

<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°C 付近の一定温度 キャリヤーガス：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°C 付近の一定温度 キャリヤーガス：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>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>M_a: エチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p>M_b: 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>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</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 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> $= \frac{\text{ガスクロマトグラフ用エチレングリコールの量 (mg)} \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/10}{\text{ジエチレングリコールの量 (mg)}} \times \frac{H_{Tb}}{H_{Sb}} \times 1/10$ <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 D-ソルビトール</u>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>エチレングリコールの量 (mg)</p> $= M_a \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/5$ <p>ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= M_b \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/5$ <p>M_a: エチレングリコールの秤取量 (mg)</p> <p>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>エチレングリコールの量 (mg)</p> $= W_a \times (H_{Ta} / H_{Sa}) \times (1/10)$ <p>ジエチレングリコールの量 (mg)</p> $= W_b \times (H_{Tb} / H_{Sb}) \times (1/10)$ <p>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>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。</u></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>ラウリン酸でエステル化したモノラウレート</u>のポリオキシエチレンエーテルである。</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、260~275 である。</u></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。

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>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試験を行う</u> (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)</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 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)</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 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。

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

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°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>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°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 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) 38.0 ~ 52.0 % を含む</u></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</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</u> 960 cm⁻¹ 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、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</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</u>により試験を行う (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>

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 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</u> ($C_4H_6O_2$: 86.09) 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 ($C_4H_6O_2$: 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}</u>, <u>1475 cm^{-1}</u>, <u>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}</u>, <u>1470 cm^{-1}</u>, <u>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、<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>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、<u>試料溶液</u> 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、<u>標準溶液</u> 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、<u>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。</u></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 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°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°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、<u>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 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 1g 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 1g 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) 25.0 ~ 34.5.0%を含む</u></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、<u>波数 2950 cm⁻¹, 1735 cm⁻¹, 1485 cm⁻¹, 1450 cm⁻¹, 1390 cm⁻¹, 1260 cm⁻¹ 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、<u>波数 2950 cm⁻¹, 1735 cm⁻¹, 1485 cm⁻¹, 1450 cm⁻¹, 1390 cm⁻¹, 1260 cm⁻¹, 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</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>

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 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 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: 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 μ 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 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°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>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°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>

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 μ L から得た *N*-メチル-2-ピロリドンのピーク面積が、標準溶液 2 μ L から得た *N*-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。

システムの性能：標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エタノール、*N*-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。

システムの再現性：標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、*N*-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。

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 μ L から得た *N*-メチル-2-ピロリドンのピーク面積が、標準溶液 2 μ L から得た *N*-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。

システムの性能：標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エタノール、*N*-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。

システムの再現性：標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、*N*-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。