

ステージ4 改訂1

ワセリン

Petrolatum

ワセリンは、石油から得られる炭化水素類の半固形混合物を精製したものである。本品には適当な抗酸化剤を加えることができる。

性状 本品は黄色～淡い琥珀色の油脂様の塊で、加温して融かしても、液の蛍光はわずかである。薄層に伸ばすとき、透明である。

本品は水にほとんど溶けず、ベンゼン、二硫化炭素、クロロホルム及びテルピン油に溶けやすく、ジエチルエーテル、ヘキサン及び各種不揮発性及び揮発性のオイルにやや溶けやすく、冷やしたエタノール(95)又は加熱したエタノール(95)及び冷やしたエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

貯法 光を避け、密閉容器に保存する。

表示 添加された抗酸化剤の名称及び添加比率を表示する。稠度を表示する場合は稠度の項に従って試験を行う。

確認試験 赤外吸収スペクトル測定法。試料は融解させ、塩化ナトリウム板の間にフィルム状に展延して測定する。

色調 本品約 10 g を蒸気浴上で融かし、その 5 mL を 15×150 mm の透明なガラス試験管に移し、融解状態を保つ。融解した液体の色は、白色背景に対して蛍光を生じない角度に立てた試験管を反射光で比較するとき、同様の試験管に入れた塩化鉄(Ⅲ)溶液 3.8 mL 及び塩化コバルト溶液 1.2 mL の混液の色より濃くなく、同様に試験管に入れた塩化鉄(Ⅲ)溶液 0.5 mL 及び 10 mg/mL 塩酸 4.5 mL の混液の色と同じか、これより濃い。

滴点試験

()装置 装置は、螺合された二つの金属シース A および B からなる。シース A には水銀温度計が固定され、シース B の下層部には金属カップが締め付けバンドにて緩めに固定されている。長さ 2 mm の固定支点にて、カップを的確に固定させ、温度計を中央に保持させる。シース B の側面に開けられた穴により圧力が調整される。カップの排出口の側面は平らで、開口部の縁は垂直でなくてはならない。水銀温度計の下層部は図に示す形状・寸法のもので、範囲 0～110 °C、目盛り 1 mm が 1 °C を示す。温度計の水銀溜めの直径は 3.5 ± 0.2 mm、高さは 6.0 ± 0.3 mm のもの。装置は、長さ約 200 mm で直径が外寸 40 mm の試験管の中央に取り付け、温度計が通る水平な溝の付いた栓で固定し、カップの開口部が試験管の底部から約 15 mm の高さになるようにする。全装置を水で満たされた約 1 L 容量のビーカーに沈め、試験管の底部がビーカーの底部から約 25 mm の深さになるように取り付ける。水面がシース A の上

