～ 14°C</p> <p><u>含量</u> 98.0% 以上</p> <p><u>定量法</u> 本品約 1.5 g を精密に量り，水 50 mL を加えて溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液）。</p> <p style="text-align: center;">1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 72.07 mg $C_3H_4O_2$</p> <p><アクリル酸デンプン 300，アクリル酸シルクフィブロイン共重合樹脂，ポリビニルアルコール・アクリル酸・メタクリル酸メチル共重合体></p> | <p>アクリル酸 $CH_2=CHCOOH$ [特級]</p> <p><アクリル酸デンプン 300，アクリル酸シルクフィブロイン共重合樹脂></p> |
| <p>メタクリル酸メチル $C_5H_8O_2$</p> <p><u>性状</u> 無色澄明の液</p> <p><u>含量</u> 98.0% 以上。</p> <p><u>定量法</u> 本品 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。</p> <p><u>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メタクリル酸メチルの量を求めるとき，98.0% 以上である。</u></p> <p><u>試験条件</u></p> | <p>メタクリル酸メチル $CH_2=C(CH_3)COOCH_3$ <u>ガスクロマトグラフ用に精製した上質のもの。</u></p> <p><アミノアルキルメタクリレートコポリマーE，<u>アミノアルキルメタクリレートコポリマーRS</u>，メタクリル酸コポリマーL，メタクリル酸コポリマーS></p> |

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 を約 0.25 μm の厚さに被覆したもの.

カラム温度：50 $^{\circ}\text{C}$ から 150 $^{\circ}\text{C}$ まで毎分 10 $^{\circ}\text{C}$ の割合で昇温する.

試料気化室温度：200 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度：250 $^{\circ}\text{C}$

キャリアーガス：ヘリウム

流量：メタクリル酸メチルの保持時間が約 3 分になるように調整する.

スプリット比：1：120

面積測定範囲：メタクリル酸メチルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品 1 μL につき, 上記の条件で操作するとき, メタクリル酸メチルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 20000 段以上, 0.6 ~ 2.0 である.

システムの再現性：本品 1 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, メタクリル酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は 8 % 以下である.

＜アミノアルキルメタクリレートコポリマー-E, アンモニオアルキルメタクリレートコポリマー, ポリビニルアルコール・アクリル酸・メタクリル酸メチル共重合体, メタクリル酸コポリマー-L, メタクリル酸コポリマー-S＞

| | |
|--|--|
| <p>ラウリン酸メチル, <u>ガスクロマトグラフィ</u> 用 $C_{13}H_{26}O_2$ 無色～黄色の液である. 屈折率 n_D^{20} : 約 1.431 比重 d_4^{20} : 約 0.87 <ポリソルベート 20, N-ラウロイル-L-グル タミン酸ナトリウム></p> | <p>ラウリン酸メチル, <u>ガスクロマトグラフ用</u> $C_{13}H_{26}O_2$ <u>ガスクロマトグラフ用に製造したもの.</u> <N-ラウロイル-L-グルタミン酸ナトリウ ム></p> |
|--|--|

(3) 容量分析用標準液

| 新 | 旧 |
|---|---|
| <p>0.01 mol/L 酢酸亜鉛液 1000 mL 中酢酸亜鉛 二水和物 $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O : \underline{219.50}]$ 2.195 g を含む. 調製 用時, 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液に水を加 えて正確に 5 倍容量とする. <塩化アルミニウム></p> | <p>0.01 mol/L 酢酸亜鉛液 1000 mL 中酢酸亜鉛 二水和物 $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O : \underline{219.51}]$ 2.195 g を含む. 調製 用時, 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液に水を加 えて正確に 5 倍容量とする. <塩化アルミニウム></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）]

アクリル酸エチル・メタクリル酸メチルコポリマー分散液

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>純度試験</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) アクリル酸エチル及びメタクリル酸メチル 本品 10.0 g を正確に量り、テトラヒドロフランに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、過塩素酸ナトリウム試液 5 mL を加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、この上澄液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にアクリル酸エチル 0.10 g 及びメタクリル酸メチル 0.10 g を正確に量り、テトラヒドロフランに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、過塩素酸ナトリウム試液 5 mL を加えた後、この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 µL につき、次の条件で<u>液体クロマトグラフィー</u>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及びメタクリル酸メチルのピーク高さは、標準溶液の<u>それぞれの</u>ピーク高さより大きくない。</p> <p>操作条件 検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm） カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm の</p> | <p>純度試験</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) アクリル酸エチル及びメタクリル酸メチル 本品 10.0 g を正確に量り、テトラヒドロフランに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、過塩素酸ナトリウム試液 5 mL を加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、この上澄液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にアクリル酸エチル 0.10 g 及びメタクリル酸メチル 0.10 g を正確に量り、テトラヒドロフランに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、過塩素酸ナトリウム試液 5 mL を加えた後、この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 µL につき、次の条件で<u>液体クロマトグラフ法</u>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及びメタクリル酸メチルのピーク高さは、標準溶液から得た<u>アクリル酸エチル及びメタクリル酸メチルの</u>ピーク高さより大きくない。</p> <p>操作条件 検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）</p> |

| | |
|---|---|
| <p>ステンレス管に約 5 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。</p> <p>カラム温度：40$^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度</p> <p>移動相：水/メタノール混液（4：1）</p> <p>流量：アクリル酸エチルの保持時間が約 12 分になるように調整する。</p> <p>カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アクリル酸エチル、メタクリル酸メチルの順に溶出し、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 20 μL から得たアクリル酸エチル及びメタクリル酸メチルのピーク高さが約 20 mm になるように調整する。</p> | <p>カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に約 5 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。</p> <p>カラム温度：40$^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度</p> <p>移動相：水・メタノール混液（4：1）</p> <p>流量：アクリル酸エチルの保持時間が約 12 分になるように調整する。</p> <p>カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アクリル酸エチル、メタクリル酸メチルの順に溶出し、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 20 μL から得たアクリル酸エチル及びメタクリル酸メチルのピーク高さが約 20 mm になるように調整する。</p> |
| <p>強熱残分 <u>0.3</u> % 以下 (4 g)。ただし、本品を 105$^{\circ}\text{C}$ で 1 時間乾燥した後、硫酸 1 mL を加えて試験を行う。</p> | <p>強熱残分 <u>0.20</u> % 以下 (4 g)。ただし、本品を 105$^{\circ}\text{C}$ で 1 時間乾燥した後、硫酸 1 mL を加えて試験を行う。</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）]

アミノアルキルメタクリレートコポリマーE

| 新 | 旧 |
|---|--|
| <p>純度試験</p> <p><u>(4)メタクリル酸メチル及びメタクリル酸ブチル</u> 本品約 1 g を精密に量り、pH 2.0 の <u>0.0625 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (3 : 2)</u> を加え、かき混ぜて溶かし、<u>正確に 50 mL</u> とし、試料溶液とする。別にメタクリル酸メチル約 10 mg 及びメタクリル酸ブチル約 20 mg を精密に量り、1-ブタノール 3 mL に溶かし、pH 2.0 の <u>0.0625 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (3 : 2)</u> を加えて正確に <u>50 mL</u> とする。この液 1 mL を正確に量り、pH 2.0 の <u>0.0625 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (3 : 2)</u> を加えて正確に <u>50 mL</u> とし、標準溶液とする。<u>試料溶液及び標準溶液 50 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メチル及びメタクリル酸ブチルのピーク面積 A_{T1} 及び A_{T2} 並びに標準溶液のメタクリル酸メチル及びメタクリル酸ブチルのピーク面積 A_{S1} 及び A_{S2} を測定し、メタクリル酸メチル及びメタクリル酸ブチルの量を求めるとき、メタクリル酸メチルは 500 ppm 以下であり、メタクリル酸ブチルは 1000 ppm 以下である。</u></p> <p style="margin-left: 2em;"><u>メタクリル酸メチルの量 (ppm)</u> $= 20 \times M_{S1}/M_T \times A_{T1}/A_{S1}$ <u>メタクリル酸ブチルの量 (ppm)</u> $= 20 \times M_{S2}/M_T \times A_{T2}/A_{S2}$ $M_{S1}: \text{メタクリル酸メチルの秤取量 (mg)}$ $M_{S2}: \text{メタクリル酸ブチルの秤取量 (mg)}$</p> | <p>純度試験</p> <p><u>(4)メタクリル酸メチルとメタクリル酸ブチル及びメタクリル酸ジメチルアミノエチル</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 <u>10 mL</u> とし、試料溶液とする。別にメタクリル酸メチル 0.01 g とメタクリル酸ブチル 0.01 g 及びメタクリル酸ジメチルアミノエチル 0.02 g を精密に量り、アセトンを加えて溶かし、正確に <u>100 mL</u> 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とメタクリル酸ブチル及びメタクリル酸ジメチルアミノエ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とメタクリル酸ブチル及びメタクリル酸ジメチルアミノエチルのピーク高さ以下である。</p> <p style="margin-left: 2em;">操作条件</p> <p style="margin-left: 2em;"><u>検出器：水素炎イオン化検出器</u></p> <p style="margin-left: 2em;"><u>カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m のステンレ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てんする。</u></p> <p style="margin-left: 2em;"><u>カラム温度：90℃付近の一定温度</u></p> <p style="margin-left: 2em;"><u>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 3 分に、メタクリル酸ブチルの保持時間が約</u></p> |

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 : 205 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 12.5 cm のステンレス管に 7 μ 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 : 液体クロマトグラフィー用メタノール/pH 2.0 の 0.0625 mol/L リン酸塩緩衝液 (11 : 9)

流量 : メタクリル酸ブチルの保持時間が約 8 分になるように調整する.

