

(2) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え, 30 分間煮沸し, 蒸発して約 5 mL とし, 冷後, 希硫酸で酸性とし, 析出した沈殿をろ取し, 少量の水でよく洗い, デシケーター(シリカゲル)で乾燥するとき, その融点は 213 ~ 217 °C である.

(3) 本品 0.05 g に酢酸(31) 2 滴及び硫酸 5 滴を加えて 5 分間加温するとき, 液は酢酸メチルのにおいを発する.

融 点 125 ~ 128 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g に水 50 mL を加えて加熱した後, 氷水中で時々振り混ぜて 1 時間放置し, 水を加えて 100 mL とし, ろ過する. ろ液 25 mL をとり, 試験を行う. 比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加える(0.035 % 以下).

(2) 硫酸塩 (1) のろ液 40 mL をとり, 試験を行う. 比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える(0.024 % 以下).

(3) 重金属 本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし, 希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする. これを検液とし, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL, 希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする(20 ppm 以下).

(4) パラオキシ安息香酸及びサリチル酸 本品 0.50 g をジエチルエーテル 30 mL に溶かし, 炭酸水素ナトリウム溶液(1 → 100) 20 mL を加えて振り混ぜ, 水層を分取し, デシケーター(シリカゲル)で恒量になるまで乾燥するとき, 残留物の量は 5.0 mg 以下である. また, 残留物に水 5 mL を加え, 加温してろ過し, ろ液に希塩化鉄(III)試液 2 ~ 3 滴を加えるとき, 液は紫色を呈しない.

(5) 硫酸呈色物 本品 0.50 g をとり, 試験を行う. 液の色は色の比較液 D より濃くない.

乾燥減量 0.5 % 以下(2 g, シリカゲル, 3 時間).

強熱残分 0.10 % 以下(1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 2 g を精密に量り, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を正確に加えて 30 分間煮沸し, 冷後, 過量の水酸化ナトリウムを 0.5 mol/L 硫酸で滴定する(指示薬: プロモチモールブルー試液 5 滴). ただし, 終点の色は pH 6.5 のリン酸塩緩衝液に同じ指示薬を加えたときの色とする. 同様の方法で空試験を行う.

$$1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} = 152.15 \text{ mg C}_8\text{H}_{18}\text{O}_3$$

貯 法 容 器 密閉容器.

パラフィン

Paraffin

本品は石油から得た固形の炭化水素類の混合物である.

性 状 本品は無色又は白色のやや透明な結晶性の塊で, におい及び味はない.

本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく, 水, エタノール(95) 又はエタノール(99.5) にほとんど溶けない.

比重 d_{20}^{20} : 約 0.92 [油脂試験法の比重(2)を準用する].

確認試験

(1) 本品を磁製皿にとり, 強く加熱して点火するとき, 明るい炎をだして燃え, パラフィン蒸気のにおいを発する.

(2) 本品 0.5 g にイオウ 0.5 g を加え, 注意して振り混ぜながら加熱するとき, 硫化水素のにおいを発する.

融 点 50 ~ 75 °C (第 2 法).

純度試験

(1) 酸又はアルカリ 本品 10.0 g に熱湯 10 mL 及びフェノールフタイン試液 1 滴を加え, 水浴中で 5 分間加熱した後, 激しく振り混ぜるとき, 赤色を呈しない. また, これに 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えて振り混ぜるとき, 赤色を呈する.

(2) 重金属 本品 2.0 g をるつぼにとり, 徐々に加熱して炭化した後, 450 ~ 550 °C で灰化する. 冷後, 塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し, 残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする. これを検液とし, 試験を行う. 比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする(10 ppm 以下).

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下).

(4) イオウ化合物 本品 4.0 g にエタノール(99.5) 2 mL を加え, これに水酸化ナトリウム溶液(1 → 5) に酸化鉛(II)を飽和した澄明な液 2 滴を加え, しばしば振り混ぜながら 70 °C で 10 分間加熱するとき, 水層は暗褐色を呈しない.

(5) 硫酸呈色物 本品 5.0 g をネスラー管にとり, 融点付近で融解し, 硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加えて, 70 °C の水浴中で 5 分間加温後取り出す. 次に直ちに 3 秒間激しく上下に振り, 70 °C の水浴中で, 1 分間加温する操作を 5 回繰り返すとき, 硫酸層の色は次の比較液より濃くない.

比較液: 塩化鉄(III)の色の比較原液 3.0 mL に塩化コバルト(II)の色の比較原液 1.5 mL, 硫酸銅(II)の色の比較原液 0.50 mL 及び流动パラフィン 5 mL を加え激しく振り混ぜる.

貯 法 容 器 密閉容器.

軽質流动パラフィン

Light Liquid Paraffin

本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である. 本品は安定剤として適当な型のトコフェロール 0.001 % 以下を加えることができる.

