

**低置換度ヒドロキシプロピルセルロース**  
**Hydroxypropyl Cellulose, Low substituted**  
**Stage 4**

Cellulose, 2-hydroxypropyl ether [9004-64-21]

本品は、低いレベルに *O*-(2-ヒドロキシプロピル)化したセルロースである。換算した乾燥物に対し、5.0%~16.0% のヒドロキシプロポキシ基を含む。

**貯法** 気密容器に保存する。

**確認試験**

- (1) 赤外吸収スペクトル測定法。
- (2) 本品 0.1 g を水 10 mL で十分に振り混ぜるとき、溶解しない。
- (3) (2) の懸濁した試料溶液に水酸化ナトリウム 1 g を加えて均一になるまで振り混ぜる。この液 5 mL を適当な容器に移し、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、白色の綿状の沈殿を生じる。

**pH** 5.0~7.5 (本品1.0gを新たに煮沸した水100mLに、マグネチックスターラーを用いてかき混ぜ、均一に分散させた液)

**乾燥減量** 5.0% 以下 (105°C, 1 時間)。

**強熱残分** 0.8% 以下。

**定量法** ヒドロキシプロポキシ基—ガスクロマトグラフィー

(i) 装置

分解瓶：5mLの耐圧セラムバイアルで、外径20mm、高さ50mm、首部の外径20mm及び内径13mm、セプタムは表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で、アルミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定して密栓できるもの。又は同等の気密性を持つもの。

加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径20mm、深さ32mmの穴をあけたもので分解瓶に適合するもの。加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容物をかき混ぜる構造を有するか、又は振とう器に取り付けられて、毎分約100回の往復振とうができるもの。

(ii) 操作法 本品約65 mgを精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸0.06~0.10 g、内標準溶液2.0 mL及びヨウ化水素酸(57%)2.0mLを加え、直ちに密栓し、その質量を精密に量る。分解瓶の内容物の温度が130±2°Cになるようにブロックを加熱しながら、加熱器に付属したマグネチックスターラー又は振とう器を用いて60分間かき混ぜる。マグネチックスターラー又は振とう器が使えない場合には、加熱時間の初めの30分間、5分ごとに手で振り混ぜる。冷後、その質量を精密に量り、減量が内容物質量の0.50%以下で内容物の

漏れがないとき、混合物の上層を試料溶液とする。別にアジピン酸0.06～0.10 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、直ちに密栓し、その質量を精密に量り、マイクロシリンジを用いセプタムを通して定量用ヨウ化イソプロピル15～22  $\mu\text{L}$ を加え、それぞれの質量を精密に量る。分解瓶をよく振り混ぜた後、内容物の上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1～2  $\mu\text{L}$ 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。

$$\text{ヒドロキシプロポキシ基}(\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2)\text{の量}(\%) = Q_T / Q_S \times W_S / W \times (M_1 / M_2) \times 100$$

$W_S$  : 標準溶液中のヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

$W$  : 乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

$M_1$  : ヒドロキシプロポキシ基の分子量(75.1)

$M_2$  : ヨウ化イソプロピルの分子量(170.0)

内標準溶液 *n*-オクタンの*o*-キシレン溶液(3→100)

試験条件

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0.53 mm, 長さ30 mの石英管の内面にガスクロマトグラフィー用100%ジメチルポリシロキサンを厚さ3  $\mu\text{m}$ で被覆したもの。

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。(4.3 mL/分)

スプリット比 : 1 : 40

カラム温度 : カラム温度50°C付近の一定温度で注入し、3分間保った後、100°Cになるまで最初の5分間、1分間に10°Cの割合で昇温し、次に250°Cになるまでの4.3分間、1分間に約35°Cの割合で昇温し、250°C付近の一定温度で8分間保つ。

注入口温度 : 250 °C付近の一定温度

検出器温度 : 280 °C付近の一定温度

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液1～2  $\mu\text{L}$ 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、その分離度は5以上である。

システム再現性 : 標準溶液1～2  $\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、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の相対標準偏差は2.0%以下である。

---

注：日局収載時には非調和事項として次の規格項目の追加を予定しています。

- ① 性状
- ② 純度試験 重金属