システム適合性

検出の確認 : 標準溶液 2 mL を正確に量り, pH 2.0 の 0.0625 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (3 : 2) を加えて正確に 10 mL とする. この液 50 μ L から得たメタクリル酸メチル及びメタクリル酸ブ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 50 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, メタクリル酸メチル, メタクリル酸ブチルの順に溶出し, その分離度は 10 以上である.

システムの再現性 : 標準溶液 50 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, メタクリル酸メチル及びメタクリル酸ブチルのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 3.0 % 以下である.

(5) メタクリル酸ジメチルアミノエチル本品約 1 g を精密に量り, 液体クロマトグラ

7 分に, メタクリル酸ジメチルアミノエチルの保持時間が約 20 分になる一定流量

検出感度 : 標準溶液から得たメタクリル酸メチルのピーク高さが約 2 cm にメタクリル酸メチルのピーク高さが約 2 cm にメタクリル酸ジメチルアミノエチルが約 1 cm になるように調整する.

フイー用テトラヒドロフランに溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にメタクリル酸ジメチルアミノエチル約 15 mg を精密に量り、液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフランに溶かし、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テトラヒドロフランを加え、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ 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、試料溶液及び標準溶液のメタクリル酸ジメチルアミノエチルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、メタクリル酸ジメチルアミノエチルの量を求めるとき、1000 ppm 以下である。

メタクリル酸ジメチルアミノエチルの量

$$\text{(ppm)} = 100 \times \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_T}{A_S}$$

M_S : メタクリルジメチルアミノエチルの秤取量 (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 : 215 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 12.5 cm のステンレス管に 7 μ m の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 20 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/pH 2.0 の 0.025 mol/L リン酸塩緩衝液混液 (3 : 1)

流量 : メタクリル酸ジメチルアミノエチルの保持時間が約 2 分になるように調整する。

システム適合性

検出の確認 : 標準溶液 2 mL を正確に量

り、液体クロマトグラフィー用テトラ
ヒドロフランを加えて正確に 20 mL
とする。この液 50 μ L から得たメタク
リル酸ジメチルアミノエチルのピー
ク面積が標準溶液のメタクリル酸ジ
メチルアミノエチルメチルのピーク
面積の 8 ~ 12 % になることを確認
する。

システムの性能：標準溶液 50 μ L につき、
上記の条件で操作するとき、メタクリ
ル酸ジメチルアミノエチルのピーク
の理論段数及びシンメトリー係数は、
それぞれ 1500 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 μ L につ
き、上記の条件で試験を 6 回繰り返す
とき、メタクリル酸ジメチルアミノエ
チルのピーク面積の相対標準偏差は
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）]

アルギン酸プロピレングリコールエステル

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>確認試験</p> <p>(2) 本品につき、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 <u>3420</u> cm^{-1}、<u>1745</u> cm^{-1}、<u>1625</u> cm^{-1} 及び 1035 cm^{-1} 付近に吸収を認める。</p> | <p>確認試験</p> <p>(2) 本品につき、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 <u>3600</u> cm^{-1}、<u>1740</u> cm^{-1}、<u>1620</u> cm^{-1} 及び 1035 cm^{-1} 付近に吸収を認める。</p> |
| <p>純度試験</p> <p>(3) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調整し、試験を行う (4 ppm 以下)。</p> | <p>純度試験</p> <p>(3) ヒ素 本品 0.5 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 (4 ppm 以下)。</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）]

アルファー化デンプン

| 新 | 旧 |
|---|---|
| <p>純度試験</p> <p>(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、<u>第4法</u>により検液を調製し、試験を行う。ただし<u>残留物</u>に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かす (2 ppm 以下)。</p> <p>標準色:本品の代わりにヒ素標準液 2.0 mL をとり、同様に操作する。</p> | <p>純度試験</p> <p>(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、<u>第3法</u>により検液を調製し、<u>装置 B</u> を用いる方法により試験を行う。ただし<u>硝酸マグネシウム六水和物のエタノール溶液 (1→10)</u> は <u>10 mL</u> とし、<u>また</u>希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かす。</p> <p>標準色:本品の代わりにヒ素標準液 2.0 mL をとり、同様に操作する (2 ppm 以下)。</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）]

アンモニオアルキルメタクリレートコポリマー
（アミノアルキルメタクリレートコポリマーRS）

| 新 | 旧 |
|--|---|
| <p>(名称) <u>アンモニオアルキルメタクリレートコポリマー</u> <u>Ammonioalkyl Methacrylate Copolymer</u> アミノアルキルメタクリレートコポリマーRS</p> | <p>(名称) アミノアルキルメタクリレートコポリマーRS <u>Aminoalkyl Methacrylate Copolymer RS</u></p> |
| <p>(基原) 本品はアクリル酸エチルとメタクリル酸メチル及び<u>メタクリル酸塩化トリメチルアンモニオエチル</u>の共重合体である。 <u>本品には共重合体組成により区分したタイプ A 及びタイプ B があり、乾燥したものはそれぞれ定量するとき、共重合体構成成分メタクリル酸塩化トリメチルアンモニオエチル (C₉H₁₈ClNO₂ : 207.72) として 8.85 ~ 11.96% 及び 4.48 ~ 6.77% を含む。</u> <u>本品はそのタイプを表示する。</u></p> | <p>(基原) 本品はアクリル酸エチルとメタクリル酸メチル及び<u>メタクリル酸塩化トリメチルアンモニウムエチル</u>の共重合体である。 <u>本品を乾燥したものは定量するとき、窒素 (N : 14.007) 0.27~0.80% を含む。</u></p> |
| <p>純度試験 (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) アクリル酸エチル及びメタクリル酸メチル 本品約 5 g を精密に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールに溶かし正確に 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一水和物溶液 (7→200) 5 mL を正確に入れた容器にかき混ぜながら滴下し、必要ならば遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアクリル</p> | <p>純度試験 (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</u> (2 ppm 以下)。 (4) アクリル酸エチル及びメタクリル酸メチル 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、<u>試料溶液とする。別にアクリル酸エチル 0.02 g 及びメタクリル酸メチル 0.02 g を精密に量り、アセトンを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL</u></p> |

酸エチル約 70 mg 及びメタクリル酸メチル約 20 mg を精密に量り, 1-ブタノール 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 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 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, 試料溶液のアクリル酸エチル及びメタクリル酸メチルのピーク面積 A_{T1} 及び A_{T2} 並びに標準溶液のアクリル酸エチル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, アクリル酸エチル及びメタクリル酸メチルの量を求めるとき, アクリル酸エチルは 100 ppm 以下であり, メタクリル酸メチルは 50 ppm 以下である.

アクリル酸エチルの量 (ppm)

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

メタクリル酸メチルの量 (ppm)

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

M_{S1} : アクリル酸エチルの秤取量 (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.

につき, 次の条件でガスクロマトグラフ法による試験を行うとき, 試料溶液から得たアクリル酸エチル及びメタクリル酸メ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及び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 のステンレ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 をシリコン処理した 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てんする.

カラム温度: 60°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 5 分にメタクリル酸メチルの保持時間が約 6 分になる一定流量

検出感度: 標準溶液から得たアクリル酸エチルのピーク高さが約 2 cm にメタクリル酸メチル n ピーク高さが約 2 cm になるように調整する.

| | |
|--|---|
| <p><u>カラム温度：20℃ 付近の一定温度</u></p> <p><u>移動相：pH 2.0 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)</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>システム適合性</u></p> <p><u>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 とし、更に過塩素酸ナトリウム一水和物溶液 (7→200) 5 mL を正確に加える。この液 20μL から得たアクリル酸エチル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。</u></p> <p><u>システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アクリル酸エチル、メタクリル酸メチルの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。</u></p> <p><u>システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アクリル酸エチル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。</u></p> | |
| <p>定量法 <u>本品を乾燥し、本品の表示がタイプ A はその約 1 g、また、本品の表示がタイプ B はその約 2 g をそれぞれ精密に量り、約 50℃ の酢酸 (100) 75 mL を加え、約 30 分間以内に溶かす。冷後、酢酸銅 (II) 一水和物試液 25 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を</u></p> | <p>定量法 <u>本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。</u></p> <p><u>0.005mol/L 硫酸 1 mL = 0.14007 mg N</u></p> |

