

1 濃グリセリン

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 gを精密に量り、メタノールに混和し、正確  
 6 に100 mLとし、試料溶液とする。別にエチレングリコール  
 7 及びジエチレングリコール約0.1 gずつを精密に量り、メタ  
 8 ノールに混和し、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確  
 9 に量り、100 mLのメスフラスコに入れる。別にガスクロマ  
 10 トグラフィー用グリセリン5.0 gを量り、メタノールに混和  
 11 し、100 mLのメスフラスコに合わせる。メタノールを加え  
 12 て100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1  
 13 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面  
 15 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リ  
 16 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の  
 17 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コ  
 18 ール及びジエチレングリコールの量を求めるとき、0.1%以  
 19 下である。また、試料溶液の各々のピーク面積を面積百分率  
 20 法により求めるとき、グリセリン、エチレングリコール及び  
 21 ジエチレングリコール以外の個々のピークの量は0.1%以下  
 22 であり、グリセリン以外のピークの合計量は1.0%以下であ  
 23 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%ジメチルシリコーンポリマー  
 36 を厚さ1 µmで被覆する。  
 37 カラム温度 : 100℃付近の一定温度で注入し、毎分  
 38 7.5℃で220℃まで昇温し、220℃付近の一定温度で保  
 39 持する。  
 40 注入口温度 : 220℃付近の一定温度  
 41 検出器温度 : 250℃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1

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