

# Application News

## No. G282B

ガスクロマトグラフィー  
Gas Chromatography

### プロピレングリコール中エチレングリコール及びジエチレングリコールの分析

Analysis of Ethyleneglycol and Diethyleneglycol in Propyleneglycol

厚生労働省告示第 47 号（平成 26 年 2 月 28 日）で「日本薬局方（平成 23 年厚生労働省告示第 65 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、医薬品各条プロピレングリコールの条において、純度試験の項が改正され、「エチレングリコール、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、医薬品各条プロピレングリコールの条、「エチレングリコール、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. Murata T. Kato

### ■システムの適合性

#### System Suitability Test

システムの性能確認：「エチレングリコール、ジエチレングリコール、及びガスクロマトグラフィー用プロピレングリコール 50 mg ずつをメタノール 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 以上であり、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 50 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。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 以上であり、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 50 以上でした。

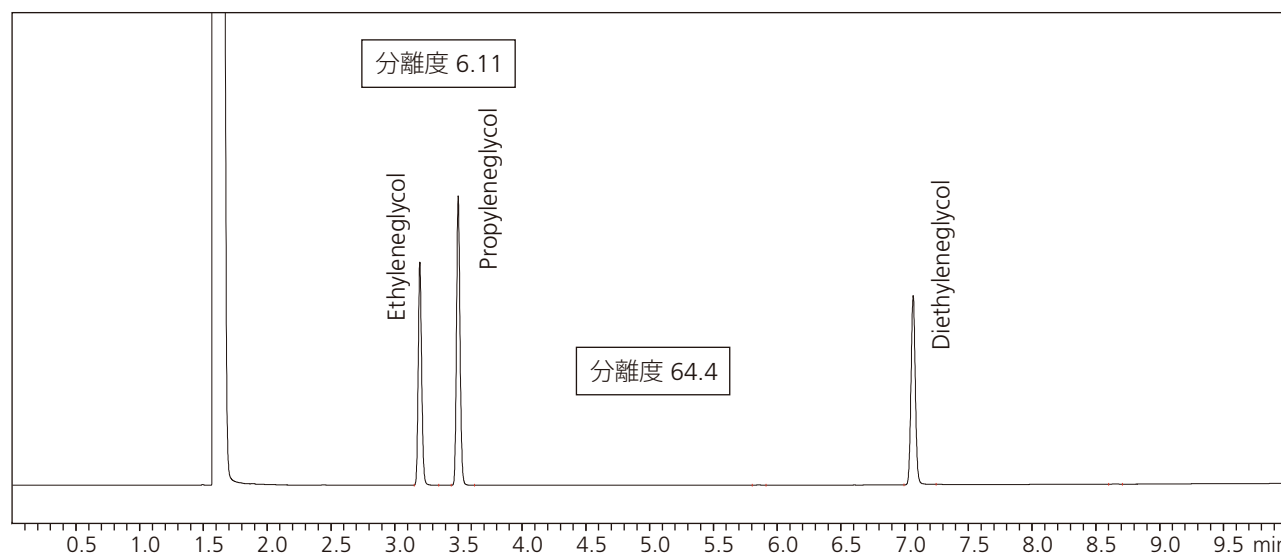


Fig. 1 システムの性能確認用溶液のクロマトグラム  
Chromatogram of System Suitability Test Solution

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Model	: GC-2010 Plus AF/AOC-20i	Inj. Temp.	: 220 °C
Column	: SH-1701 (30 m $\times$ 0.32 mm I.D. df = 1.0 $\mu$ m) *1	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	Inj. Volume	: 1 $\mu$ L

\*1 P/N : 221-75782-30

システムの再現性確認：「エチレングリコール、ジエチレングリコール約 0.1 g ずつを精密に量り、メタノールに混和し、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、100 mL のメスフラスコに入れる。別にガスクロマトグラフィー用プロピレングリコール 5.0 g を量り、メタノールに混和し、100 mL メスフラスコに合わせる。メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。この標準溶液を

6 回連続分析したときの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相対標準偏差はそれぞれ 10 % 以下」と規定されています。この標準溶液 1  $\mu$ L を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再現性を Table 2 に示しました。相対標準偏差はそれぞれ 10 % 以下でした。

