

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

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法

(i) 装置 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、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。

加熱器: 厚さ 60 ~ 80 mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm, 深さ 32 mm の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を ±1 °C の範囲で調節できる構造を有するもの。

(ii) 操作法 本品を乾燥し、その約 0.065 g を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 0.065 g, 内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、加熱器を用い 150 °C で 5 分ごとに振り混ぜながら、30 分間加熱し、更に 30 分間加熱を続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が 10 mg 以下のものの上層を試料溶液とする。別にアジピン酸 0.065 g, 内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり、密栓し、その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル 50 μL を加え、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を標準溶液とする。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い、内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ヒドロキシプロポキシ基 ($C_3H_7O_2$) の量 (%)

$$= \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{W_S}{\text{試料の量 (mg)}} \times 44.17$$

W_S : 標準溶液中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

内標準溶液 *n*-オクタン-*o*-キシレン溶液 (1 → 25)

操作条件

検出器: 熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器。

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管に、ガスクロマトグラフ用メチルシリコンポリマーを 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆させたものを充てんする。

カラム温度: 100 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム、水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素

流量: 内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、ヨウ化イソプロピル、内標準物質の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

低置換度ヒドロキシプロピルセルロース

Low Substituted Hydroxypropylcellulose

本品はセルロースの低置換度ヒドロキシプロピルエーテルである。

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロキシプロポキシ基 ($-OC_3H_6OH$: 75.09) 5.0 ~ 16.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品はエタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) に溶け、粘稠性のある液となる。

本品に水、炭酸ナトリウム試液又は 2 mol/L 塩酸試液を加えるとき、膨潤する。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に水 2 mL を加え、振り混ぜて懸濁液とした後、アントロン試液 1 mL を穏やかに加えるとき、接界面は青色～青緑色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に水 10 mL を加え、かき混ぜて懸濁させた後、水酸化ナトリウム 1 g を加え、更にかき混ぜ、均質となった液を試料溶液とする。試料溶液 0.1 mL をとり、薄めた硫酸 (9 → 10) 9 mL を加え、よく振り混ぜ、水浴中で正確に 3 分間加熱した後、直ちに氷水浴中で冷却し、ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え、振り混ぜて 25 °C で放置するとき、液は初め紅色を呈し、100 分間以内に紫色に変わる。

(3) (2) の試料溶液 5 mL をとり、アセトン/メタノール混液 (4:1) 10 mL を加え、振り混ぜるとき、白色綿状の沈殿を生じる。

pH 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加え、振り混ぜた液の pH は 5.0 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g に熱湯 30 mL を加え、よくかき混ぜ、水浴上で 10 分間加熱した後、熱時傾斜して上澄液より順次ろ過し、残留物を熱湯 50 mL でよく洗い、洗液はろ液に合わせ、冷後、水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.355 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

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

乾燥減量 6.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分 1.0 % 以下 (1 g)。

定量法

(i) 装置 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、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。

加熱器：厚さ 60～80 mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm、深さ 32 mm の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を $\pm 1^\circ\text{C}$ の範囲で調節できる構造を有するもの。

(ii) 操作法 本品を乾燥し、その約 0.065 g を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 0.065 g、内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、加熱器を用い 150°C で、5 分ごとに振り混ぜながら、30 分間加熱し、更に 30 分間加熱を続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が 10 mg 以下のものの上層を試料溶液とする。別にアジピン酸 0.065 g、内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり、密栓し、その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル 15 μL を加え、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ヒドロキシプロピル基 (C}_3\text{H}_7\text{O}_2) \text{ の量 (\%)} \\ & = \frac{Q_r}{Q_s} \times \frac{W_s}{\text{試料の量 (mg)}} \times 44.17 \end{aligned}$$

W_s : 標準溶液中のヨウ化イソプロピルの量 (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

検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m のガラス管に、ガスクロマトグラフ用メチルシリコンポリマーを 180～250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 20% の割合で被覆させたものを充てんする。

カラム温度： 100°C 付近の一定温度

キャリアガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム、水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、ヨウ化イソプロピル、内標準物質の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2208

Hydroxypropylmethylcellulose 2208

本品はセルロースのメチル及びヒドロキシプロピルの混合エーテルである。

本品を乾燥したものは定量するとき、メトキシ基 ($-\text{OCH}_3$: 31.03) 19.0～24.0% 及びヒドロキシプロピル基 ($-\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}$: 75.09) 4.0～12.0% を含む。

本品はその動粘度を平方ミリメートル毎秒 (mm^2/s) の単位で表示する。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品は熱湯、エタノール (99.5)、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品に水を加えるとき、膨潤し、澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる。

確認試験

(1) 本品 1 g に熱湯 100 mL を加え、かき混ぜながら室温に冷却した液を試料溶液とする。試料溶液 5 mL にアントロン試液を穏やかに加えるとき、境界面は青色～青緑色を呈する。

(2) (1) で得た試料溶液 0.1 mL に薄めた硫酸 (9 → 10) 9 mL を加えて振り混ぜ、水浴中で正確に 3 分間加熱した後、直ちに氷水浴中で冷却し、ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え、振り混ぜて 25°C で放置するとき、液は初め紅色を呈し、更に 100 分間以内に紫色に変わる。

(3) 本品 5 mg を小試験管にとり、25% 含水過酸化ベンゾイルのアセトン溶液 (1 → 10) 2 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、下端にクロモトローブ酸試液をつけたガラス棒をその小試験管にコルク栓で固定し、 125°C の浴中で 5～6 分間加熱するとき、クロモトローブ酸試液は赤紫色を呈する。

(4) (1) で得た試料溶液を水浴中で加熱するとき、白濁又は白色の沈殿を生じ、冷却するとき、白濁又は沈殿は消失する。

粘度 本品の換算した乾燥物 2.000 g に対応する量を正確に量り、 85°C の水 98 mL を加え、かき混ぜ機を用いて 10 分間かき混ぜる。更に 40 分間かき混ぜながら氷水中で試料を溶かした後、水を加えて 100.0 g とし、必要ならば遠心分離して泡を除き、 20°C で粘度測定法第 1 法により試験を行うとき、表示単位の 80～120% である。

pH 本品 1.0 g に熱湯 100 mL を加え、振り混ぜて懸濁し、冷却した液の pH は 5.0～8.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に熱湯 20 mL を加え、水浴上で加熱しながらよくかき混ぜて分散させる。 5°C に冷却した後、水を加えて 50 mL とし、ネスラー管に入れ、液の濁度を側方から観察するとき、次の比較液より濃くない。

比較液：0.005 mol/L 硫酸 2.0 mL に希塩酸 1 mL、水 45 mL 及び塩化バリウム試液 2 mL を加えて混和し、10 分間放置した後、振り混ぜて用いる。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に熱湯 30 mL を加えてよくかき混ぜ、水浴上で 10 分間加熱した後、熱時傾斜してろ過し、残留物を熱湯でよく洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.284% 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) 鉄 本品 0.20 g をとり、第 3 法により検液を調製し、A 法により試験を行う。比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える (100 ppm 以下)。