

## グリセリン中ジエチレングリコールの分析

## Analysis of Diethyleneglycol in Glycerin

厚生労働省告示第32号（平成20年2月21日）で「日本薬局方（平成18年厚生労働省告示第285号）の一部を改正する件」が告示され、同日適用されました。

今回の薬局方一部改正では、医薬品各条グリセリン及び濃グリセリンの条において、純度試験の項が改正され、

「ジエチレングリコール及び類縁物質」に係る規定が追加されました。

本アプリケーションニュースでは、医薬品各条グリセリンの条「ジエチレングリコール及び類縁物質」に係る分析についてご紹介します。

T.Kato

## システムの適合性

## System Suitability Test

システムの性能確認：「ジエチレングリコール及びグリセリン0.05 gをメタノール100 mLに混和した溶液を調製し、この溶液をTable 1の条件で分析したときの分離度は7.0以

上」と規定されています。この溶液を1  $\mu$ L注入したクロマトグラムをFig.1に示しました。分離度は7以上でした。

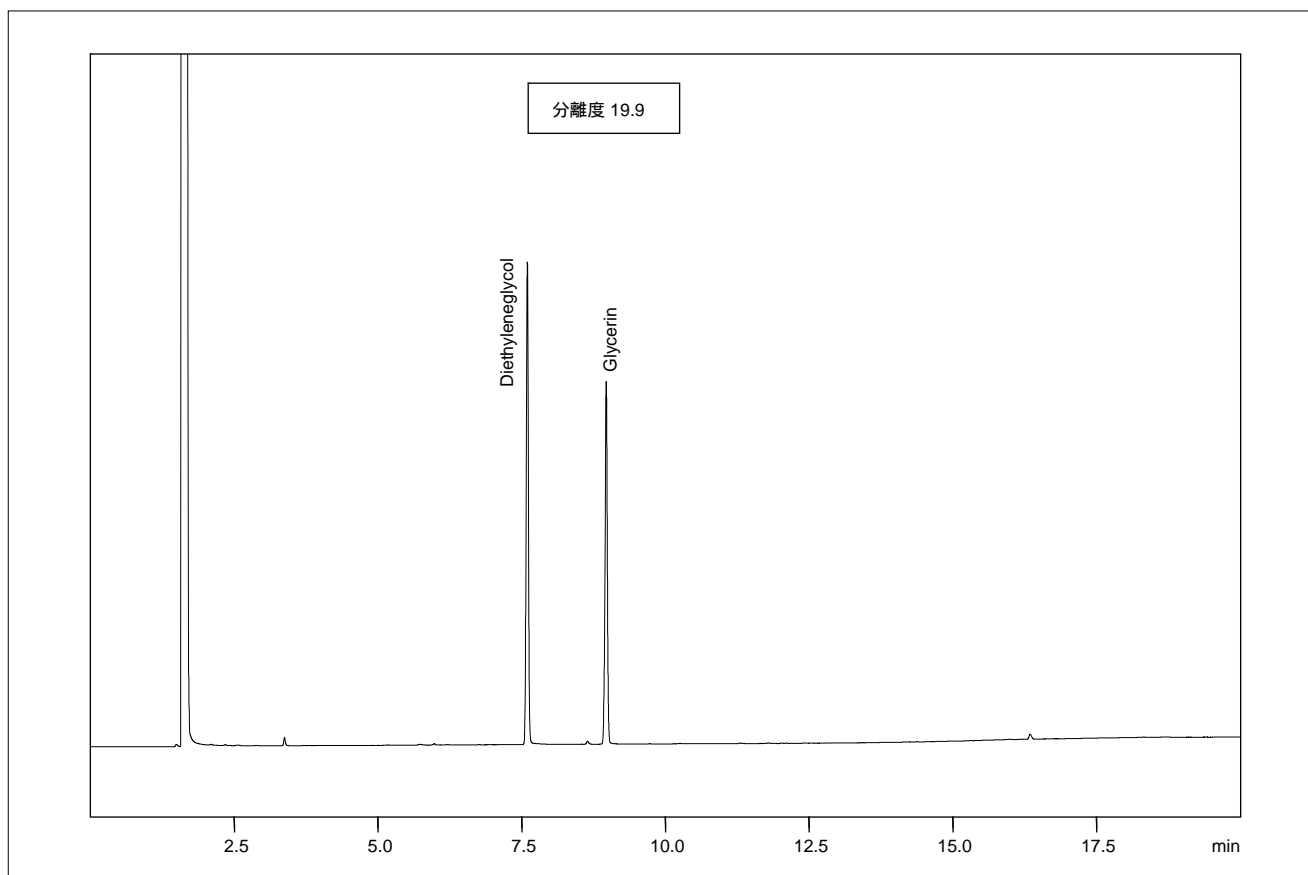


Fig.1 システムの性能確認用溶液のクロマトグラム  
Chromatogram of System Suitability Test Solution

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Model	: GC-2010AF/AOC	Inj. Temp.	: 220 °C
Column	: Rtx-1701 (30 m $\times$ 0.32 mm I.D. df=1.0 $\mu$ m)	Det. Temp.	: 250 °C
Column Temp.	: 100 °C - 7.5 °C/min - 220 °C (4 min)	Split Ratio	: 1 : 20
Carrier gas	: He, 38 cm/sec (Constant Pressure Mode - 84.6 kPa at 100 °C)	Inj. Volume	: 1 $\mu$ L

システムの再現性確認：「ジエチレングリコールをメタノールで溶解し、50 mg/Lの標準溶液を調製します。この標準溶液を6回連続分析したときのジエチレングリコールピーク面積値の相対標準偏差は15 %以下」と規定されています。

