

## マクロゴール定量法

ポリオキシエチレン系非イオン界面活性剤にリンモリブデン酸を加えて錯塩沈殿を生成させ、チオシアン酸アンモニウムと塩化スズ( )で処理すると橙黄色に呈色する。これを利用し、波長 470nm の吸光度から検体等のマクロゴール含有量を定量する方法である。

適否の判定は、各条の規定による。

### 1 標準液及び試液

#### 1.1 マクロゴール標準液 (10 µg/mL)

マクロゴール 4,000 又はマクロゴール 6,000 の 200mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 1,000mL とする。この溶液 5 mL を正確に採り、水を加えて正確に 100mL とする。

#### 1.2 塩化バリウム試液

塩化バリウム 10g に水を加えて溶かし、正確に 100mL とする。

#### 1.3 リンモリブデン酸試液

リンモリブデン酸 10g に水を加えて溶かし、100mL とする。

#### 1.4 チオシアン酸アンモニウム試液

チオシアン酸アンモニウム 10g に水を加えて溶かし、100mL とする。

#### 1.5 塩化スズ( )試液

塩化スズ( ) 二水和物 2 g を 10mL の塩酸に溶かし、水を加えて 100mL とする。必要があれば、ろ過する。

#### 1.6 希塩酸試液

塩酸 23.6mL に水を加えて 100mL とする。

### 2 試験方法

検体等の適当量を正確に採り、これに同量のアセトンを加え、室温に 10 ~ 15 分間放置する。この間時々振とうする。これを 3,000rpm で 10 分間遠心し、上清をマクロゴールが 1mL 中 10 ~ 50 µg 含まれるように水で希釈して試料とする。

マクロゴール標準液 1、2、3、4 及び 5 mL を正確に採り、それぞれに水を加えて正確に 5 mL とし、1 mL 中 2、4、6、8 及び 10 µg の標準希釈液とする。試料 1 mL を正確に採り、水を加えて正確に 5 mL とする。これと各標準希釈液にそれぞれ希塩酸試液 3 滴、塩化バリウム試液 2 滴及びリンモリブデン酸試液 2 滴を加えてよく混和し、40 °C で 10 分間反応させた後、10 分間遠心分離して上清を捨て、更に数回遠心洗浄し、必要があれば、遠心管を 1 ~ 2 分間逆さにして、水分を除き、1.2mL ずつ硫酸を加え、加熱して沈殿を溶解する。更に水を加えて 6 mL とし、チオシアン酸アンモニウム試液 1 mL 及び塩化スズ( )試液 0.5mL を加え、水を加えて正確に 10mL とし、よく混和する。20 分後、波長 470nm の吸光度を測定する。

標準希釈液の吸光度から検量線を作成し、試料の吸光度を挿入して検体等のマクロゴール含有量を求める。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。