層部に達するようにする。攪拌棒を使用して水温を一定に保つ。代わりに、自動試験器も用いることができる。

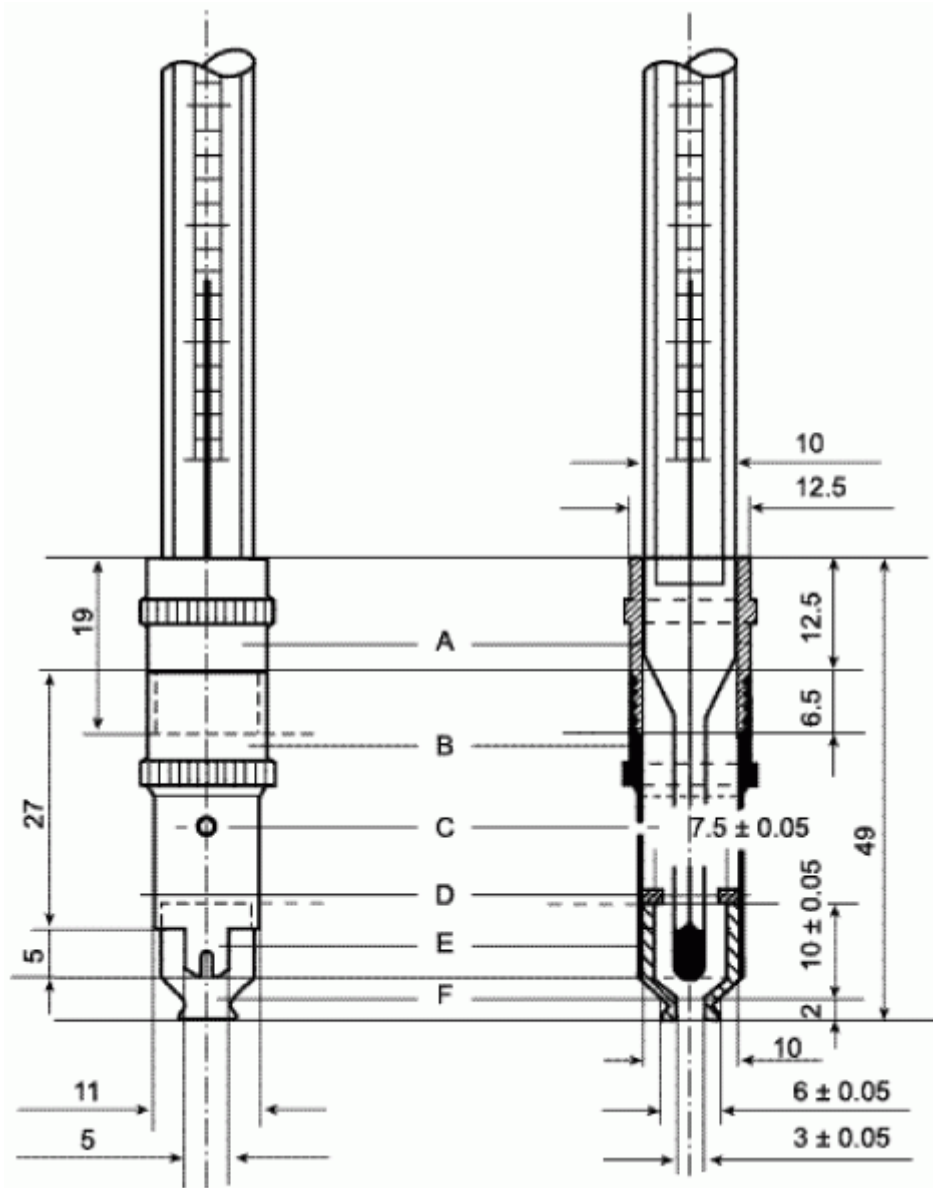


図 1. 滴点試験装置 (単位 mm)

- A. 上部金属シース
- B. 下部金属シース
- C. 圧力調整穴
- D. 固定支点
- E. 締め付バンド
- F. 金属サンプルカップ

() 操作法 本品につき、均一性を確保するために攪拌しながら 118 ~ 122 で加温した後、100 ~ 107 まで冷やす。金属カップをオープン中で 103 ~ 107 に加温した後、オープンから取り出し、清潔な皿又は磁器タイルの上に置き、溶解した試料適量をカップが完全に満杯になるように注ぐ。満杯のカップを 30 分間磁器タイル上で冷やしたのち、24 ~ 26 の水浴に入れ、30 ~ 40 分間静置する。試料を圧縮しないように、ナイフ又はカミソリで一回なでて、試料の表面を平らにする。滴点を求めるために、35 を開始温度とし、1 分に 1 の上昇速度で測定し、最初に滴下が見られた温度を記録する。少なくとも 3 回測定する。その際、毎回再調製したサンプルを使用する。各測定で得られた示度の差は 3 を越えてはならない。3 回の示度の平均値を、試料の滴点とする。滴点は 40 ~ 60 であり、ラベルに表示された温度から 5 より大きな差があってはならない。

稠度 表示に稠度が規定されている場合には、以下の試験操作により値を求める。

() 装置 — 次に示したサイズの取り外し可能な金属先端部を有する重さ 150 g の円錐形の研磨された金属製プランジャーを持つペネトロメーターで稠度を測定する：円錐の角度 30°C, 先端の直径 0.381 ± 0.025 mm, 基底部の直径 8.38 ± 0.05 mm, 高さ 14.94 ± 0.05 mm. 円錐形のその他の部分は角度 90°C, 高さ約 28 mm, 基底部の最大直径約 65 mm. 試験用容器は直径 100 ± 6 mm, 深さ 65 mm 以上の金属製の平底円筒形である。最低 1.6 mm (16-gauge) の金属で出来ており、液漏れしない十分に適合するふたを有する。

() 操作法 — オープンに必要数の試験用容器を入れ、それらの容器と一定量の本品を 82 ± 2.5 °C に加温する。1 個以上の容器に本品を注ぎ込み、容器の縁から 6 mm 以内まで満たす。通風を避けて 25 ± 2.5 °C で 16 時間以上冷やす。試験開始 2 時間前に、容器を 25 ± 0.5 °C の水浴中に入れる。室温が 23.5°C 未満又は 26.5°C を超える場合には装置を水浴中に入れて円錐体の温度を 25 ± 0.5 °C に調整する。試料の表面を乱さないように、容器をペネトロメーターの台に乗せ、円錐体の先端が、試料の表面に、容器の縁から 25 ~ 38 mm 離れた位置で丁度接触するまで円錐体を下げる。ゼロ点を調整し、直ちにプランジャーを離し、5 秒間放置する。プランジャーを固定し、目盛りからめり込み量を読む。めり込んだ部位が重ならないよう間隔を空けて 3 回以上測定する。めり込み量が 20 mm を超える場合には、別の試料容器を使用して各測定を行う。めり込み量は最短 0.1 mm まで読みとる。3 回以上の測定値の平均値を求め、各測定値が平均値から ± 3 % 以上の差異があるときは、合計 10 回まで測定する。最終の平均値が、10.0 mm 以上、30.0 mm 以下で、稠度 100 ~ 300 に相当する。

