

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)。

(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, 1 時間)。

強熱残分 1.5 % 以下 (1.0 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 の穴を開いたもので、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、同様にして定量用ヨードメタン 45 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う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求めること。

メトキシル基 (CH_3O) の量 (%)

$$= \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times \frac{W_{Sa}}{\text{試料の量 (mg)}} \times 21.864$$

ヒドロキシプロポキシル基 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2$) の量 (%)

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

W_{Sa} ：標準溶液中のヨードメタンの量 (mg)

W_{Sb} ：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ーンポリマーを 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

キャリヤガス：ヘリウム

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 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、ヨードメタン、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

ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910

Hydroxypropylmethylcellulose 2910

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、メトキシル基 (-OCH₃) : 31.03, 28.0 ~ 30.0 % 及びヒドロキシプロポキシル基 (-OC₃H₆OH : 75.09, 7.0 ~ 12.0 % を含む。

本品はその動粘度を平方ミリメートル毎秒 (mm²/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。

本品はエタノール (99.5) 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)。

(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, 1 時間)。

強熱残分 1.5 % 以下 (1.0 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 の穴を開けたもので、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 15 μL を加え、その質量を精密に量り、同様にして定量用ヨードメタン 45 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法により試験を行う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求めること。

$$\text{メトキシル基 (CH}_3\text{O) の量 (\%)} = \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times \frac{W_{Sa}}{\text{試料の量 (mg)}} \times 21.864$$

$$\text{ヒドロキシプロポキシル基 (C}_3\text{H}_7\text{O}_2\text{) の量 (\%)} = \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times \frac{W_{Sb}}{\text{試料の量 (mg)}} \times 44.17$$

W_{Sa} : 標準溶液中のヨードメタンの量 (mg)

W_{Sb} : 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 → 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ーンポリマーを 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

キャリヤーガス : ヘリウム

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 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、ヨウ化メチル、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。

ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート

Hydroxypropylmethylcellulose Phthalate

ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタル酸エステル

Hydroxypropyl methylcellulose benzene-1, 2-dicarboxylate
[9050-31-1]

本品はヒドロキシプロピルメチルセルロースのモノフタル酸エステルである。

本品はメトキシル基 (-OCH₃ : 31.03)、ヒドロキシプロポキシル基 (-OC₃H₇OH : 75.09) 及びカルボキシベンゾイル基 (-CO-C₆H₄COOH : 149.12) を含む。