

チメロサル定量法

チメロサルが硫酸酸性でジチゾンと反応し、波長 480nm に吸光の極大を持つキレート化合物を生成することを利用して、その吸光度から検体等のチメロサル含有量を定量する方法である。

1 標準液及び試液

1.1 チメロサル標準液 (200 µg/mL)

チメロサル 20mg を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とする。

1.2 1 mol/L 硫酸試液

水 340mL に硫酸 20mL を加える。

1.3 ジチゾン試液

ジチゾン 2 mg に四塩化炭素を加えて溶かし、100mL とする。

ただし、必要があれば、アンモニア水 (28) の 100 倍溶液を 100mL 加え、ジチゾンの水層に移し、20 ~ 30mL の四塩化炭素で数回洗浄し、塩酸で中和し、ジチゾン四塩化炭素層に移して 0.002w/v% となるように調整する。

1.4 アンモニア試液

アンモニア水 (28) 60mL に水を加えて 100mL とする。

2 試験方法

チメロサル標準液 2.5、5 及び 7.5mL を正確に採り、水を加えて正確に 10mL とし、それぞれ 1mL 中 50、100 及び 150 µg の標準希釈液とする。

検体等 0.5mL を正確に採り、水を加えて正確に 5mL としたものを試料とする。

各標準希釈液についても、同様に操作する。

これらに 1mol/L 硫酸試液 5mL 及びジチゾン試液 10mL ずつを加えて、5 分間激しく振り混ぜる。静置後、四塩化炭素層を分取し、それぞれに水 10mL を加えて振り混ぜ、静置後、水層を捨て、更にアンモニア試液 10mL を加えて振り混ぜ、静置後、水層を捨てる。この洗浄操作を 3 回繰り返した後、水 10mL をそれぞれに加えて振り混ぜる。

水層を捨て、四塩化炭素層をろ紙でろ過したものについて、波長 480nm の吸光度を測定する。

水銀ジチゾン錯塩は、直射日光や熱に対して不安定なので、液温 20 以下で抽出し、抽出後は暗所に置き、できるだけ迅速に測定する。

標準希釈液の吸光度から検量線を作成し、試料の吸光度を検量線に挿入して検体等のチメロサル含有量を求める。別に対照として、水について同様に操作して吸光度を測定し、補正に用いる。

3 判定

試験の結果、別に規定する場合を除き、チメロサル含有量が 0.01w/v% 以下のときは、この試験に適合とする。