

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 μL 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 μL から得たジエチレングリコールのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する。

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 $98 \pm 2^\circ\text{C}$ 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。 $98 \pm 2^\circ\text{C}$ 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インのピリジン溶液 (1 \rightarrow 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 \sim 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、 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ で表され、 n が 5 \sim 6 及び 28 \sim 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 \sim 41 $^\circ\text{C}$

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 \rightarrow 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 \sim 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、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 5.0 g を中和エタノール 20 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 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 \sim 0.27 kPa の減圧でゆっくり蒸留し、1 mL 目盛り付きの 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 のメスフラスコ中へろ過する。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 \sim 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、 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ で表され、 n は 59 \sim 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 \sim 57 $^\circ\text{C}$

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 \rightarrow 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 \sim 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、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 5.0 g に中和エタノール 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イン試液 1 滴を加えるとき、

液の色は赤色である。

平均分子量試験 本品約 12.5 g を精密に量り、約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ、ピリジン約 25 mL を加え、加温して溶かし、放冷する。別に無水フタル酸 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、先の耐圧共栓瓶に加え、密栓し、丈夫な布でこれを包み、あらかじめ $98 \pm 2^\circ\text{C}$ 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。 $98 \pm 2^\circ\text{C}$ 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インのピリジン溶液 (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 2600 ~ 3800 である。

水分 1.0 % 以下 (2 g, 直接滴定)。

強熱残分 0.25 % 以下 (1 g)。

貯法 容器 密閉容器。

マクロゴール 6000

Macrogol 6000

ポリエチレングリコール 6000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で、 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ で表され、*n* は 165 ~ 210 である。

性状 本品は白色のパラフィンよりの塊、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、ピリジンに溶けやすく、メタノール、エタノール (95)、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 : $56 \sim 61^\circ\text{C}$

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 4.5 ~ 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、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 5.0 g に中和エタノール 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イン試液 1 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

平均分子量試験 本品約 12.5 g を精密に量り、約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ、ピリジン約 25 mL を加え、加温して溶かし、放冷する。別に無水フタル酸 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、先の耐圧共栓瓶に加え、密栓し、丈夫な布でこれを包み、あらかじめ $98 \pm 2^\circ\text{C}$ 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。 $98 \pm 2^\circ\text{C}$ 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インのピリジン溶液 (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 7300 ~ 9300 である。

水分 1.0 % 以下 (2 g, 直接滴定)。

強熱残分 0.25 % 以下 (1 g)。

貯法 容器 密閉容器。

マクロゴール 20000

Macrogol 20000

ポリエチレングリコール 20000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で、 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ で表され、*n* は 340 ~ 570 である。

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

本品は水又はピリジンに溶けやすく、メタノール、エタノール (95)、エーテル (99.5)、石油ベンジン又はマクロゴール 400 にほとんど溶けない。

凝固点 : $56 \sim 64^\circ\text{C}$

確認試験 本品 0.05 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし、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 4.5 ~ 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、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 5.0 g に中和エタノール 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イン試液 1 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

平均分子量試験 本品約 15.0 g を精密に量り、約 200 mL