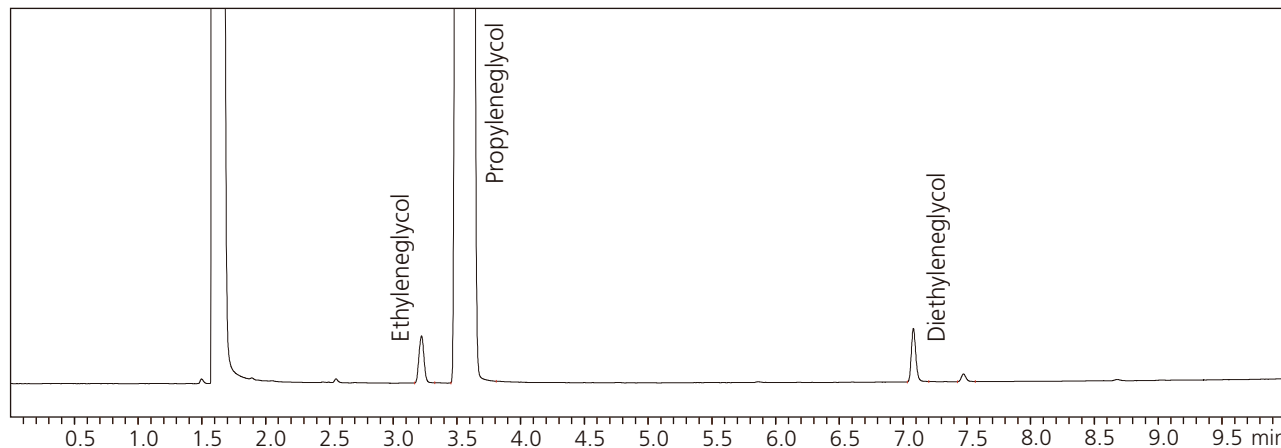


Fig. 2 標準溶液のクロマトグラム  
Chromatogram of Standard Solution

Table 2 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値再現性 (n=6)  
Repeatability of Peak Area of Ethyleneglycol and 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 (%)
Ethyleneglycol Peak Area	8449	8566	8553	8498	8590	8468	8521	57	0.67
Diethyleneglycol Peak Area	8659	8760	8775	8597	8741	8711	8707	68	0.78

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

市販プロピレングリコール約 5 g 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。

「試料溶液中エチレングリコール及び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), 溶媒溶出後からプロピレングリコール保持時間の約 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, プロピレングリコール, エチレングリコール及びジエチレングリコール以外のピークの量は 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 47 号 (平成 26 年 2 月 28 日) をご参照ください。

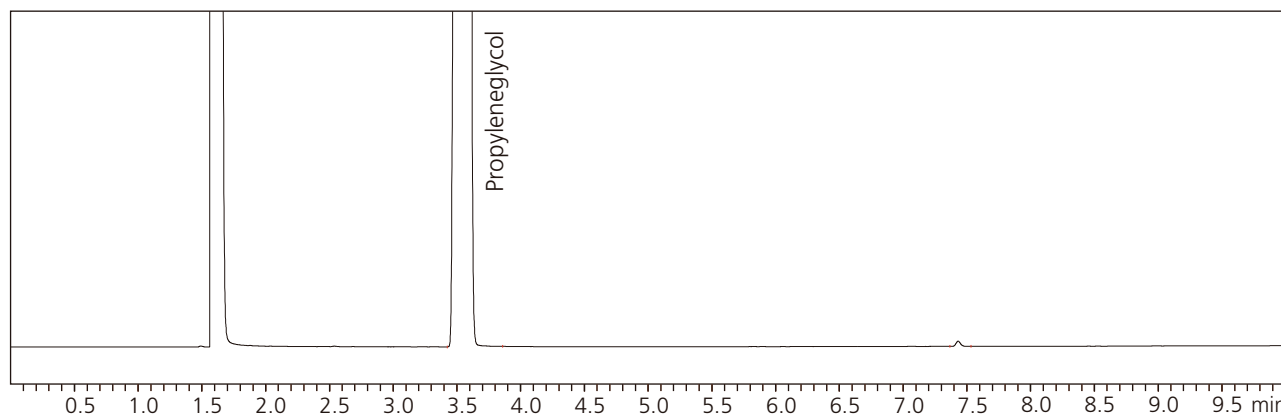


Fig. 3 試料溶液 (プロピレングリコール 50 g/L) のクロマトグラム  
Chromatogram of Sample Solution (50 g/L)

(参考文献) 厚生労働省告示第 47 号 (平成 26 年 2 月 28 日)

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

初版発行：2015 年 1 月  
A改訂版発行：2015 年 4 月  
B改訂版発行：2023 年 3 月  
島津コールセンター ☎ 0120-131691

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。本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していません。