行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.77 mg

C₉H₁₈ClNO₂

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

エチルセルロース

| 新 | 旧 |
|--|---|
| <p>確認試験</p> <p>(1) 本品 <u>10 mg</u> に水 1 mL 及びアントロン試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は緑色を呈し、徐々に暗緑色～暗緑褐色に変わる。</p> | <p>確認試験</p> <p>(1) 本品 <u>0.01 g</u> に水 1 mL 及びアントロン試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は緑色を呈し、徐々に暗緑色～暗緑褐色に変わる。</p> |
| <p>定量法 本品を乾燥し、その約 <u>15 mg</u> を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。</p> <p><u>(i) 洗浄液</u> 赤リン 1 g を水 100 mL に懸濁させる。</p> <p><u>(ii) 吸収液</u> 酢酸カリウム 15 g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9 : 1) 150 mL に溶かし、その 145 mL を量り、臭素 5 mL を加える。用時製する。</p> <p><u>(iii) 操作法</u> ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また、吸尿管 J に吸収液約 20 mL を入れる。本品を乾燥し、その約 <u>15 mg</u> を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石とヨウ化水素酸約 6 mL を加える。（中略） 同様の方法で空試験を行い、補正する。</p> <p>0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.7510mg <u>C₂H₅O</u></p> <p style="text-align: center;">[図：省略] <u>エトキシ基定量装置</u></p> | <p>定量法 本品を乾燥し、その約 <u>0.015 g</u> を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。</p> <p>試液</p> <p><u>(1) 洗浄液</u> 赤リン 1 g を水 100 mL に懸濁させる。</p> <p><u>(2) 吸収液</u> 酢酸カリウム 15 g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9 : 1) 150 mL に溶かし、その 145 mL を量り、臭素 5 mL を加える。用時製する。</p> <p>操作法</p> <p>ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また、吸尿管 J に吸収液約 20 mL を入れる。本品を乾燥し、その約 <u>0.015 g</u> を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石とヨウ化水素酸約 6 mL を加える。（中略） 同様の方法で空試験を行い、補正する。</p> <p>0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.7510mg <u>OC₂H₅</u></p> <p style="text-align: center;">[図：省略] <u>メトキシ基定量装置</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）]

エチルセルロース水分散液

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>確認試験</p> <p>(1) 本品 <u>30 mg</u> に水 1 mL 及びアントロン試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は緑色を呈し、徐々に暗緑色～暗緑褐色に変わる。</p> | <p>確認試験</p> <p>(1) 本品 <u>0.03 g</u> に水 1 mL 及びアントロン試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は緑色を呈し、徐々に暗緑色～暗緑褐色に変わる。</p> |
| <p>粘度</p> <p>(1) 装置 <u>ブルックフィールド型粘度計</u> を用いる。</p> <p>(2) 操作法 (省略)</p> <p style="text-align: center;"><u>ブルックフィールド型粘度計</u> [図：省略]</p> | <p>粘度</p> <p>(1) 装置 <u>ブルックフィールド型回転粘度計</u> を用いる。</p> <p>(2) 操作法 (省略)</p> <p style="text-align: center;"><u>ブルックフィールド型回転粘度計</u> [図：省略]</p> |
| <p>定量法</p> <p>(1) エチルセルロース 本品約 0.1 g を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。</p> <p><u>(i) 洗浄液</u> 赤リン 1 g を水 100 mL に懸濁させる。</p> <p><u>(ii) 吸収液</u> 酢酸カリウム 15 g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9 : 1) 150 mL に溶かし、その 145 mL を量り、臭素 5 mL を加える。用時製する。</p> <p><u>(iii) 操作法</u> ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また、吸接管 J に吸収液約 20 mL を入れる。本品約 0.1 g を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石とヨウ化水素酸約 6 mL を加える。(中略) 同様の方法で空試験を行い、補正する。</p> | <p>定量法</p> <p>(1) エチルセルロース 本品を<u>乾燥し</u>、その約 0.1 g を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。</p> <p>試液</p> <p><u>(1) 洗浄液</u> 赤リン 1 g を水 100 mL に懸濁させる。</p> <p><u>(2) 吸収液</u> 酢酸カリウム 15 g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9 : 1) 150 mL に溶かし、その 145 mL を量り、臭素 5 mL を加える。用時製する。</p> <p>操作法</p> <p>ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また、吸接管 J に吸収液約 20 mL を入れる。本品を<u>乾燥し</u>、その約 0.1 g を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石とヨウ化水素酸約 6 mL を加える。</p> |

| | |
|---|--|
| <p>0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.7510 mg C_2H_5O エチルセルロースのエトキシ基含有率は表示値を用いる.</p> <p>[図：省略]</p> <p>(2) (省略)</p> <p>(3) セタノール セタノール約 <u>40 mg</u> を精密に量り, アセトンに溶かし, 正確に 20 mL とする. (中略) この液 2 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い, 内標準物質のピーク面積に対するセタノールのピーク面積の比を求め, 検量線により本品中のセタノール<u>含量</u> (%) を求める.</p> <p>内標準溶液 <i>n</i>-エイコサンのアセトン溶液 (1→1000) 操作条件 (省略)</p> | <p>(中略) 同様の方法で空試験を行い, 補正する.</p> <p>0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.7510 mg OC_2H_5 エチルセルロースのエトキシ基含有率は表示値を用いる.</p> <p>[図：省略]</p> <p>(2) (省略)</p> <p>(3) セタノール セタノール約 <u>0.04 g</u> を精密に量り, アセトンに溶かし, 正確に 20 mL とする. (中略) この液 2 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い, 内標準物質のピーク面積に対するセタノールのピーク面積の比を求め, 検量線により本品中のセタノール<u>含量</u> (%) を求める.</p> <p>内標準溶液 <i>n</i>-エイコサンのアセトン溶液 (1→1000) 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）]

エリスリトール

| 新 | 旧 |
|---|---|
| <p>性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、 においはなく、味は甘く冷感がある。</p> <p>本品は水に溶解やすく、メタノールにやや 溶解にくく、エタノール（99.5）に溶解にく く、ジエチルエーテルにほとんど溶解しない。</p> | <p>性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、 においはなく、味は甘く冷感がある。</p> <p>本品は水に溶解やすく、メタノールにやや 溶解にくく、エタノール（99.5）に溶解にく く、ジエチルエーテルにほとんど溶解しない。</p> <p><u>本品の水溶液（3→10）の pH は 5.0～7.0 である。</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）]

塩化アルミニウム

| 新 | 旧 |
|--|---|
| 純度試験 (6) ヒ素 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う (2ppm 以下). | 純度試験 (6) ヒ素 本品 1.0 g をとり，第 1 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 (2ppm 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）]

黄色三二酸化鉄

| 新 | 旧 |
|---|---|
| 強熱減量 10.0 ~ 13.0 % (2 g, 900°C, 2 時間). | 強熱減量 10.0 ~ 13.0 % <u>以下</u> (2 g, 900°C, 2 時間). |

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

カラギーナン

| 新 | 旧 |
|---|--|
| <p>性状 本品は白色～淡黄褐色の粉末で、におい及び味はない。</p> <p>本品は温湯に溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール (<u>99.5</u>)、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。</p> | <p>性状 本品は白色～淡黄褐色の粉末で、におい及び味はない。</p> <p>本品は温湯に溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール (<u>95</u>)、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。</p> |
| <p>pH 本品 1.0 g を少量ずつ温湯 100 mL にかき混ぜながら溶かし、冷却した液の pH は <u>7.5 ~ 10.5</u> である。</p> | <p>pH 本品 1.0 g を少量ずつ温湯 100 mL にかき混ぜながら溶かし、冷却した液の pH は <u>7.5 ~ 9.0</u> である。</p> |
| <p>純度試験</p> <p>(2) ヒ素 本品 2.5 g に硝酸 20 mL を徐々に加えた後、流動状となるまで弱く加熱する。冷後、硫酸 5 mL を加え、褐色の煙が発生しなくなるまで加熱する。冷後、時々、硝酸 5 mL ずつを追加して液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、<u>シュウ酸アンモニウム飽和溶液</u> 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とする。この液 10 mL を検液とし、試験を行うとき、次の<u>標準色</u>より濃くない (2 ppm 以下)。</p> <p><u>標準色</u>：本品を用いないで同様に操作した後、この液 10 mL を発生瓶に入れ、ヒ素標準液 2 mL を正確に加え、以下検液の試験と同様に操作する。</p> | <p>純度試験</p> <p>(2) ヒ素 本品 2.5 g に硝酸 20 mL を徐々に加えた後、流動状となるまで弱く加熱する。冷後、硫酸 5 mL を加え、褐色の煙が発生しなくなるまで加熱する。冷後、時々、硝酸 5 mL ずつを追加して液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、<u>飽和シュウ酸アンモニウム一水和物溶液</u> 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とする。この液 10 mL を検液とし、<u>装置 B を用いる方法により試験</u>を行うとき、次の<u>比較色</u>より濃くない (2 ppm 以下)。</p> <p><u>比較色</u>：本品を用いないで同様に操作した後、この液 10 mL を発生瓶に入れ、ヒ素標準液 2 mL を正確に加え、以下検液の試験と同様に操作する。</p> |
| <p>乾燥減量 <u>6.0 ~ 11.5 %</u> (1 g, 105°C, 2 時間)</p> | <p>乾燥減量 <u>10.0 % 以下</u> (1 g, 105°C, 2 時間)</p> |
| <p>強熱残分 <u>15.5 ~ 42.0 %</u> (1 g, <u>乾燥物換算</u>)</p> | <p>強熱残分 <u>33.0 % 以下</u> (1 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）]

