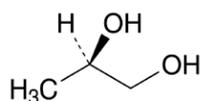


仮訳

プロピレングリコール

Propylene Glycol



及び鏡像異性体

 $C_3H_8O_2$: 76.1*(R)*-Propane-1,2-diol

[57-55-6]

本品は定量するとき、プロピレングリコール($C_3H_8O_2$) 99.7%以上を含む。

性状 本品は無色澄明の粘稠性のある液である。

本品は水、メタノール又はエタノール(95)と混和する。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

注：欧州薬局方、米国薬局方では標準品のスペクトルと比較する。

純度試験

(1) 溶状 本品は澄明の液であり、液の澄明性は水と同じか、又はその濁りの度合は濁りの比較液 I 以下であり、その液の色は水と同じか、又は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化コバルト(II)の色と比較原液 3.0 mL、塩化鉄(III)の色と比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅(II)の色と比較原液 2.4 mL をとり、薄めた希塩酸(1→10)を加えて 1000 mL とする。

(2) 酸 水 50 mL にフェノールフタレイン試液 1 mL を加え、これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液を、液が 30 秒間持続する淡赤色を呈するまで加える。この液に本品 50 mL を正確に加え、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液で再び淡赤色を呈し、その色が 30 秒間以上持続するまで滴定<2.50>する。酸の量は酢酸($C_2H_4O_2$: 60.05)として 100 mg/L 以下である。

0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 0.6 mg $C_2H_4O_2$

(3) 酸化性物質 本品 10 mL を共栓フラスコに入れ、水 5 mL、ヨウ化カリウム試液 2 mL 及び希硫酸 2 mL を加え、遮光して 15 分間放置する。次に溶性デンプン試液 1 mL

を加え、0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定<2.50>する。0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は0.2 mL 以下である（過酸化水素として170 ppm 以下）。

(4) アルデヒド

(i) ホルムアルデヒド標準液 ホルムアルデヒド・メタノール液 のホルムアルデヒド約0.300 g に対応する量を精密に量り、水を加えて正確に100 mL とする。この液10 mL を正確に量り、水を加えて正確に1000 mL とする。この液20 mL を正確に量り、水を加えて正確に500 mL とする。

(ii) 3-メチルー2-ベンゾチアゾリノンヒドラゾン塩酸塩試液 3-メチルー2-ベンゾチアゾリノンヒドラゾン塩酸塩水和物5 g を水約900 mL に溶かし、0.02 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えてpH4.0 に調整し、水を加えて1000 mL とする。用時製する。

(iii) 試料溶液 本品1.00 g を50 mL のメスフラスコにとり、水約5 mL を加え、3-メチルー2-ベンゾチアゾリノンヒドラゾン塩酸塩試液2 mL を加え、30 分間放置する。次に新たに調製した塩化鉄(III)溶液(7→1000)5 mL を加え、栓をして振り混ぜ、5 分間放置し、メタノールを加えて50 mL とし、よく振り混ぜ、1 分間放置する。

(iv) 標準溶液 ホルムアルデヒド標準液1 mL, 3 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL 及び25 mL ずつを正確に量り、それぞれを50 mL のメスフラスコにとり、3-メチルー2-ベンゾチアゾリノンヒドラゾン塩酸塩試液2 mL を加え、30 分間放置する。次に新たに調製した塩化鉄(III)溶液(7→1000)5 mL を加え、栓をして振り混ぜ、5 分間放置し、メタノールを加えて50 mL とし、よく振り混ぜ、1 分間放置する。

(v) 空試験溶液 ホルムアルデヒド標準液を加えずに標準溶液の調製法と同様に操作する。

(vi) 操作法 試料溶液及び標準溶液につき、空試験溶液を対照として、紫外可視吸光度測定法<2.24>により試験を行い、波長655 nm における吸光度を測定する。標準溶液から得た検量線を用いて本品中のアルデヒドの量を求める。アルデヒドの量はホルムアルデヒド(CH₂O : 30.03)として20 ppm 以下である。

(5) エチレングリコール及びジエチレングリコール 100 mL のメスフラスコを4 個用意する。本品5.0 g をメタノールに混和し、75 mL とし、1 個目のメスフラスコに入れる。別に2 個目のメスフラスコを用いて2,2,2-トリクロロエタノール200.0 mg をメタノールに混和し、100 mL とする。この液5 mL を正確に量り、1 個目のメスフラスコに合わせ、更にメタノールを加えて100 mL とし、試料溶液とする。別にプロピレングリコール200.0 mg をメタノールに混和し、75 mL とし、3 個目のメスフラスコに入れる。別に4 個目のメスフラスコを用いて2,2,2-トリクロロエタノール200.0 mg, エチレングリコール100.0 mg 及びジエチレングリコール100.0 mg をメタノールに混和し、100 mL とする。この液5 mL を正確に量り、3 個目のメスフラスコに合わせ、更にメタノールを加えて100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 μL につき、次の条件でガ

スクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。それぞれの液の 2,2,2-トリクロロエタノールのピーク面積に対するエチレングリコール及びジエチレングリコールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Sa} , Q_{Tb} 及び Q_{Sb} を求める。 Q_{Ta} は Q_{Sa} より大きくなく、また、 Q_{Tb} は Q_{Sb} より大きくない (エチレングリコール及びジエチレングリコールの量はそれぞれ 0.10 %以下である)。

試験条件

検出器：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ー用 6 %シアノプロピルフェニル-94 %ジメチルシリコンポリマーを厚さ 3 μm で被覆する。

注入ロライナー：不活性処理を施したガラスウールを充てんする。

カラム温度：100°Cを 4 分間、その後、毎分 50°Cで 120°Cまで昇温し、120°Cを 10 分間保持する。その後毎分 50°Cで 220°Cまで昇温し、220°Cを 6 分間保持する。

注入口温度：220°C付近の一定温度

検出器温度：250°C付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：4.5 mL/分

スプリット比：1 : 10

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、プロピレングリコール、2,2,2-トリクロロエタノール、ジエチレングリコールの順に流出し、プロピレングリコールの保持時間は約 4 分であり、またプロピレングリコールに対する相対保持時間は、エチレングリコール約 0.8、2,2,2-トリクロロエタノール約 1.7 及びジエチレングリコール約 2.4 である。また、エチレングリコールとプロピレングリコールの分離度は 5.0 以上である。

水分 <2.48> 0.2%以下 (5 g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりプロピレングリコールの量を求める。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 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ー用 5%ジフェニル・95%ジメチルポリシロキサンを厚さ 0.5 μm で被覆する。

カラム温度：150℃付近の一定温度

注入口温度：250℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：1.4 mL/分

スプリット比：1：70

面積測定範囲：プロピレングリコールの保持時間の2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品1g及びジエチレングリコール1gをエタノール(99.5)に混和し、20mLとする。この液1mLにエタノール(99.5)を加えて50mLとする。この液1μLにつき、上記の条件で操作するとき、プロピレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、プロピレングリコールの保持時間は約2分であり、またジエチレングリコールのプロピレングリコールに対する相対保持時間は約1.2である。またプロピレングリコールとジエチレングリコールの分離度は5.0以上である。

貯法 容器 気密容器

試薬・試液

硫酸ヒドラジニウム試液 硫酸ヒドラジニウム1.0gを水に溶かして正確に100mLとする。4～6時間放置する。

ヘキサメチレンテトラミン試液 ヘキサメチレンテトラミン2.5gを100mL共栓フラスコ中で水2.5.0mLに溶かす。

ホルマジン乳濁原液 フラスコ中のヘキサメチレンテトラミン試液25mLに硫酸ヒドラジニウム試液25.0mLを加え、振り混ぜ、24時間放置する。本液は、内表面に傷のないガラス容器に保存すれば、2箇月間安定である。この液はガラスに付着してはならず、用時よく振り混ぜて用いる。

(ホルマジン)乳濁標準液 ホルマジン乳濁原液15mLを正確に量り、水を加えて正確に1000mLとする。調製後24時間以内に使用する。

濁りの比較液 I (ホルマジン)乳濁標準液5mLを正確にとり、水95.0mLを加える。用時振り混ぜる。

ホルムアルデヒド・メタノール液 ホルムアルデヒド約37%及びメタノール10～15%を含

む液である。

定量法 本品約 2 g を精密に量り，新たに調製した亜硫酸ナトリウム七水和物溶液（1→10）100 mL を加える．フェノールフタレイン試液 0.1 mL を加え，0.25 mol/L 硫酸で淡赤色の色が消えるまで滴定<2.50>する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式によりホルムアルデヒド・メタノール液のホルムアルデヒド含量を求める．

$$\text{含量 (\%)} = (V - B) \times 2M \times 3.0 / m$$

V : 0.25 mol/L 硫酸の消費量(mL)

B : 空試験における 0.25 mol/L 硫酸の消費量(mL)

M : 滴定液のモル濃度

m : 試料の量(g)

ジエチレングリコール $C_4H_{10}O_3$ [111-46-6] 分子量 106.1 2,2'-Oxydiethanol

無色，澄明の液で，水，アセトン又はエタノール(95)と混和する．吸湿性である．

比重 <2.56> d_{20}^{20} , 約 1.118

屈折率 <2.45> n_D^{20} , 約 1.447

沸点 <2.57> 244～246°C

含量 99.5%以上

貯法 容器 気密容器

5%ジフェニル・95%ジメチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフ用

ガスクロマトグラフィー用固定相

メチル基 95%及びフェニル基 5%を含む。

6%シアノプロピルフェニル-94%ジメチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフ用

クロマトグラフィー用固定相

シアノプロピルフェニル基 6%及びメチル基 94%を含む。

フェノールフタレイン試液 10 g/L エタノール(95)溶液

ヨウ化カリウム試液 166 g/L 溶液

注1：日局収載時には非調和事項又は日本薬局方独自記載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
- ③ 純度試験 ヒ素
- ④ 強熱残分

注2：試薬・試液については、日本薬局方にすでに収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。