

白色ワセリン

ステージ 4 案

CP: USP

ブリーフィングノート

ステージ 3 案と比較して、次のように変更することを提案する。

1. 定義: EP の要請で、「安定剤」の用語は、単一用途の添加物に限定するため、「抗酸化剤」に変更した。
2. 確認試験: 赤外吸収スペクトル測定法を追加した。
3. 貯法: コメントに基づき、「光を避け」を追加した。
4. 表示: 「稠度を表示する場合は、稠度に従って試験を行う」を追加した。稠度試験は機能性の項目に属し、本調和案においては必須項目ではないため、この記述となっている。
5. 比重: 広い規格値では本品を特徴付けられないとのコメントに基づき削除した。
6. 融点: EP のコメントに基づき、世界の市販品をより良く反映するように、規格値を 38-60°C から 40-75°C に広げた。
7. 多環性芳香族炭化水素: 世界の規制当局のコメントに基づき、EP 医薬品各条に規定している試験を新規に追加した。

更に、本テキストはグローバルスタイルで記載した。

白色ワセリン
White Petrolatum

白色ワセリンは、石油から得られる半固体の炭化水素の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 本品は白色～微黄色の油脂様の塊で、薄層に伸ばすとき、0°Cに冷却した後も、透明である。

本品は水にほとんど溶けず、冷やしたエタノール又は加熱したエタノール及び冷やした無水エタノールに溶けにくく、ベンゼン、二硫化炭素及びクロロホルムに溶けやすく、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。

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第二鉄溶液 1.6 mL 及び水 3.4 mL の混液の色より濃くない。

融点 適量の試料を徐々に加熱して融解し、よくかき混ぜながら 90～92°C まで達したところで加熱をやめ、想定される試料の融点より 8～10°C 高い温度となるまで放冷する。温度計を 5°C 付近に冷却し、ぬぐって乾燥し、直ちに水銀球の半分を試料中に差し込み、直ちに抜き取り、垂直に保ち、放冷し、付着した試料が混濁してきたとき、16°C 以下の水中に 5 分間浸す。この温度計を試験管に挿入し、温度計の下端と試験管の底との間が 15 mm になるようにしっかりと温度計を固定する。この試験管を約 16°C の水を入れたビーカー中に吊るし、浴液の温度が 30°C になるまでは 1 分間に 2°C 上昇するように、その後は 1 分間に 1°C 上昇するように加熱を続ける。温度計から融解した試料の最初の 1 滴が離れたときの温度を測定する。試料の融解からの操作を 2 回繰り返し、3 回の測定値の差が 1°C 未満のときはその平均値をとり、1°C 以上のときは更にこの操作を 2 回繰り返し、合わせて 5 回の繰り返し試験の平均値をとり、融点とする。

白色ワセリンの融点は 40°C から 75°C である。

稠度

装置一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°、

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° , 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, 液漏れしないよくフィットするふたを有する.

操作法—必要数の試験用容器をオープンに入れ, それら及び本品の一定量を $82 \pm 2.5^\circ\text{C}$ に加温する. この容器に本品を注ぎ入れ, 容器の縁から 6 mm 以内まで満たし, 通風を避けて $25 \pm 2.5^\circ\text{C}$ に 16 時間以上冷やす. 試験の 2 時間前, 容器を $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ の水浴中に入れる. 室温が 23.5°C 以下又は 26.5°C 以上の場合には装置の円錐形部を水浴中に入れてその温度を $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 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, 容器の縁から 25 ~ 38 mm 離れた部分の試料表面に触れるまで円錐形部を下げる. ゼロ点を決め, 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部位で 3 回以上測定する. めり込み量が 20 mm を超える場合にはその都度試料容器を換えて試験する. めり込み量は 0.1 mm まで読みとる. 3 回以上の読みとり平均値を求め, 各測定値の平均値からの隔たりが $\pm 3\%$ 以上のときは, 合計 10 回まで測定する. 最終の平均値は, 10.0 mm 以上, 30.0 mm 以下であり, 稠度 100~300 に相当する.

酸度 アルカリ度の試験において, フェノールフタレイン溶液を加えてピンク色を呈さない場合は, メチルオレンジ溶液 0.1 mL を加えるとき, 液は赤色又はピンク色を呈さない.

アルカリ度 本品 35 g を適切なサイズのビーカーに入れ, 沸騰水 100 mL を加え, ふたをし, 攪拌機能付きのホットプレートで沸騰を保つ. 5 分後, 層が分離したところで, 水層をカセロールに移しとり, 更に沸騰水 50 mL で 2 回洗い, 洗液はカセロールに合わせる. この液にフェノールフタレイン溶液 1 滴を加え沸騰させるとき, 液はピンク色を呈さない.

強熱残分 本品 2 g を磁製又は白金製皿に入れ, ブンゼンバーナーで強熱するとき, 刺激臭を発生することなく揮発し, 強熱残分は 0.1% 以下である.

有機酸 本品 20.0 g に水と中和したエタノールの混液 (2:1) 100 mL を加え, 良く攪拌し, 沸騰するまで加熱する. フェノールフタレイン溶液 1 mL を加え, 0.1 N 水酸化ナトリウム溶液で, 鮮明なピンク色を終点として, 激しく攪拌しながら素早く滴定する. 0.100 N 水酸化ナトリウム溶液の消費量は 400 μL 以下である.

不揮発性油, 油脂及び樹脂 本品 10 g に 5 N 水酸化ナトリウム溶液 50 mL を加えて, 100°C で 30 分間分解する. 水層を分離し, 5 N 硫酸溶液を加えて酸性とするとき, 油状物又は固形物の分離を認めない.

多環性芳香族炭化水素 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。この液をストッパーとコックに潤滑グリスを使用していない 125 mL の分液ロートに移す。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、2 層が透明になるまで放置する。下層を別の分液ロートに移し、ジメチルスルホキシド 20 mL との抽出を繰り返す。下層を合わせたものをヘキサン 20 mL と 1 分間激しく振り混ぜる。2 層が透明になるまで放置後、下層を分離し、ジメチルスルホキシド 50 mL を加え、試料溶液とする。この液について、光路長 4 cm で、波長 260 nm～420 nm の吸光度を測定する。対照液には、ジメチルスルホキシド 10 mL とヘキサン 25 mL を 1 分間激しく振り混ぜた後、2 層が透明になるまで放置した下層を用いる。標準液としては、ナフタリンのジメチルスルホキシド溶液 (6 mg/L) を調製し、光路長 4 cm で、ジメチルスルホキシドを対照液として波長 278 nm の吸光度を測定する。波長 260 nm～420 nm の範囲で試料溶液の吸光度は、標準液の波長 278 nm の吸光度を上まわらない。

試薬・試液

塩化第二鉄溶液

塩化第二鉄 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 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、0.1 N チオ硫酸ナトリウム標準液で滴定する。同様にして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 N 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 と当量である。十分な塩酸と水の混合液を用いて、最終容量を 0.1 N チオ硫酸ナトリウム標準液 1 mL が $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 45.0 mg と当量となるように調整する。

デンプン溶液

溶性デンプン 1 g と赤色ヨウ化第二水銀 10 mg を適量の冷水でペースト状にする。沸騰水 200 mL を加え、攪拌しながら 1 分間沸騰する。冷後、透明な液を用いる。
[注—市販の安定化されたデンプン指示薬溶液が利用できる]

過酸化水素溶液

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溶液

フェノールフタレイン 1 g をエタノール 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。