この標準溶液を1  $\mu$ L注入したときのクロマトグラムをFig.2に示しました。6回連続分析したときのジエチレングリコールのピーク面積値再現性をTable 2に示しました。相対標準偏差は15 %以下でした。

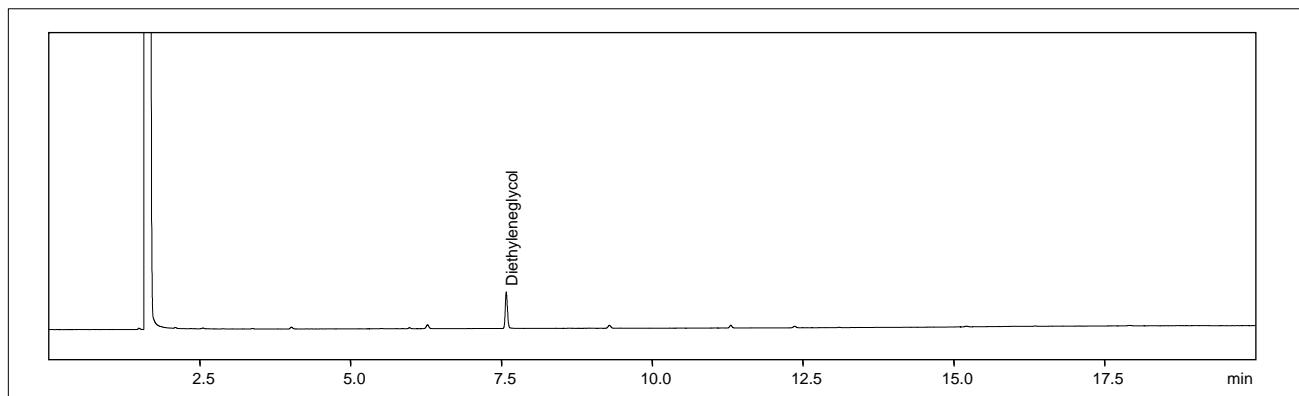


Fig.2 標準溶液のクロマトグラム  
Chromatogram of Standard Solution (50mg/L)

Table 2 ジエチレングリコールのピーク面積値再現性 (n=6)  
Repeatability of Peak Area of Diethyleneglycol

	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6	平均値	標準偏差	相対標準偏差 (%)
Diethyleneglycol Peak Area	15301	15326	15361	15390	15454	15475	15384.5	69.3	0.45

注) 面積値, 相対標準偏差は参考値であり, 保証値ではありません。

## 試料溶液の分析

### Analysis of a Sample Solution

市販グリセリン約6gをメタノール100 mLに混和した試料溶液を調製し、1  $\mu$ L注入したクロマトグラムをFig.3に示します。

「試料溶液中ジエチレングリコールの量は0.1 %以下 (標準溶液の面積値を用いて定量), 溶媒溶出後からグリセリン保持時間の約3倍の範囲について面積値を測定し, 試料

溶液中の各ピーク面積を面積百分率法によって求めるとき, グリセリン及びジエチレングリコール以外の各ピーク量は0.1 %以下であり, グリセリン以外のピーク合計量は1.0 %以下」と規定されています。定量計算方法の詳細等については, 厚生労働省告示第32号 (平成20年2月21日) をご参照下さい。

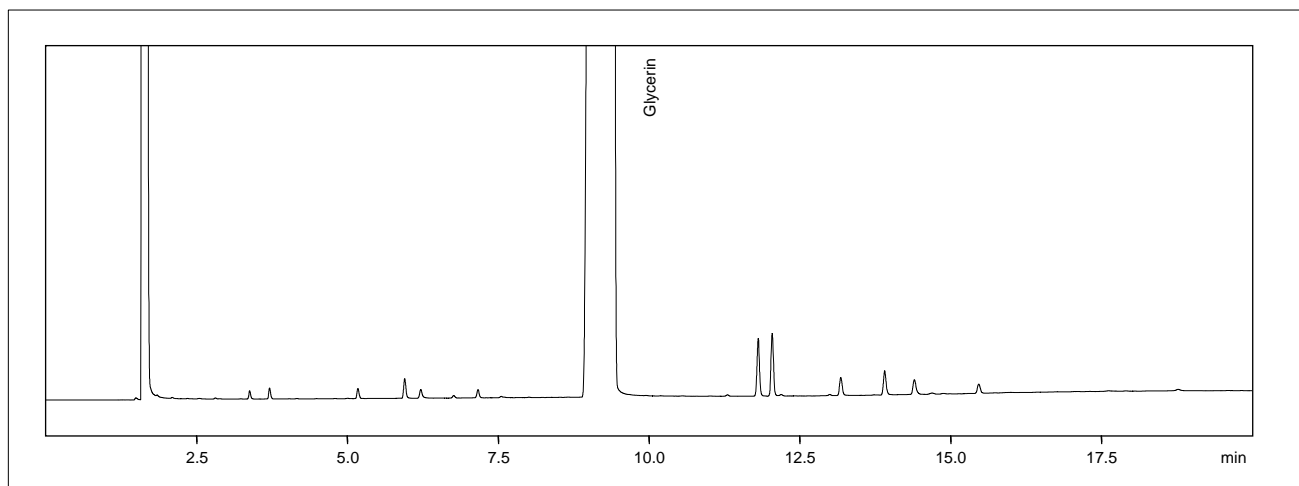


Fig.3 試料溶液(グリセリン60g/L)のクロマトグラム  
Chromatogram of Sample Solution (60g/L)

#### [参考文献]

厚生労働省告示第32号 (平成20年2月21日)

初版発行: 2008年7月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691 (携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており, 予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく, いろいろな情報サービスが受けられます。