

仮訳

ヒプロメロース

Hypromellose

Cellulose, 2-hydroxypropyl methylether [9004-65-3]

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。

本品には1828, 2208, 2906及び2910の置換度タイプがあり、それぞれ定量するとき、換算した乾燥物に対し、以下の表に示すメトキシ基(−OCH₃: 31.03)及びヒドロキシプロポキシ基(−OC₃H₆OH: 75.09)を含む。

置換度 タイプ	メトキシ基(%)		ヒドロキシ プロポキシ基(%)	
	下限	上限	下限	上限
1828	16.5	20.0	23.0	32.0
2208	19.0	24.0	4.0	12.0
2906	27.0	30.0	4.0	7.5
2910	28.0	30.0	7.0	12.0

表示 本品はその置換度タイプを表示すると共に、その粘度をミリパスカル秒(mPa・s)の単位で表示する。

確認試験

- (1) 本品1.0 gをビーカーに入れた水100 mLの表面に、必要ならばビーカーの上縁部を穏やかにたたきながら、均一に分散し、放置するとき、水面上で凝集する。
- (2) 本品1.0 gを熱湯100 mLに加え、かき混ぜるとき、懸濁液となる。この懸濁液を10°Cに冷却し、かき混ぜるとき、澄明又は僅かに混濁した粘稠性のある液となる。
- (3) (2)の試験終了後の溶液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。
- (4) (2)の試験終了後の溶液2 ~ 3 mLをスライドガラス上に薄く塗り、水を蒸発させるとき、透明なフィルムを形成する。
- (5) 水50 mLを正確に量り、(2)の試験終了後の溶液50 mLを正確に加え、かき混ぜながら1分間に2 ~ 5°C上昇するように加温する。液の白濁が増加し始める温度を凝集温度とするとき、50°C以上である。

粘度 (2.53)

- (i) 第1法 本品の表示粘度が600 mPa・s未満のものに適用する。本品の換算した乾燥物4.000 gに対応する量を広口瓶に正確に量り、熱湯(90~99°C)を加えて200.0 gとし、容器に蓋をした後、かき混ぜ機を用いて均一な分散液となるまで毎分350 ~ 450回転で10 ~ 20分間かき混ぜる。必要ならば容器の器壁に付着した試料をかき取り、分散液に加えた後、10°C以下の水浴中で20 ~ 40分間かき混ぜながら溶解する。必要ならば冷水を加えて200.0 gとし、溶液中又は液面に泡を認めるときは遠心分離などで除き、試料溶液とする。試料溶液につき、20±0.1°Cで粘度測定法第1法により試験を行うとき、表示粘度の80 ~ 120%である。
- (ii) 第2法 本品の表示粘度が600 mPa・s以上のものに適用する。本品の換算した乾燥

物10.00 gに対応する量を広口瓶に正確に量り、熱湯(90~99℃)を加えて500.0 gとし、以下第1法と同様に操作して試料溶液とする。試料溶液につき、 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で粘度測定法第2法の単一円筒形回転粘度計により、次の条件で試験を行うとき、表示粘度の75 ~ 140%である。

操作条件

装置機種：ブルックフィールド型粘度計LVモデル

円筒番号、回転数及び換算乗数：表示粘度の区分で定めた以下の表に従う。

表示粘度 (mPa·s)		円筒 番号	回転数 /分	換算 乗数
600以上	1400未満	3	60	20
1400以上	3500未満	3	12	100
3500以上	9500未満	4	60	100
9500以上	99500未満	4	6	1000
99500以上		4	3	2000

装置の操作：装置を作動させ、2分間回転させてから粘度計の測定値を読み取り、少なくとも2分間停止する。同様の操作を2回繰り返す、3回の測定値を平均する。

pH (2.54) 粘度試験の試料溶液のpHは5.0 ~ 8.0である。検出部を試料溶液に5分間浸した後に計測する。

乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(1 g, 105°C , 1時間)。

強熱残分 (2.44) 1.5%以下(1 g)。

定量法

(i) 装置

分解瓶：5 mLの耐圧セラムバイアルで、外径20 mm、高さ50 mm、首部の外径20 mm及び内径13 mm、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。又は同等の構造を持つもの。

加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径20 mm、深さ32 mm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2.0 mL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 $130 \pm 2^\circ\text{C}$ 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26mg以下及び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ードメタン45 μL 及び定量用ヨウ化イソプロピル15 ~ 22 μL 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 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い、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} 、 Q_{Tb} 及び Q_{Sa} 、 Q_{Sb} を求める。

メトキシ基(CH_3O)の量(%)

$$= Q_{\text{Ta}} / Q_{\text{Sa}} \times M_{\text{Sa}} / M \times 21.864$$

ヒドロキシプロポキシ基(C₃H₇O₂)の量(%)

$$= Q_{Tb} / Q_{Sb} \times M_{Sb} / M \times 44.17$$

M_{Sa} : 定量用ヨードメタンの秤取量(mg)

M_{Sb} : 定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

M : 乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

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のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィ用ジメチルポリシロキサンを厚さ3 μ mで被覆する. なお, 必要ならば, ガードカラムを使用する.

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 (毎分4.3mL).

スプリット比 : 1: 40

カラム温度 : 50°Cを3分間保持した後, 毎分10°Cで100°Cまで昇温し, 次に毎分35°Cで250°Cまで昇温する. その後, 250°Cを8分間保持する.

注入口温度 : 250°C

検出器温度 : 280°C

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液1 ~ 2 μ L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, その分離度は5以上である.

システム再現性 : 標準溶液1 ~ 2 μ 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ードメタン, 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それぞれ2.0%以下である.

試薬・試液

ニンヒドリン試液 ニンヒドリン0.2 gを水に溶かし, 10 mLとする. 用時製する.

ヨードメタン CH₃I : 141.94 [74-88-4] 含量 99.0%以上

ヨウ化イソプロピル (CH₃)₂CHI : 169.99 [75-30-9] 含量 99%以上

n -オクタン CH₃(CH₂)₆CH₃ : 114.23 [111-65-9] 含量 99.0%以上

注1 : 次の規格項目は, 非調和事項又は日本薬局方独自記載とすることを予定しています.

- ① 性状
- ② 純度試験 重金属
- ③ 貯法

注2 : 試薬・試液については, 日本薬局方にすでに記載されているものを可能な限り利用できるように今後, 検討される予定です.