

1 プロピレングリコール

2 純度試験(6)の項に次を加える。

3 純度試験

4 (7) 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、100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、
 9 100 mLのメスフラスコに入れる。別にガスクロマトグラフ
 10 用プロピレングリコール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
 14 用(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
 16 グリコールのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 及びジエチレン
 17 グリコールのピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を求める。次式によりエチレン
 18 グリ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、プロピレングリコール、エチレン
 21 グリコール及びジエチレングリコール以外の個々のピークの
 22 量は0.1%以下であり、プロピレングリコール以外のピークの
 23 合計量は1.0%以下である。

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
 35 プロピルフェニル-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プロピレングリ
 46 コールの保持時間の約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
 49 グリコール及びガスクロマトグラフィー用プロピレン
 50 グリコール50 mgずつをメタノール100 mLに混和する。

51 この液1µLにつき、上記の条件で操作するとき、エチ
 52 レングリコール、プロピレングリコール、ジエチレン
 53 グリコールの順に溶出し、エチレングリコールとプロ
 54 ピレングリコールの分離度は5以上であり、プロピレ
 55 ングリコールとジエチレングリコールの分離度は60
 56 以上である。

57 システムの再現性 : 標準溶液1 µLにつき、上記の条件
 58 で試験を6回繰り返すとき、エチレングリコールのピ
 59 ーク面積の相対標準偏差は2.5%以下であり、ジエチ
 60 レングリコールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%
 61 以下である。
 62 -----

63 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

64
 65 プロピレングリコール、ガスクロマトグラフィー用 C₃H₈O₂
 66 [K 8837, 特級] ただし、「プロピレングリコール」の純度
 67 試験(7)を行うとき、エチレングリコール及びジエチレン
 68 グリコールの保持時間にピークを認めない。