性 状 本品は無色で, ほとんど螢光を発しない澄明の油液で, におい及び味はない.

本品はジエチルエーテルに溶けやすく, 水又はエタノール(95) にほとんど溶けない.

沸点: 300 °C 以上.

確認試験

- (1) 本品を磁製皿にとり、強く加熱して点火するとき、明るい炎をだして燃え、パラフィン蒸気のにおいを発する。
- (2) 本品 0.5 g にイオウ 0.5 g を加え、注意して振り混ぜながら加熱するとき、硫化水素のにおいを発する。
- 比重 d_{20}^{20} : 0.830 ~ 0.870
- 粘度 37 mm²/s 未満(第1法, 37.8 °C).

純度試験

- (1) におい 本品を小ビーカーにとり、水浴上で加熱するとき、異臭を発しない。
- (2) 酸又はアルカリ 本品 10 mL に熱湯 10 mL 及びフェノールフタレン試液 1 滴を加えて激しく振り混ぜるとき、赤色を呈しない。また、これに 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えて振り混ぜるとき、赤色を呈する。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をるつぼにとり、徐々に加熱して炭化した後、450 ~ 550 °C で灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする(10 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第3法により検液を調製し、装置Bを用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。
- (5) 固形パラフィン 本品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その 50 mL をネスラー管にとり、氷水中で 4 時間冷却するとき、混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない。
- 比較液: 0.01 mol/L 塩酸 1.5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、硝酸銀試液 1 mL を加え、5 分間放置する。
- (6) イオウ化合物 本品 4.0 mL にエタノール(99.5) 2 mL を加え、水酸化ナトリウム溶液(1 → 5)に酸化鉛(II)を飽和した透明な液 2 滴を加え、しばしば振り混ぜながら、70 °C で 10 分間加熱した後、放冷するとき、液は暗褐色を呈しない。
- (7) 多環芳香族炭化水素 本品 25 mL を 25 mL のメスシリンドーにとり、100 mL の分液漏斗に移し、メスシリンドーを吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、よく振り混ぜる。これに吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜた後、15 分間放置する。下層を 50 mL の分液漏斗に移し、吸収スペクトル用ヘキサン 2 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜた後、2 分間静置する。下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し、毎分 2500 ~ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た透明な液を試料溶液とする。別に吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL を 50 mL の分液漏斗にとり、吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜた後、2 分間静置する。下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し、毎分 2500 ~ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た透明な液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により直ちに試験を行うとき、波長 260 ~ 350 nm における試料溶液の吸光度は 0.10 以下である。
- (8) 硫酸呈色物 本品 5 mL をネスラー管にとり、硫酸

呈色物用硫酸 5 mL を加え、水浴中で 2 分間加熱した後、取り出し、直ちに 5 秒間激しく上下に振り混ぜる。この操作を引き続き 4 回繰り返すとき、流動パラフィン層は変色しない。また、硫酸層の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 塩化鉄(III)の色の比較原液 3.0 mL に塩化コバルト(II)の色の比較原液 1.5 mL 及び硫酸銅(II)の色の比較原液 0.50 mL を加えて振り混ぜる。

貯 法 容 器 気密容器。

流動パラフィン

Liquid Paraffin

本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である。本品には安定剤として適当な型のトコフェロール 0.001 % 以下を加えることができる。

性 状 本品は無色で、ほとんど螢光を発しない透明の油液で、におい及び味はない。

本品はジエチルエーテルに溶けやすく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくく、水又はエタノール(95)にほとんど溶けない。

沸点: 300 °C 以上。

確認試験

- (1) 本品を磁製皿にとり、強く加熱して点火するとき、明るい炎をだして燃え、パラフィン蒸気のにおいを発する。
- (2) 本品 0.5 g にイオウ 0.5 g を加え、注意して振り混ぜながら加熱するとき、硫化水素のにおいを発する。

比重 d_{20}^{20} : 0.860 ~ 0.890

粘 度 37 mm²/s 以上(第1法, 37.8 °C).

純度試験

- (1) におい 本品を小ビーカーにとり、水浴上で加熱するとき、異臭を発しない。
- (2) 酸又はアルカリ 本品 10 mL に熱湯 10 mL 及びフェノールフタレン試液 1 滴を加えて激しく振り混ぜるとき、赤色を呈しない。また、これに、0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えて振り混ぜるとき、赤色を呈する。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をるつぼにとり、徐々に加熱して炭化した後、450 ~ 550 °C で灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする(10 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第3法により検液を調製し、装置Bを用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1 → 50)10 mL を加えた後、過酸化水素(30)1.5 mL を加え、点火して燃焼させる(2 ppm 以下)。
- (5) 固形パラフィン 本品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その 50 mL をネスラー管にとり、氷水中で 4 時間冷却するとき、混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない。

比較液: 0.01 mol/L 塩酸 1.5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、硝酸銀試液 1 mL を加え、5 分間放置する。