

## 医薬部外品原料規格 2006 の一部改正案

## グリセリン

## Glycerin

本品は、グリセリン ( $C_3H_8O_3$ :92.09) 84~87%を含む (比重による)。

**性状** 本品は、無色の液で、においはない。

**確認試験** 本品の乾燥したものにつき (105°C, 3 時間), 赤外吸収スペクトル測定法の液膜法で測定するとき, 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。

**比重**  $d_{20}^{20}$  : 1.221~1.230 (第1法)

**純度試験 (1) 色** 本品 50mL をネスラー管にとり, 上方から観察するとき, 液の色は, 次の比較液より濃くない。

比較液: 塩化第二鉄の色の比較原液 0.40mL をネスラー管にとり, 水を加えて 50mL とする。

(2) 液性 本品 1.0mL に水 4mL を加えて振り混ぜるとき, 液は, 中性である。

(3) 塩化物 本品 7.0g をとり, 試験を行うとき, その限度は, 0.0013%以下である。ただし, 比較液には, 0.01mol/L 塩酸 0.25mL をとる。

(4) 硫酸塩 本品 1.0mL に水 4mL を加えて振り混ぜ, 希塩酸 3 滴及び塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき, 白濁しない。

(5) アンモニア 本品 5.0mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 5mL を加えて煮沸するとき, 発生するガスは, 潤したリトマス紙を青変しない。

(6) 重金属 本品 5.0g に希酢酸 2mL 及び水を加えて 50mL とし, これを試料溶液として第4法により試験を行うとき, その限度は, 5ppm 以下である。ただし, 比較液には, 鉛標準液 2.5mL をとる。

(7) カルシウム 本品 1.0mL に水 4mL を加えて振り混ぜ, シュウ酸アンモニウム試液 3 滴を加えるとき, 白濁しない。

(8) ヒ素 本品 1.0g に水 25mL を加えて溶かし, これを試料溶液として試験を行うとき, その限度は, 2ppm 以下である。

(9) アクロレイン, ブドウ糖その他の還元性物質 本品 1.0g にアンモニア試液 1mL を加えて振り混ぜ, 水浴上で, 60°C で 5 分間加温するとき, 液は, 黄色を呈しない。また, これを水浴上から取り出し, 直ちに硝酸銀試液 3 滴を加え, 振り混ぜた後, 5 分間暗所に放置するとき, 液は, 変色又は混濁しない。

(10) 揮発性脂肪酸及び色素 本品 5.0mL に希硫酸 5mL を加えて加温するとき,

敗油性のにおいを発生しない。また、この液は、黄色を呈しない。

(11) ジエチレングリコール及び類縁物質 本品約 5.88gを精密に量り、メタノールに混和し、正確に 100mLとし、試料溶液とする。別にジエチレングリコール約 0.1gを精密に量り、メタノールに混和し、正確に 100mLとする。この液 5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、それぞれの液のジエチレングリコールのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を求める。次式によりジエチレングリコールの量を求めるとき、0.1%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率法により求めるとき、グリセリン及びジエチレングリコール以外の個々のピークの量は0.1%以下であり、グリセリン以外のピークの合計量は1.0%以下である。

$$\text{ジエチレングリコールの量 (\%)} = \frac{(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 5 \times 0.85}{1}$$

$W_S$  : ジエチレングリコールの秤取量(g)

$W_T$  : 本品の秤取量(g)

#### 試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 0.32mm, 長さ 30m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 14%シアノプロピルフェニル-86%ジメチルシリコンポリマーを厚さ 1 $\mu$ mで被覆する。

カラム温度 : 100 $^{\circ}$ C付近の一定温度で注入し、毎分 7.5 $^{\circ}$ Cで 220 $^{\circ}$ Cまで昇温し、220 $^{\circ}$ C付近の一定温度で 4 分間保持する。

注入口温度 : 220 $^{\circ}$ C付近の一定温度

検出器温度 : 250 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : 38 cm / 秒

スプリット比 : 約 20 : 1

面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からグリセリンの保持時間の約 3 倍の範囲

#### システムの適合性

システムの性能 : ジエチレングリコール及びグリセリン 50mgずつをメタノール 100mLに混和する。この液 1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ジエチレングリコール、グリセリンの順に溶出し、その分離度は 7.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジエチレングリコールのピーク面積の相対標準偏差は 15%以下である。

**(12) 脂肪酸及び脂肪酸エステル** 本品 50gに新たに煮沸し冷却した水 50mL及び 0.1mol/L水酸化ナトリウム液 10mLを正確に加えて 15 分間煮沸し、冷後、0.1mol/L塩酸で滴定するとき、その消費量は、5mL以上である（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。同様の方法で空試験を行って補正する。

