

流量：ジエチレングリコールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：標準溶液 2  $\mu$ L から得たジエチルグリコールのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるよう調整する。

**平均分子量試験** 無水フタル酸 42 g をとり、新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え、強く振り混ぜて溶かした後、16 時間以上放置する。この液 25 mL を正確に量り、約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ、これに本品約 1.5 g を精密に量って加え、密栓し、丈夫な布でこれを包み、あらかじめ 98  $\pm$  2 °C に加熱した水浴中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする。98  $\pm$  2 °C で 30 分間保った後、水浴から瓶を取り出し、室温になるまで空気中で放冷する。次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え、更にフェノールフタレンのピリジン溶液 (1 → 100) 5 滴を加え、この液につき、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

$$\text{平均分子量} = \frac{\text{試料の量 (g)} \times 4000}{a - b}$$

a : 空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL).

b : 試料の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL).

平均分子量は 380 ~ 420 である。

水分 1.0 % 以下 (2 g, 直接滴定).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

貯法容器 気密容器.

## マクロゴール 1500

Macrogol 1500

ポリエチレングリコール 1500

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で、HOCH<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>CH<sub>2</sub>OH で表され、n が 5 ~ 6 及び 28 ~ 36 の等量混合物である。

性状 本品は白色の滑らかなワセリンのような固体で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品は水、ピリジン又はジフェニルエーテルに極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

凝固点：37 ~ 41 °C

確認試験 本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし、塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液 (1 → 10) 1 mL を加えるとき、黄緑色の沈殿を生じる。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 7.0 である。

## 純度試験

(1) 溶状 本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 酸 本品 5.0 g を中和エタノール 20 mL に溶かし、フェノールフタレン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 50.0 g を 250 mL の蒸留フラスコにとり、ジフェニルエーテル 75 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、0.13 ~ 0.27 kPa の減圧でゆっくり蒸留し、1 mL 目盛付きの 100 mL の容器に留液 25 mL をとる。留液に水 20 mL を正確に加え、激しく振り混ぜた後、氷水中で冷却し、ジフェニルエーテルを凝固させ、25 mL のメスフラスコ中にろ過する。残留物を氷冷した水 5.0 mL で洗い、洗液はろ液に合せ、加温して室温とした後、水を加えて 25 mL とする。この液を共栓フラスコに移し、新たに蒸留したアセトニトリル 25.0 mL を加えて振り混ぜ、試料溶液とする。別にジエチレングリコール 62.5 mg をとり、新たに蒸留したアセトニトリルを用いて調製した水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確にとり、それぞれに硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 試液 15 mL を正確に加える。この液につき、2 ~ 5 分の間に紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、450 nm 付近の吸収極大の波長における試料溶液から得た液の吸光度は、標準溶液から得た液の吸光度より大きくない。

水分 1.0 % 以下 (2 g, 直接滴定).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

貯法容器 気密容器.

## マクロゴール 4000

Macrogol 4000

ポリエチレングリコール 4000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で、HOCH<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>CH<sub>2</sub>OH で表され、n は 59 ~ 84 である。

性状 本品は白色のパラフィンのような塊、薄片又は粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はピリジンに溶けやすく、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

凝固点：53 ~ 57 °C

確認試験 本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし、塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液 (1 → 10) 1 mL を加えるとき、黄緑色の沈殿を生じる。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 7.5 である。

## 純度試験

(1) 溶状 本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 酸 本品 5.0 g を中和エタノール 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレン試液 1 滴を加えるとき、