カルボキシメチルエチルセルロース

| 新 | 旧 |
|---|--|
| <p>純度試験</p> <p>(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、磁製のつぼに入れ、これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→10) 10 mL を加え、エタノール (95) に点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。（以下省略）</p> | <p>純度試験</p> <p>(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、磁製のつぼに入れ、これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→10) 10 mL を加え、エタノール (95) に点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。（以下省略）</p> |
| <p>定量法</p> <p>(1) カルボキシメチル基 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、正確に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を加えて溶かし、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 硫酸で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）。同様の方法で空試験を行う。</p> <p>0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 5.904 mg <u>C₂H₃O₂</u></p> <p>(2) エトキシ基 本品を乾燥し、その約 <u>25 mg</u> を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。</p> <p><u>(i) 洗浄液</u> 赤リン 1 g を水 100 mL に懸濁させる。</p> <p><u>(ii) 吸収液</u> 酢酸カリウム 15 g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9 : 1) 150 mL に溶かし、その 145 mL を量り、臭素 5 mL を加える。用時製する。</p> <p><u>(iii) 操作法</u> ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また、吸引管 J に吸収液約 20 mL を入れる。本品を乾燥し、その約 <u>25 mg</u> を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石とヨウ化水素酸約 6 mL を加える。（中略） 同様の方法で空試験</p> | <p>定量法</p> <p>(1) カルボキシメチル基 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、正確に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を加えて溶かし、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 硫酸で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）。同様の方法で空試験を行う。</p> <p>0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 5.904 mg <u>(-CH₂COOH)</u></p> <p>(2) エトキシ基 本品を乾燥し、その約 <u>0.025 g</u> を精密に量り、次に示す操作法により試験を行う。</p> <p>試液</p> <p><u>(1) 洗浄液</u> 赤リン 1 g を水 100 mL に懸濁させる。</p> <p><u>(2) 吸収液</u> 酢酸カリウム 15 g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9 : 1) 150 mL に溶かし、その 145 mL を量り、臭素 5 mL を加える。用時製する。</p> <p>操作法</p> <p>ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また、吸引管 J に吸収液約 20 mL を入れる。本品を乾燥し、その約 <u>0.025 g</u> を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に</p> |

| | |
|---|--|
| <p>を行い，補正する。</p> <p>0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.7510 mg <u>C₂H₅O</u></p> <p>[図：省略] <u>エトキシ基定量装置</u></p> | <p>沸騰石とヨウ化水素酸約 6 mL を加える。 (中略) 同様の方法で空試験を行い，補正する。</p> <p>0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.7510 mg <u>OC₂H₅</u></p> <p>[図：省略] <u>メトキシ基定量装置</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）]

キサントガム

| 新 | 旧 |
|--|---|
| <p>性状 本品は帯黄白色～淡黄褐色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。</p> <p>本品は水又は熱湯に溶けやすく、<u>エタノール (99.5)</u> 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。</p> | <p>性状 本品は帯黄白色～淡黄褐色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。</p> <p>本品は水又は熱湯に溶けやすくエタノール (<u>95</u>) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。</p> |
| <p>粘度</p> <p>(1) 装置 <u>ブルックフィールド型粘度計</u>を用いる。</p> <p style="text-align: center;"><u>ブルックフィールド型粘度計</u> [図：省略]</p> <p>(2) 操作法 本品の換算した乾燥物 3.00 g に対応する量を<u>正確に量り</u>、塩化カリウム 3.00 g と混合し、水 294 g を入れた 500 mL のビーカーに入れ、なるべく気泡が入らないように分散させ、更に 2 時間かき混ぜて溶かした後、気泡を除き、温度 $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に調整し、試料溶液とする。(以下省略)</p> | <p>粘度</p> <p>(1) 装置 <u>ブルックフィールド型回転粘度計</u>を用いる。</p> <p style="text-align: center;">[図：省略]</p> <p>(2) 操作法 本品の換算した乾燥物 3.00 g に対する量を<u>とり</u>、塩化カリウム 3.00 g と混合し、水 294 g を入れた 500 mL のビーカーに入れ、なるべく気泡が入らないように分散させ、更に 2 時間かき混ぜて溶かした後、気泡を除き、温度 $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に調整し、試料溶液とする。(以下省略)</p> |
| <p>純度試験</p> <p>(3) ヒ素 本品 2.5 g を分解フラスコにとり、硝酸 20 mL を加え、流動状となるまで穏やかに加熱する。冷後、硫酸 5 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。必要ならば、冷後、更に硝酸 5 mL を加えて加熱する。この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す。冷後、<u>シュウ酸アンモニウム飽和溶液</u> 15 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とする。この</p> | <p>純度試験</p> <p>(3) ヒ素 本品 2.5 g を分解フラスコにとり、硝酸 20 mL を加え、流動状となるまで穏やかに加熱する。冷後、硫酸 5 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。必要ならば、冷後、更に硝酸 5 mL を加えて加熱する。この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す。冷後、<u>飽和シュウ酸アンモニウム一水和物溶液</u> 15 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とす</p> |

| | |
|--|---|
| <p>液 5 mL を検液とし、試験を行う。ただし、比較液はヒ素標準液 5.0 mL を分解フラスコにとり、硝酸 20 mL を加え、以下、試料と同様に操作する (2 ppm 以下)。</p> | <p>る。この液 5 mL を検液とし、<u>装置 B を用いる方法により</u>試験を行う。ただし、比較液はヒ素標準液 5.0 mL を分解フラスコにとり、硝酸 20 mL を加え、以下、試料と同様に操作する (2 ppm 以下)。</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）]

黒酸化鉄

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>定量法 <u>本品を乾燥し、その約 0.2 g を磁性の</u> <u>るつぼに入れ、その質量を精密に量り、900℃</u> <u>で2時間強熱する。冷後、塩酸 5 mL を加え、</u> <u>水浴上で加温して溶かす。冷後、るつぼの内</u> <u>容物をヨウ素瓶に移し、更に水 25 mL で洗い</u> <u>込む。</u> ヨウ化カリウム 3 g を加え、密栓し、 暗所で 15 分間放置した後、水 100 mL を加 え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナ トリウム液で滴定する。（以下省略）</p> | <p>定量法 本品約 0.2 g を<u>ヨウ素瓶に精密に量り、</u> 塩酸 5 mL を加えて溶かし、<u>水 25mL 及びヨ</u> ウ化カリウム 3 g を加え、密栓し、暗所で 15 分間放置した後、水 100mL を加え、遊離し たヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 で滴定する。（以下省略）</p> |
| <p>純度試験</p> <p>（3）ヒ素 本品 0.2 g に薄めた塩酸（1→2） 30 mL を加え、加温して溶かし、水浴上で蒸 発濃縮し、約 5 mL とする。この液に温湯 5 mL を加えてろ過し、残留物は温湯 5 mL ずつで 3 回洗う。洗液はろ液に合わせ検液とし、試 験を行う（10 ppm 以下）。ただし、中和操作 及び薄めた塩酸（1→2）5 mL の添加を省略 する。また<u>酸性塩化スズ(Ⅱ)試液</u>の代わり に、<u>塩化スズ(Ⅱ)二水和物</u>の塩酸溶液（35→ 100）を用いる。標準色の調製は、<u>塩化スズ</u> <u>(Ⅱ)二水和物</u>の塩酸溶液（35→100）を用い て日局に準じて操作する。</p> | <p>純度試験</p> <p>（3）ヒ素 本品 0.2 g に薄めた塩酸（1→2） 30 mL を加え、加温して溶かし、水浴上で蒸 発濃縮し、約 5 mL とする。この液に温湯 5 mL を加えてろ過し、残留物は温湯 5 mL ずつで 3 回洗う。洗液はろ液に合わせ検液とし、試 験を行う（10 ppm 以下）。ただし、中和操作 及び薄めた塩酸（1→2）5 mL の添加を省略 する。また<u>酸性塩化第一スズ試液</u>の代わり に、<u>塩化スズ(Ⅱ)</u>の塩酸溶液（35→100）を 用いる。標準色の調製は、<u>塩化スズ(Ⅱ)</u>の塩 酸溶液（35→100）を用いて日局に準じて操 作する。</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）]

結晶セルロース・カルメロースナトリウム

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>(基原)</p> <p>本品は容易に微分散するように結晶セルロース(日局)とカルメロースナトリウム(日局)を混合したものである。</p> <p>本品は定量するとき、<u>換算した乾燥物に対し、80% 以上の結晶セルロース及び表示量の75～125% に対応するカルメロースナトリウムを含む。</u></p> <p><u>本品にはカルメロースナトリウムの含量(%) 及びその水分散液の粘度 (mPa・s) を表示すると共に、粘度を試験するときの水分散液の濃度 (%) を表示する。</u></p> | <p>(基原)</p> <p>本品は容易に微分散するように結晶セルロース(日局)とカルメロースナトリウム(日局)を混合したものである。</p> <p>本品を<u>乾燥したものは</u>定量するとき、80% 以上の結晶セルロース及び表示量の75～125% に対応するカルメロースナトリウムを含む。<u>本品の水分散液は、表示濃度において、ミリパスカル秒 (mPa・s) で表示された値に対して60～140% に対応する粘度を示す。</u></p> |
| <p>粘度</p> <p>(1)装置 <u>ブルックフィールド型粘度計</u>を用いる。</p> <p>(2)操作法 <u>表示濃度に従い</u>、本品の換算した<u>乾燥物につき</u>、懸濁液400g に対応する量を<u>正確に量り</u>、あらかじめ水約<u>200g</u>を入れた500mL のホモジナイザー用コップに入れ、更に水を加えて内容物の質量を400g とする。毎分18000回転に調整できるホモジナイザーを用い、初めに毎分約5000回転で15秒間かき混ぜる。次に5秒間で回転数を毎分18000回転に上げ、正確に2分間かき混ぜる。ホモジナイザーの回転を止めた後、直ちに分散懸濁液を500mL のビーカーに移し、<u>試料溶液とする</u>。ローターH をジョイントE に取り付け、気泡が付着しないように注意して浸液マークF まで試料溶液中にローターを浸せきする。ただし、試料溶液の温度は20℃</p> | <p>粘度</p> <p>(1)装置 <u>ブルックフィールド型回転粘度計</u>を用いる。</p> <p>(2)操作法 本品の換算した<u>脱水物を</u>、<u>本品の表示濃度に従い</u>、懸濁液400g に対応する量を<u>とり</u>、あらかじめ水約<u>300mL</u>を入れた500mL のホモジナイザー用コップに入れ、更に水を加えて内容物の質量を400g とする。毎分18000回転に調整できるホモジナイザーを用い、初めに毎分約5000回転で15秒間かき混ぜる。次に5秒間で回転数を毎分18000回転に上げ、正確に2分間かき混ぜる。ホモジナイザーの回転を止めた後、直ちに分散懸濁液を500mL のビーカーに移し<u>試料溶液とする</u>。ローターH をジョイントE に取り付け、気泡が付着しないように注意して浸液マークF まで試料溶液中にローターを浸せきする。ただし、試料溶液の温度は20℃</p> |

