

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℃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℃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℃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℃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、冷却後、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℃, 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 の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を ±1℃ 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℃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。冷却後、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_{1a} 及び Q_{1b} 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_{2a} 及び Q_{2b} を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メトキシ基 (CH}_3\text{O) の量 (\%)} \\ &= \frac{Q_{1a}}{Q_{2a}} \times \frac{W_{2a}}{\text{試料の量 (mg)}} \times 21.864 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{ヒドロキシプロポキシ基 (C}_3\text{H}_7\text{O}_2) \text{ の量 (\%)} \\ &= \frac{Q_{1b}}{Q_{2b}} \times \frac{W_{2b}}{\text{試料の量 (mg)}} \times 44.17 \end{aligned}$$

W_{2a} ：標準溶液中のヨードメタンの量 (mg)

W_{2b} ：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℃付近の一定温度

キャリアーガス：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。

本品はメトキシ基 (-OCH₃: 31.03)、ヒドロキシプロポキシ基 (-OC₃H₇OH: 75.09) 及びカルボキシベンゾイル基 (-COC₆H₄COOH: 149.12) を含む。

本品には 200731 及び 220824 の置換度タイプがあり、それぞれ定量するとき、換算した脱水物に対し、以下の表に示すカルボキシベンゾイル基を含む。

| 置換度タイプ | カルボキシベンゾイル基 (%) | |
|--------|-----------------|------|
| | 下限 | 上限 |
| 200731 | 27.0 | 35.0 |
| 220824 | 21.0 | 27.0 |

本品はその置換度タイプを表示すると共に、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 本品は白色の粉末又は粒で、におい及び味はない。

本品は水、アセトニトリル、エタノール (99.5) 又はヘキサンにほとんど溶けなない。

本品はメタノール/ジクロロメタン混液 (1:1) 又はエタノール (99.5) /アセトン混液 (1:1) を加えるとき、粘稠性のある液となる。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験 本品を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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

粘度 本品を 105℃ で 1 時間乾燥し、その 10 g をとり、メタノールとジクロロメタンをそれぞれ質量比で 50 % になるように混合した液 90 g を加え、かき混ぜた後更に振り混ぜて溶かし、20℃ 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。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後、その赤色が消えるまで激しくかき混ぜながら希硝酸を滴加する。更にかき混ぜながら希硝酸 20 mL を加える。生成したゲル状の沈殿が粒子状になるまで水浴上でかき混ぜながら加熱し、冷後、遠心分離する。上澄液をとり、沈殿を水 20 mL ずつで 3 回洗い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、水を加えて 200 mL とし、ろ過する。ろ液 50 mL をとり試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL、希硝酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.07 % 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) フタル酸 本品約 0.2 g を精密に量り、アセトニトリル約 50 mL を加え、超音波処理を行って部分的に溶かした後、水 10 mL を加え、再び超音波処理を行って溶かし、冷後、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にフタル酸約 12.5 mg を精密に量り、アセトニトリル約 125 mL を加え、かき混ぜて溶かした後、水 25 mL を加え、次にアセトニトリルを加えて正確に 250 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のフタル酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき、フタル酸 (C₈H₆O₄: 166.13) の量は 1.0 % 以下である。

$$\text{フタル酸の量 (\%)} = \frac{C}{W} \times \frac{A_T}{A_S} \times 10$$

C: 標準溶液中のフタル酸の濃度 (μg/mL)

W: 脱水物に換算した試料の量 (mg)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 235 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 3 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ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℃ 付近の一定温度

移動相: 0.1 mol/L シアン酢酸/アセトニトリル混液 (17:3)

流量: 毎分約 2.0 mL

試験の再現性: 上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、フタル酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

水分 5.0 % 以下 (1 g、直接滴定、ただし、水分測定用メタノールの代わりにエタノール (99.5) /ジクロロメタン混液 (3:2) を用いる)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、エタノール (95) /アセトン/水混液 (2:2:1) 50 mL を加えて溶かし、0.1 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 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

カルボキシベンゾイル基 (C₈H₆O₃) の含量 (%)

$$= \frac{0.01 \times 149.1 \times V}{W} - \frac{2 \times 149.1 \times P}{166.1}$$

P: フタル酸の試験で得られたフタル酸の含量 (%)

V: 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

W: 脱水物に換算した試料の量 (g)

貯法 容器 気密容器。

ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏

Hydrocortisone and Diphenhydramine Ointment

製法

| | |
|------------|--------|
| 酢酸ヒドロコルチゾン | 5 g |
| ジフェンヒドラミン | 5 g |
| 白色ワセリン | 適量 |
| 全量 | 1000 g |

以上をとり、軟膏剤の製法により製する。

性状 本品は白色~微黄色である。

確認試験

(1) 本品 1 g にエタノール (95) 10 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴上で 5 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液 5 mL をとり、エタノールを留去した後、残留物に硫酸 2 mL を加えるとき、液は初め黄緑色の蛍光を発し、徐々に黄色を経て黄褐色に変わる。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液は黄色に変わり、緑色の蛍光を発し、淡黄色の浮遊物を生じる (酢酸ヒドロコルチゾン)。

(2) (1) のろ液 1 mL に pH 4.6 のフタル酸水素カリ