**(13) 硫酸呈色物** 本品 5.0mLに硫酸 5mLを注意しながら加え、18~20°Cで静かに振り混ぜた後、常温で 1 時間放置するとき、液の色は、色の比較液Hより濃くない。

**強熱残分** 本品約 5g を質量既知のるつぼに入れて精密に量り、加熱して沸騰させた後、加熱を止め、直ちに点火して燃やし、冷後、残留物を硫酸 1~2 滴で潤し、恒量になるまで注意しながら強熱するとき、その限度は、0.01%以下である。

## 濃グリセリン

### Glycerin, Concentrated

本品は、グリセリン (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>:92.09) 95.0%以上を含む（比重による）。

**性 状** 本品は、無色の液で、においはない。

**確認試験** 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法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。

**比 重**  $d_{20}^{20}$  : 1.251 以上（第 1 法）

**純度試験 (1) 色** 本品 50mL をネスラー管にとり、上方から観察するとき、液の色は、次の比較液より濃くない。

比較液：塩化第二鉄の色の比較原液 0.40mL をネスラー管にとり、水を加えて 50mL とする。

(2) 液性 本品 1.0mL に水 4mL を加えて振り混ぜるとき、液は、中性である。

(3) 塩化物 本品 7g をとり、試験を行うとき、その限度は、0.0013%以下である。ただし、比較液には、0.01mol/L 塩酸 0.25mL をとる。

(4) 硫酸塩 本品 1.0mL に水 4mL を加えて振り混ぜ、希塩酸 3 滴及び塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、沈殿を生じない。

(5) アンモニア 本品 5mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 5mL を加えて煮

- 沸するとき、発生するガスは、潤したリトマス紙を青変しない。
- (6) 重金属 本品 5.0g に希酢酸 2mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、5ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.5mL をとる。
- (7) カルシウム 本品 1.0mL に水 4mL を加えて振り混ぜ、シュウ酸アンモニウム試液 3 滴を加えるとき、沈殿を生じない。
- (8) ヒ素 本品 1.0g に水 25mL を加えて溶かし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。
- (9) アクロレイン、ブドウ糖その他の還元性物質 本品 1.0g にアンモニア試液 1mL を加えて振り混ぜ、60°C の水浴中で 5 分間加温するとき、液は、黄色を呈しない。また、これを水浴から取り出し、直ちに硝酸銀試液 3 滴を加え、振り混ぜた後、5 分間暗所に放置するとき、液は、変色又は混濁しない。
- (10) 揮発性脂肪酸及び色素 本品 5.0mL に希硫酸 5mL を加えて加温するとき、液は、黄色を呈せず、敗油性のにおいを発生しない。
- (11) ジエチレングリコール及び類縁物質 本品約 5g を精密に量り、メタノールに混和し、正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にジエチレングリコール約 0.1g を精密に量り、メタノールに混和し、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、それぞれの液のジエチレングリコールのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を求める。次式によりジエチレングリコールの量を求めるとき、0.1% 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率法により求めるとき、グリセリン及びジエチレングリコール以外の個々のピークの量は 0.1% 以下であり、グリセリン以外のピークの合計量は 1.0% 以下である。

$$\text{ジエチレングリコールの量 (\%)} = (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 5$$

$W_S$  : ジエチレングリコールの秤取量(g)

$W_T$  : 本品の秤取量(g)

#### 試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 0.32mm、長さ 30m 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 14% シアノプロピルフェニル-86% ジメチルシリコンポリマーを厚さ 1 $\mu$ m で被覆する。

カラム温度 : 100°C 付近の一定温度で注入し、毎分 7.5°C で 220°C まで昇温し、

220°C付近の一定温度で4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：38cm / 秒

スプリット比：約20：1

面積測定範囲：溶媒のピークの後からグリセリンの保持時間の約3倍の範囲

システムの適合性

システムの性能：ジエチレングリコール及びグリセリン50mgずつをメタノール100mLに混和する。この液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ジエチレングリコール、グリセリンの順に溶出し、その分離度は7.0以上である。

システムの再現性：標準溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ジエチレングリコールのピーク面積の相対標準偏差は15%以下である。

(12) 脂肪酸及び脂肪酸エステル 本品50gに新たに煮沸し冷却した水50mL及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液10mLを正確に加えて15分間煮沸し、冷後、0.1mol/L塩酸で滴定するとき、その消費量は、5mL以上である。(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)同様の方法で空試験を行い補正する。

(13) 硫酸呈色物 本品5.0mLに硫酸5mLを注意しながら加え、18~20°Cで穏やかに振り混ぜた後、常温で1時間放置するとき、液の色は、色の比較液Hより濃くない。

強熱残分 本品約5gを質量既知のろつぼに入れて精密に量り、加熱して沸騰させた後、加熱を止め、直ちに点火して燃やし、冷後、残留物を硫酸1~2滴で潤し、恒量になるまで注意しながら強熱するとき、その限度は、0.01%以下である。