| | |
|---|--|
| <p>とする。ホモジナイザーの回転を停止してから 60 秒後に、ローターを毎分 20 回転の速度で 30 秒間回転後、目盛 D を読みとり、換算乗数を乗ずる。<u>粘度は表示粘度の 60 ～ 140 % である。</u></p> <p>1 号ローター 換算乗数：5</p> <p><u>ブルックフィールド型粘度計</u></p> <p>[図：省略]</p> | <p>とする。ホモジナイザーの回転を停止してから 60 秒後に、ローターを毎分 20 回転速度 30 秒間回転後、目盛 D を読みとり、換算乗数を乗ずる。</p> <p>1 号ローター 換算乗数：5</p> <p>[図：省略]</p> |
| <p>純度試験</p> <p>(4) ヒ素 本品 1.0 g を白金製，石英製又は磁製のるつぼにとる。これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→10) 10mL を加え，エタノール (95) に点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する。もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する。冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かす。これを検液とし，試験を行う (2 ppm 以下)。</p> | <p>純度試験</p> <p>(4) ヒ素 本品 1.0 g を白金製，石英製又は磁製のるつぼにとる。これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→10) 10mL を加え，エタノール (95) に点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する。もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する。冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かす。これを検液とし，<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>定量法</p> <p>(1) 結晶セルロース 本品約 3 g を精密に量り，希塩酸 30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 15 分間加熱する。(以下省略)</p> <p>(2) カルメロースナトリウム 本品約 2 g を精密に量り，酢酸 (100) 75 mL を加え，還流冷却器を付け，130℃ の油浴中で 2 時間加熱する。(以下省略)</p> | <p>定量法</p> <p>(1) 結晶セルロース 本品を<u>乾燥し，その</u>約 3 g を精密に量り，希塩酸 30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 15 分間加熱する。(以下省略)</p> <p>(2) カルメロースナトリウム 本品の<u>換算した脱水物</u>約 2 g を精密に量り，酢酸 (100) 75 mL を加え，還流冷却器を付け，130℃ の油浴中で 2 時間加熱する。(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）]

結晶セルロース（粒）

| 新 | 旧 |
|---|---|
| <p>確認試験</p> <p>(2) 塩化亜鉛 20 g 及びヨウ化カリウム 6.5 g を水 10.5 mL に溶かし、ヨウ素 0.5 g を加えて 15 分間振り混ぜる。この液 2 mL 中に本品約 <u>50 mg</u> を時計皿上で分散するとき、分散物は青紫色を呈する。</p> | <p>確認試験</p> <p>(2) 塩化亜鉛 20 g 及びヨウ化カリウム 6.5 g を水 10.5 mL に溶かし、ヨウ素 0.5 g を加えて 15 分間振り混ぜる。この液 2 mL 中に本品約 <u>0.05g</u> を時計皿上で分散するとき、分散物は青紫色を呈する。</p> |
| <p>純度試験</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。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→50) 10 mL を加えた後、過酸化水素 (30) 1.5 mL を加え、点火して燃焼させる (2 ppm 以下)。</p> | <p>純度試験</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</u>を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→50) 10 mL を加えた後、過酸化水素 (30) 1.5 mL を加え、点火して燃焼させる (2 ppm 以下)。</p> |
| <p>粒度 本品 10.0 g を正確に量り、140 号 (106 μ m) ふるいを用いて<u>製剤の粒度の試験法に準じて試験</u>を行うとき、<u>140 号 (106 μ m) ふるいを通過するものは全量の 5 % 以下である。</u></p> | <p>粒度試験 本品 10.0g を正確に量り、140 号 (106 μ m) のふるいを用いて、<u>製剤総則 12. 散剤の粒度の試験</u>を行うとき、通過するものは全量の 5 % 以下である。</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）]

酢酸亜鉛

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>(分子量)</p> <p>$C_4H_6O_4Zn \cdot 2H_2O$: <u>219.50</u></p> | <p>(分子量)</p> <p>$C_4H_6O_4Zn \cdot 2H_2O$: <u>219.51</u></p> |
| <p>純度試験</p> <p>(9) ヒ素 本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）。</p> | <p>純度試験</p> <p>(9) ヒ素 本品 2.0 g をとり，第 1 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（1 ppm 以下）。</p> |
| <p>定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）。同様の方法で空試験を行い，補正する。</p> <p>0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL</p> <p>= <u>2.1950 mg</u> $C_4H_6O_4Zn \cdot 2H_2O$</p> | <p>定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）。同様の方法で空試験を行い，補正する。</p> <p>0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL</p> <p>= <u>2.1951 mg</u> $C_4H_6O_4Zn \cdot 2H_2O$</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）]

脂環族飽和炭化水素樹脂

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>確認試験 <u>本品につき、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 2920 cm⁻¹、2850 cm⁻¹、1445 cm⁻¹ 及び 1375 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。</u></p> | <p>確認試験 <u>本品をジエチルエーテルに溶解した後、臭化カリウム窓板に塗布し、熱風で溶媒を去って本品の薄膜を窓板上に作り、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 2850 cm⁻¹、1446 cm⁻¹、1375 cm⁻¹ 及び 760 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。</u></p> |
| <p><u>(削除)</u></p> | <p>屈折率 <u>n_D^{25} : 1.525~1.552</u></p> |
| <p><u>(削除)</u></p> | <p>比重 <u>d_{20}^{20} : 0.990~1.023</u></p> |
| <p>軟化点 90 ~ 125℃</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>(以下省略)</p> | <p>軟化点 90 ~ 125 °C</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> <p>(以下省略)</p> |

| | |
|-------------|------------------|
| <u>(削除)</u> | <u>酸価 0.2 以下</u> |
|-------------|------------------|

[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

脂肪族炭化水素樹脂

| 新 | 旧 |
|---|---|
| <p>軟化点 60 ～ 90℃</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: ビーカー</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: center;">[図: 省略]</p> <p>(以下省略)</p> | <p>軟化点 60 ～ 90℃</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: ビーカー</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: center;">[図: 省略]</p> <p>(以下省略)</p> |

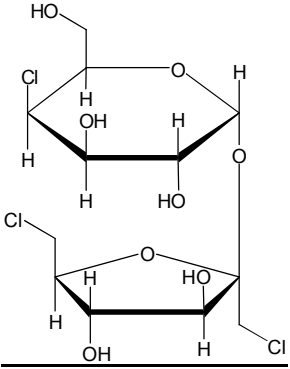
[主な改正部分の新旧対照表（下線部分は改正部分を示す）]

水酸化アルミニウム

| 新 | 旧 |
|---|--|
| <p>純度試験</p> <p>(6) ヒ素 本品 0.5 g に希硫酸 5 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、冷後、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、これを検液とし、試験を行う（4 ppm 以下）。</p> | <p>純度試験</p> <p>(6) ヒ素 本品 0.5 g に希硫酸 5 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、冷後、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、これを検液とし、<u>装置 B を用いる方法により</u>試験を行う（4 ppm 以下）。</p> |
| <p>定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、<u>薄めた硫酸 (1→2)</u> 10 mL を加え、澄明になるまで穏やかに加熱し、冷後、水を加えて正確に 200 mL とする。（以下省略）</p> | <p>定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、<u>希硫酸</u> 10 mL を加え、澄明になるまで穏やかに加熱し、冷後、水を加えて正確に 200 mL とする。（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）]

