

## 1 グリセリン

## 2 純度試験(11)の項を次のように改める。

## 3 純度試験

4 (11) エチレングリコール、ジエチレングリコール及び類縁  
5 物質 本品約5.88 gを精密に量り、メタノールに混和し、正  
6 確に100 mLとし、試料溶液とする。別にエチレングリコー  
7 ル及びジエチレングリコール約0.1 gずつを精密に量り、メ  
8 タノールに混和し、正確に100 mLとする。この液5 mLを正  
9 確に量り、100 mLのメスフラスコに入れる。別にガスクロ  
10 マトグラフィー用グリセリン5.0 gを量り、メタノールに混  
11 和し、100 mLのメスフラスコに合わせる。メタノールを加  
12 えて100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
13 1 µLずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー  
14 (2.02) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
15 面積を自動積分法により測定し、それぞれの液のエチレング  
16 リコールのピーク面積 $A_{T1}$ 及び $A_{S1}$ 及びジエチレングリコール  
17 のピーク面積 $A_{T2}$ 及び $A_{S2}$ を求める。次式によりエチレングリ  
18 コール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、0.1%  
19 以下である。また、試料溶液の各々のピーク面積を面積百分  
20 率法により求めるとき、グリセリン、エチレングリコール及  
21 びジエチレングリコール以外の個々のピークの量は0.1%以  
22 下であり、グリセリン以外のピークの合計量は1.0%以下で  
23 ある。

24 エチレングリコールの量(%)  
25  $= M_{S1} / M_T \times A_{T1} / A_{S1} \times 5$

26 ジエチレングリコールの量(%)  
27  $= M_{S2} / M_T \times A_{T2} / A_{S2} \times 5$

28  $M_{S1}$  : エチレングリコールの秤取量(g)  
29  $M_{S2}$  : ジエチレングリコールの秤取量(g)  
30  $M_T$  : 本品の秤取量(g)

## 31 試験条件

32 検出器 : 水素炎イオン化検出器  
33 カラム : 内径0.32 mm, 長さ30 mのフューズドシリカ  
34 管の内面にガスクロマトグラフィー用14%シアノプ  
35 ロピルフェニル-86%ジメチルシリコンポリマー  
36 を厚さ1 µmで被覆する。  
37 カラム温度 : 100°C付近の一定温度で注入し、毎分  
38 7.5°Cで220°Cまで昇温し、220°C付近の一定温度で保  
39 持する。  
40 注入口温度 : 220°C付近の一定温度  
41 検出器温度 : 250°C付近の一定温度  
42 キャリヤーガス : ヘリウム  
43 流量 : 約38 cm/秒  
44 スプリット比 : 1 : 20  
45 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からグリセリンの保持  
46 時間の約3倍の範囲  
47 システムの適合性  
48 システムの性能 : エチレングリコール、ジエチレングリ  
49 コール及びガスクロマトグラフィー用グリセリン50  
50 mgずつをメタノール100 mLに混和する。この液1µL

51 につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコ  
52 ール、ジエチレングリコール、グリセリンの順に溶出  
53 し、エチレングリコールとジエチレングリコールの分  
54 離度は60以上であり、ジエチレングリコールとグリ  
55 セリンの分離度は20以上である。

56 システムの再現性 : 標準溶液1 µLにつき、上記の条件  
57 で試験を6回繰り返すとき、エチレングリコールのピー  
58 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下であり、ジエチ  
59 レングリコールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%  
60 以下である。  
61 -----

## 62 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

63  
64 グリセリン、ガスクロマトグラフィー用 C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> [K 8295,  
65 特級] ただし、「濃グリセリン」の純度試験(11)を行うと  
66 き、エチレングリコール及びジエチレングリコールの保持時  
67 間にピークを認めない。  
68