酸又はアルカリ 試料 10 g に沸騰水 20 mL を加え、1 分間激しく振り混ぜた後、放冷する。液 10 mL を取り、フェノールフタレイン試液 0.1 mL を加えると

き，液は無色である．淡赤色または赤色を呈するまで 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えるとき，その量は 0.5 mL 以下である．

強熱残分 本品 2 g を磁製又は白金製皿の上に載せ，ブンゼンバーナーで強熱するとき，揮発し，強熱残分は 0.05 % 以下である．

多環芳香族炭化水素 300 ppm 以下．あらかじめジメチルスルホキシド 10 mL と 2 回振り混ぜたヘキサン 50 mL に，本品 1.0 g を溶かす．この液を潤滑仕上げされていないすりガラスパーツ(留め具、栓)が付いた 125 mL の分液漏斗に移す．この分液漏斗にジメチルスルホキシド 20 mL を加え，1 分間激しく振り混ぜた後，透明な 2 層が形成されるまで放置する．下層を別の分液漏斗に移し，更にジメチルスルホキシド 20 mL を加え抽出を繰り返す．ヘキサン 20 mL と合わせた下層を 1 分間激しく振り混ぜる．透明な 2 層が形成されるまで放置後，下層を分離し，ジメチルスルホキシドを加え，50 mL の試料溶液とする．この液について，層長 4 cm で波長 260 nm～420 nm の吸光度を測定する．対照液には，ヘキサン 25 mL を加えたジメチルスルホキシド 10 mL を 1 分間激しく振り混ぜた後，透明な 2 層が形成されるまで放置して得られた下層を用いる．標準液としては，ナフタレン添加 6 mg/L ジメチルスルホキシド溶液を調製し，層長 4 cm で波長 278 nm の極大吸光度を測定する．この際ジメチルスルホキシドを対照液とする．波長 260 nm～420 nm における試料溶液の吸光度は，標準液の波長 278 nm における吸光度を超えない．

試薬・試液

塩化鉄(Ⅲ)の比較原液

塩化鉄(Ⅲ)六水和物($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)約 55 g を塩酸溶液(25→1000)に溶かし 1000 mL とする．この液 10 mL を 250 mL のヨウ素フラスコにとり，水 15 mL とヨウ化カリウム 3 g 及び塩酸 5 mL を加え，15 分間放置する．水 100 mL で希釈し，遊離するヨウ素をデンプン溶液 3 mL を指示薬として加え，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する．同一同量の試薬を用いて空試験を実施し，必要ならば補正する．0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム 1 mL は $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 27.03 mg と同等である．0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液 1 mL 中に $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ が 45.0 mg となるように，十分な塩酸と水の混合液を用いて，最終容量を調整する．

塩化コバルト(Ⅱ)の比較原液

塩化コバルト(Ⅱ)六水和物($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)約 65 g を塩酸溶液(25→1000)に溶かし 1000 mL とする．この液 5 mL を 250 mL のヨウ素フラスコにとり，過酸化水素液 5 mL と水酸化ナトリウム溶液(1→5) 15 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，ヨウ化カリウム 2 g と 20 mL の硫酸(1→4)を加える．沈殿が溶解した後，遊離するヨウ素をデンプン溶液 3 mL を指示薬として加え，0.1 N チオ硫酸ナトリウム標準液で滴定する．同一同量の試薬を用いて空試験を実施し，必要ならば補正する．0.1 mol

/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL は $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 23.79 mg と同等である。0.1 mol /L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL 中に $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ が 59.5 mg となるように、十分な塩酸と水の混合液を用いて、最終容量を調整する。

デンブンプン溶液

溶性デンブンプン 1 g と赤色ヨウ化第二水銀 10 mg を適量の冷水で薄いのり状にする。沸騰水 200 mL を加え、攪拌しながら 1 分間沸騰する。冷後、透明な液のみを用いる。

[注1－市販の安定化されたデンブンプン指示薬溶液が利用できる]

[注2－デンブンプン溶液を用時調製する場合には、赤色ヨウ化第二水銀は不要である。]

過酸化水素試液

100 mL に H_2O_2 2.5 g 以上, 3.5 g 以下を含む。

フェノールフタレイン試液

フェノールフタレイン 1 g をエタノール(95) 100 mL に溶かす。

メチルオレンジ溶液

メチルオレンジ 100 mg を水 100 mL に溶かす。必要ならばろ過する。