スクラロース

| 新 | 旧 |
|--|---|
| <p>(構造式)</p>  | <p><u>(記載なし)</u></p> |
| <p>(分子量)</p> <p><u>C₁₂H₁₉Cl₃O₈ : 397.64</u></p> | <p><u>(記載なし)</u></p> |
| <p>性状 本品は白～淡灰白色の結晶性の粉末で、 においはなく、味は<u>極めて</u>甘い。 本品は、水又はメタノールに溶けやすく、 エタノール（99.5）にやや溶けやすい。</p> | <p>性状 本品は白～淡灰白色の結晶性の粉末で、 においはなく、味は甘い。 本品は、水又はメタノールに溶けやすく、 エタノール（99.5）にやや溶けやすい。</p> |
| <p>旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +84.0 ~ +87.5°（脱水物に 換算したもの、<u>1</u>g, 水, 10 mL, 100 mm).<u>__</u></p> | <p>旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +84.0 ~ +87.5°（脱水物に 換算したもの、<u>1.0</u>g, 水, 10 mL, 100 mm)</p> |
| <p><u>(削除)</u></p> | <p>pH 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は <u>3.0~6.0</u> である。<u>__</u></p> |
| <p>純度試験</p> <p>(4) トリフェニルホスフィンオキシド 本品約 <u>0.1</u> g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にトリフェニルホスフィンオキシド約 <u>0.1</u> g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 10mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。さらに、この</p> | <p>純度試験</p> <p>(4) トリフェニルホスフィンオキシド 本品約 <u>0.10</u> g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にトリフェニルホスフィンオキシド約 <u>0.10</u> g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。さらに、この</p> |

液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μ 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う．それぞれの液のトリフェニルホスフィンオキシドのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．次式によりトリフェニルホスフィンオキシドの量を求めるとき，150ppm 以下である．

トリフェニルホスフィンオキシド ($C_{18}H_{15}OP$) の量 (ppm)

$$= \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100$$

M_S : トリフェニルホスフィンオキシドの秤取量 (g)

M_T : 本品の秤取量 (g)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ 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：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（67：33）

流量：トリフェニルホスフィンオキシドの保持時間が約 2 分になるように調整する．

(5)メタノール 本品約 2 g を精密に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にメタノール約 2 g を精密に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μ 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い，それぞれ

液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μ 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う．それぞれの液のトリフェニルホスフィンオキシドのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．トリフェニルホスフィンオキシドの量は 150ppm 以下である．

トリフェニルホスフィンオキシドの量 (ppm)

$$= \frac{A_T}{A_S} \times$$

トリフェニルホスフィンオキシドの採取量 (g)
試料の採取量 (g)

$\times 100$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ 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：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（67：33）

流速：トリフェニルホスフィンオキシドの保持時間が約 2 分になるように調整する．

(5)メタノール 本品約 2.0 g を精密に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にメタノール 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μ 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い，それ

| | |
|---|--|
| <p>の液のメタノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する. 次式によりメタノールの量を求めるとき, 0.1% 以下である.</p> <p>メタノールの量 (%)</p> $= \frac{M_S/M_T \times A_T/A_S}{1} \times 1/10$ <p>M_S: メタノールの秤取量 (g)</p> <p>M_T: 本品の秤取量 (g)</p> <p>操作条件 (省略)</p> | <p>ぞれの液のメタノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する. 次式によりメタノールの量を求めるとき, 0.1% 以下である.</p> <p>メタノールの量 (%)</p> $= \frac{A_T \times 2 \times 1}{A_S \times \text{本品の採取量 (g)} \times 10}$ <p>操作条件 (省略)</p> |
| <p>定量法 本品の換算した脱水物約 <u>1</u> g に対応する量を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100 mL とする. (以下省略)</p> | <p>定量法 本品の換算した脱水物約 <u>1.0</u> g に対応する量を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100 mL とする. (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）]

ステアリン酸亜鉛

| 新 | 旧 |
|---|--|
| <p>(基原)</p> <p>本品は主としてステアリン酸 (C₁₈H₃₆O₂) 及びパルミチン酸 (C₁₆H₃₂O₂) の亜鉛塩である。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、亜鉛 (Zn : <u>65.38</u>) 10.0 ~ 12.5 % を含む。</p> | <p>(基原)</p> <p>本品は主としてステアリン酸 (C₁₈H₃₆O₂) 及びパルミチン酸 (C₁₆H₃₂O₂) の亜鉛塩である。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、亜鉛 (Zn : <u>65.39</u>) 10.0~12.5% を含む。</p> |
| <p>純度試験</p> <p><u>(1)</u> 重金属 (省略)</p> <p><u>(2)</u> アルカリ土類金属又はアルカリ金属 (省略)</p> | <p>純度試験</p> <p><u>(2)</u> 重金属 (省略)</p> <p><u>(1)</u> アルカリ土類金属又はアルカリ金属 (省略)</p> |
| <p>定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、薄めた硫酸 (1→300) 50 mL を加え、しばしば振り混ぜながら、分離する脂肪酸層が澄明になるまで煮沸し、冷後、ろ過し、洗液が中性になるまで水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え、更に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）。</p> <p>0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL</p> <p style="text-align: right;">= <u>3.269</u> mg Zn</p> | <p>定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、薄めた硫酸 (1→300) 50 mL を加え、しばしば振り混ぜながら、分離する脂肪酸層が澄明になるまで煮沸し、冷後、ろ過し、洗液が中性になるまで水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え、更に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）。</p> <p>0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL</p> <p style="text-align: right;">= <u>3.2695</u> mg Zn</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）]

精製オレイン酸

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>純度試験</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 μL 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 μm 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℃ 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>純度試験</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、オレイン酸メチルを各 3 mg 量りとり、ヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準溶液とする。</u>試料溶液及び標準溶液 2 μL 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 μm 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℃ 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> |

| | |
|---|---|
| <p>システム適合性</p> <p><u>検出の確認：ガスクロマトグラフィー用</u> <u>パルミチン酸メチル，ガスクロマトグ</u> <u>ラフィー用ステアリン酸メチル及び</u> <u>ガスクロマトグラフィー用オレイン</u> <u>酸メチル0.1 gずつをヘキサン5 mLに</u> <u>溶かし，システム適合性試験用溶液と</u> <u>する. システム適合性試験用溶液1 mL</u> <u>を正確に量り，ヘキサンを加えて正確</u> <u>に50 mLとする. この液1 mLを正確</u> <u>に量り，ヘキサンを加えて正確に10</u> <u>mLとする. この液2 µLから得たオレ</u> <u>イン酸メチルのピーク面積がシステ</u> <u>ム適合性試験用溶液のオレイン酸メ</u> <u>チルのピーク面積の0.14 ~ 0.26 %</u> <u>になることを確認する.</u></p> <p>システムの性能：<u>システム適合性試験用</u> <u>溶液2 µL</u>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<u>流出</u>し，<u>パルミチン酸メチルとス</u> <u>テアリン酸メチル及びステアリン酸</u> <u>メチルとオレイン酸メチルの分離度</u> <u>はそれぞれ4以上及び1.5以上である.</u></p> <p>システムの再現性：<u>システム適合性試験</u> <u>用溶液2 µL</u>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.</p> <p>(2) (省略)</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><u>(4) 脂肪油及び鉍物油</u> (省略)</p> | <p>なるように調整する.</p> <p><u>検出感度：試料溶液2 µL から得た主ピ</u> <u>ークのピーク高さがフルスケールの</u> <u>30% 以上になるように調整する.</u></p> <p>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.</p> <p>システム適合性</p> <p>システムの性能：<u>標準溶液2 µL</u>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<u>溶出</u>し，<u>それぞ</u> <u>れの分離度は4以上である.</u></p> <p>システムの再現性：<u>標準溶液2 µL</u>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.</p> <p>(2) (省略)</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><u>(1) 脂肪油及び鉍物油</u> (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）]

大豆レシチン

| 新 | 旧 |
|--|--|
| <p>純度試験</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>純度試験</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>乾燥減量 1.5 % 以下 (3 g, 105°C, 1 時間) .</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>水分 1.5 % 以下 (1 g, 直接滴定) .</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>性状 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>性状 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 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>吸光度 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>比吸光度 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>純度試験</p> <p><u>(3)</u>アルミニウム 本品の<u>換算した乾燥物 2.0 g</u>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。<u>冷後</u>、0.2 mol/L 塩酸試液を加え、<u>正確に 25mL</u>とし、試料溶液とする。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</u>とする。試料溶液及び<u>アルミニウム定量用標準溶液</u>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</u>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、<u>100ppm 以下</u>である。</p> | <p>純度試験</p> <p><u>(4)</u>アルミニウム 本品 <u>2.0 g</u>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</u>、0.2 mol/L 塩酸試液で<u>全量を 25mL</u>とし、試料溶液とする。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</u>とする。試料溶液及び<u>標準溶液</u>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</u>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、<u>(100 ppm 以下)</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</p> |

| | |
|--|--|
| <p>使用ガス： 可燃性ガス：<u>アセチレン</u> 支燃性ガス：<u>亜酸化窒素</u> ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ 波長：309.3 nm</p> <p><u>(4) ヒ素</u> 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><u>(5) 炭水化物</u> 本品の<u>換算した乾燥物 0.5 g</u> に対応する量を精密に量り，塩酸で pH <u>3.0</u> に調整した水に溶かし，<u>正確に 50 mL</u> 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 (C₆H₁₂O₆：<u>180.16</u>) 10 ~ 100 μg を含むように薄め，これらの液につき，<u>試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする</u>．試料溶液及び各標準溶液につき，<u>塩酸で pH 3.0 に調整した水 0.10 mL</u> 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><u>(3) 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 を用いる方法により試験を行う</u> (2 ppm 以下).</p> <p><u>(5) 炭水化物</u> 本品約 <u>0.5 g</u> を精密に量り，塩酸で pH <u>3</u> に調整した水に溶かして <u>50 mL</u> 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，<u>塩酸で pH 3 に調整した水 0.10 mL</u> について同様に操作し，<u>対照液とする</u>．試料溶液につき，<u>対照液を対照として</u> 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 <u>(3.0 % 以下)</u>．</p> <p><u>炭水化物含量 (%) =</u></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 <u>6.0 %</u> 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)</p> | <p>乾燥減量 <u>9.0 %</u> 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)</p> |
| <p>強熱残分 <u>2.0 %</u> 以下 (1 g, <u>乾燥物換算</u>)</p> | <p>強熱残分 <u>1.0 %</u> 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> |

| | |
|---|---|
| <p>に量り，窒素定量法により試験を行う。 0.005 mol/L 硫酸 1mL = <u>0.1401 mg</u> N</p> | <p>量り，窒素定量法により試験を行う。 0.005 mol/L 硫酸 1mL = <u>0.14007 mg</u> N</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）]

テルペン樹脂

| 新 | 旧 |
|--|---|
| <p>性状 本品は淡黄色半透明なフレーク状の砕きやすい固体で、においはない。</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>性状 本品は淡黄色半透明なフレーク状の砕きやすい固体で、においはない。</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>確認試験 本品を<u>ジエチルエーテル</u>に溶かし、この溶液を窓板に薄く塗りつけ、<u>ジエチルエーテル</u>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 2930 cm⁻¹、1465 cm⁻¹、1385 cm⁻¹及び 1365 cm⁻¹</u>付近に吸収を認める。</p> | <p>確認試験 本品を<u>クロロホルム</u>に溶かし、この溶液を窓板に薄く塗りつけ、<u>クロロホルム</u>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 2940 cm⁻¹、1452 cm⁻¹及び 1400 cm⁻¹~1360 cm⁻¹ (分岐)</u>付近に吸収を認める。</p> |
| <p>軟化点 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 3.5 g</u>)</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>軟化点 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 3.5 g</u>)</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>純度試験</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 μL 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 H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} 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><u>M_a : エチレングリコールの秤取量 (mg)</u></p> <p><u>M_b : ジエチレングリコールの秤取量 (mg)</u></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</u> D-ソルビトールを 150 ~ 180 μm の<u>ガスクロマトグラフィー用</u> 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℃ 付近の一定温度</p> | <p>純度試験</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 μL 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 H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} 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>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</u> D-ソルビトールを 150~180 μm の<u>ガスクロマトグラフ用</u> 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℃ 付近の一定温度</p> |

| | |
|---|---|
| <p>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。 カラムの選定：標準溶液 2 μL 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。 検出感度：標準溶液 2 μL 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 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。 カラムの選定：標準溶液 2 μL 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。 検出感度：標準溶液 2 μL 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>定量法</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 (W₁) を算出する. 上澄液約 20 mL をあらかじめ 80°C で 30 分間乾燥した質量既知の秤量瓶に量り (W₂), 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°C で 2 時間乾燥し, その質量を精密に量る (W₃).</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) W₁ : 加えたエタノール (99.5) の質量 (g) W₂ : 上澄液の秤取量 (g) W₃ : 上澄液の蒸発乾固, 乾燥後の残留物の質量 (g)</p> | <p>定量法</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 (W₁) を算出する. 上澄液約 20 mL をあらかじめ 80°C で 30 分間乾燥した質量既知の秤量瓶に量り (W₂), 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°C で 2 時間乾燥し, その質量を精密に量る (W₃).</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) W₁ : 加えたエタノール (99.5) の質量 (g) W₂ : 上澄液の秤取量 (g) W₃ : 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>(基原)</p> <p>本品は<u>ヒプロメロース</u>（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</u>由来のメトキシ基（$-OCH_3$：31.03）17.0～19.0%，<u>ヒドロキシプロポキシ基</u>（$-OC_3H_6OH$：75.09）4.0～7.5%を含むほか、酸化チタン（TiO_2：79.87）28.0～34.5%及びマクロゴール 400 5.5～7.0%を含む。</p> | <p>(基原)</p> <p>本品は<u>ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910</u>（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</u>由来のメトキシ基（$-OCH_3$：31.03）17.0～19.0%，<u>ヒドロキシプロポキシ基</u>（$-OC_3H_6OH$：75.09）4.0～7.5%を含むほか、酸化チタン（TiO_2：79.87）28.0～34.5%及びマクロゴール 400 5.5～7.0%を含む。</p> |
| <p>定量法</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>定量法</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 (C₃H₇O₂) の量 (%)

$$\begin{aligned} &= Q_{Tc}/Q_{Sc} \times W_{Sc}/\text{試料の量 (mg)} \\ & \quad \times 44.17 \end{aligned}$$

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)

$$\begin{aligned} & \text{本品中のマクロゴール 400 の量 (\%)} \\ &= Q_{Tb}/Q_{Sb} \times W_{Sb}/\text{試料の量 (mg)} \\ & \quad \times 100 \end{aligned}$$

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。

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

ヒドロキシプロコキシ基 (C₃H₇O₂) の量 (%)

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

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)

$$\begin{aligned} & \text{本品中のマクロゴール 400 の量 (\%)} \\ &= \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times \frac{W_{Sb}}{\text{試料の量 (mg)}} \times 100 \end{aligned}$$

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。

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

[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（C₂H₆O）95.13 ～ 95.63 vol% を含む（15°C 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（C₈H₁₀O）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</u>につき、<u>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（C₂H₆O）95.13～95.63 vol%を含む（15°C における比重法による）。</p> |
| <p><u>(削除)</u></p> | <p><u>純度試験</u> 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°C 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>定量法 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 <u>A_T</u>及び <u>A_S</u>を測定し、β-フェニルエチルアルコールの量を求める。</p> $\text{β-フェニルエチルアルコールの量 (mg)} = \frac{M_s \times A_T}{A_S}$ <p><u>M_s</u> : β-フェニルエチルアルコール標準品の秤取量 (mg)</p> <p>試験条件</p> <p>検出器：水素炎イオン化検出器</p> | |

| | |
|---|--|
| <p><u>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.</u></p> <p><u>カラム温度：150℃ 付近の一定温度</u></p> <p><u>キャリアーガス：ヘリウム</u></p> <p><u>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.</u></p> <p><u>スプリット比：1：20</u></p> <p><u>システム適合性</u></p> <p><u>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.</u></p> <p><u>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.</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）]

フェニルエチルアルコール変性アルコール（99 vol%）

| 新 | 旧 |
|---|---|
| <p>(基原)</p> <p>本品は無水エタノール（日局）<u>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。</p> <p>本品はエタノール（C₂H₆O）99.05 ～ 99.86 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，β-フェニルエチルアルコール（C₈H₁₀O）<u>0.1575 ～ 0.1925 w/v% を含む。</u></p> | <p>(基原)</p> <p>本品は無水エタノール（日局）<u>200 L</u>につき，β-フェニルエチルアルコール<u>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（C₂H₆O）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</u> 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 <u>0.063～0.077 g</u> である。</p> |
| <p>定量法 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_T 及び A_S 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> | |

| | |
|---|--|
| <p><u>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.</u></p> <p><u>カラム温度：150℃ 付近の一定温度</u></p> <p><u>キャリアーガス：ヘリウム</u></p> <p><u>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.</u></p> <p><u>スプリット比：1：20</u></p> <p><u>システム適合性</u></p> <p><u>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.</u></p> <p><u>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.</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）]

粉 糖

| 新 | 旧 |
|---|---|
| <p>(基原)</p> <p>本品は<u>精製白糖</u>（日局）に<u>固結防止</u>のためトウモロコシデンプン（日局）を添加し、粉砕したものである。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、シヨ糖（$C_{12}H_{22}O_{11}$：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>(基原)</p> <p>本品は白糖（日局）に<u>塊化防止</u>のためトウモロコシデンプン（日局）を添加し、粉砕したものである。</p> <p>本品を乾燥したものは定量するとき、シヨ糖（$C_{12}H_{22}O_{11}$：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>定量法</p> <p>(1) シヨ糖 本品を乾燥し、その約 13 g を精密に量り、水 50 mL 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 200 mL とする。この液につき、旋光度測定法により $20 \pm 1^\circ\text{C}$、層長 100 mm で旋光度 α_D 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>α：偏光面を回転した角度。 M：試料の量 (g) $\times 1/200$ 66.5：シヨ糖の<u>比旋光度</u> $[\alpha]_D^{20}$</p> | <p>定量法</p> <p>(1) シヨ糖 本品を乾燥し、その約 13 g を精密に量り、水 50 mL 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 200 mL とする。この液につき、旋光度測定法により $20 \pm 1^\circ\text{C}$、層長 100 mm で旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ 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>α：偏光面を回転した角度。 W：試料の量 (g) $\times 1/200$ 66.5：シヨ糖の<u>旋光度</u> $[\alpha]_D^{20}$</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>確認試験</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 cm⁻¹, 1720 cm⁻¹, 1250 cm⁻¹, 1100 cm⁻¹, 1020 cm⁻¹ 及び <u>725</u> cm⁻¹ 付近に吸収を認める。</p> | <p>確認試験</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 cm⁻¹, 1720 cm⁻¹, 1250 cm⁻¹, 1100 cm⁻¹, 1020 cm⁻¹ 及び <u>720</u> cm⁻¹ 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>純度試験</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 μL 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 H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} 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) $= M_a \times H_{Ta} / H_{Sa} \times \underline{1/5}$</p> <p style="text-align: center;">ジエチレングリコールの量 (mg) $= M_b \times H_{Tb} / H_{Sb} \times \underline{1/5}$</p> <p style="text-align: center;"><u>M_a : エチレングリコールの秤取量 (mg)</u></p> <p style="text-align: center;"><u>M_b : ジエチレングリコールの秤取量 (mg)</u></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</u></p> | <p>純度試験</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試験</u>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 μL 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 H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} 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) $= \underline{\text{ガスクロマトグラフ用エチレングリコールの量 (mg)}} \times H_{Ta} / H_{Sa} \times \underline{1/10}$</p> <p style="text-align: center;">ジエチレングリコールの量 (mg) $= \underline{\text{ガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールの量 (mg)}} \times H_{Tb} / H_{Sb} \times \underline{1/10}$</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用 D-ソ</u>ルビ</p> |

| | |
|---|---|
| <p>ルビトールを 150 ~ 180 μm 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$^{\circ}\text{C}$ 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 μL 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 μL 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 μm 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$^{\circ}\text{C}$ 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 μL 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 μL 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>純度試験</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 μL 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 H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} 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="padding-left: 2em;">エチレングリコールの量 (mg) $= \frac{M_a}{5} \times H_{Ta} / H_{Sa} \times \frac{1}{5}$</p> <p style="padding-left: 2em;">ジエチレングリコールの量 (mg) $= \frac{M_b}{5} \times H_{Tb} / H_{Sb} \times \frac{1}{5}$</p> <p style="padding-left: 2em;"><u>M_a : エチレングリコールの秤取量 (mg)</u></p> <p style="padding-left: 2em;"><u>M_b : ジエチレングリコールの秤取量 (mg)</u></p> <p>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 1.5 m の管に<u>ガスクロマトグラフィー用</u> D-ソル</p> | <p>純度試験</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 μL 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 H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} 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="padding-left: 2em;">エチレングリコールの量 (mg) $= \frac{\text{ガスクロマトグラフ用エチレングリコールの量 (mg)}}{10} \times H_{Ta} / H_{Sa} \times \frac{1}{10}$</p> <p style="padding-left: 2em;">ジエチレングリコールの量 (mg) $= \frac{\text{ガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールの量 (mg)}}{10} \times H_{Tb} / H_{Sb} \times \frac{1}{10}$</p> <p>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 1.5 m の管に<u>ガスクロマトグラフ用</u> D-ソルビトールを 150～180 μm の<u>ガスクロマトグ</u></p> |

| | |
|--|--|
| <p>ビトールを 150 ～ 180 μm 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>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 μL 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 μL 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><u>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 μL 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 μL 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>純度試験</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 をメタノールに加温して溶かし、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、メタノールに加温して溶かし、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 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。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} 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="padding-left: 2em;">エチレングリコールの量 (mg)</p> $= \underline{M_a} \times H_{Ta} / H_{Sa} \times \underline{1/5}$ <p style="padding-left: 2em;">ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= \underline{M_b} \times H_{Tb} / H_{Sb} \times \underline{1/5}$ <p style="padding-left: 2em;">$\underline{M_a}$: エチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p style="padding-left: 2em;">$\underline{M_b}$: 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>純度試験</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 をメタノールに加温して溶かし、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、メタノールに加温して溶かし、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 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。それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} 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="padding-left: 2em;">エチレングリコールの量 (mg)</p> $= \underline{W_a} \times (H_{Ta} / H_{Sa}) \times \underline{(1/10)}$ <p style="padding-left: 2em;">ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= \underline{W_b} \times (H_{Tb} / H_{Sb}) \times \underline{(1/10)}$ <p style="padding-left: 2em;">$\underline{W_a}$: <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 style="padding-left: 2em;">$\underline{W_b}$: <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>(基原)</p> <p>本品は<u>ソルビトール及び無水ソルビトール</u>の水酸基の一部を<u>主としてラウリン酸</u>からなる<u>脂肪酸</u>で部分エステル化し、<u>エチレンオキシド</u>を付加重合したもので、<u>ソルビトール及び無水ソルビトール</u>それぞれ1モル当たりの<u>エチレンオキシド</u>の平均付加モル数は<u>約20</u>である。</p> | <p>(基原)</p> <p>本品は無水ソルビトールの水酸基の一部を<u>ラウリン酸</u>でエステル化した<u>モノラウレート</u>の<u>ポリオキシエチレンエーテル</u>である。</p> |
| <p>確認試験</p> <p><u>(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</u></p> | <p>確認試験</p> <p><u>(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、<u>260～275</u> である。</u></p> |

| | |
|--|---|
| <p><u>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。</u></p> <p><u>試験条件</u></p> <p><u>検出器：水素炎イオン化検出器</u></p> <p><u>カラム：内径 0.25 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 0.5 μm の厚さで被覆する。</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>注入口温度：250℃</u></p> <p><u>検出器温度：250℃</u></p> <p><u>キャリアーガス：ヘリウム</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>スプリット比：1：50</u></p> <p><u>システム適合性</u></p> <p><u>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。</u></p> | |
| <p>純度試験</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>純度試験</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> |

[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>確認試験</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>確認試験</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>純度試験</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>純度試験</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>アセタール化度 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>塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 (7→200) 50 mL</u> 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 a 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 b 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>アセタール化度 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>塩酸ヒドロキシルアンモニウム試液 (7→200) 50 mL</u> 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 a 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 b 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>定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、窒素定量</p> | <p>定量法 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 mol/L 硫酸 1 mL = 0.1401 mg N

法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 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）]

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: center;">[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: center;">[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>(基原)</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 (C₄H₆O₂ : 86.09)</u> 38.0 ~ 52.0 % を含む</p> | <p>(基原)</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 (C₄H₆O₂ : 86.09) 38.0~52.0 % を含む。</p> |
| <p>確認試験</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⁻¹, 1735 cm⁻¹, 1485 cm⁻¹, 1450 cm⁻¹, 1390 cm⁻¹, 1260 cm⁻¹ <u>及び 1150 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。</u></p> | <p>確認試験</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⁻¹, 1735 cm⁻¹, 1485 cm⁻¹, 1450 cm⁻¹, 1390 cm⁻¹, 1260 cm⁻¹, <u>1150 cm⁻¹ 及び 960 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。</u></p> |
| <p>純度試験</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>純度試験</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 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 μ 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 μ 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 μ 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>(基原)</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（C₄H₆O₂：86.09）</u> 11.5 ～ 15.5 % を含む。</p> | <p>(基原)</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、メタクリル酸（C₄H₆O₂：86.09）11.5～15.5 % を含む。</p> |
| <p>確認試験</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 2980 cm⁻¹、1735 cm⁻¹、<u>1705 cm⁻¹、1475 cm⁻¹、1450 cm⁻¹</u>、1385 cm⁻¹ 及び 1180 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。</p> | <p>確認試験</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 2980 cm⁻¹、1735 cm⁻¹、<u>1700 cm⁻¹、1470 cm⁻¹、1448 cm⁻¹</u>、1385 cm⁻¹ 及び 1180 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。</p> |
| <p>純度試験</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、液体クロマトグラフィー用メタノールに溶かし正確に 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一水和物溶液（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、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</p> | <p>純度試験</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一水和物溶液 (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 μ 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 μ 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 $^{\circ}$ 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 μ 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 $^{\circ}$ 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><u>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一水和物溶液 (7→200) 5 mL を正確に加える。この液 20 μL 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。</u></p> <p><u>システムの性能：標準溶液 20 μL 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。</u></p> <p><u>システムの再現性：標準溶液 20 μL 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。</u></p> | |
| <p>蒸発残留物 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℃ 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>蒸発蒸留物 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℃ 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>(基原)</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 (C₄H₆O₂ : 86.09)</u> 25.0 ~ 34.5%を含む</p> | <p>(基原)</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 (C₄H₆O₂ : 86.09) 25.0~34.5%を含む。</p> |
| <p>確認試験</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⁻¹, 1735 cm⁻¹, 1485 cm⁻¹, 1450 cm⁻¹, 1390 cm⁻¹, 1260 cm⁻¹ <u>及び</u> 1150 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。</p> | <p>確認試験</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⁻¹, 1735 cm⁻¹, 1485 cm⁻¹, 1450 cm⁻¹, 1390 cm⁻¹, 1260 cm⁻¹, <u>1150 cm⁻¹ 及び 960 cm⁻¹</u> 付近に吸収を認める。</p> |
| <p>純度試験</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。</u> この液 3 mL を正確に量り、<u>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。</u> 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>純度試験</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</u>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。</u> 別にメタクリル酸メチル 0.01 g を精密に量り、<u>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。</u> 試料溶液及び標準溶液 1 <u>μL</u> につき、次の条件でガスクロマトグラフ</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 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 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)

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

メタ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 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 μ 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 μ 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 μ 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>純度試験</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 µL 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 µm の厚さで被覆したもの。</p> <p>カラム温度：150℃ 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>純度試験</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 µL 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 µm の厚さで被覆したもの。</p> <p>カラム温度：150℃ 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 μL 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 μL 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 μL 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 μL 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：<u>試料溶液</u> 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 μL 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 μL 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 μL 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 μL 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> |
|--|--|