

ステアリン酸カルシウム

Calcium Stearate

本品は主としてステアリン酸 ($C_{18}H_{36}O_2$: 284.48) 及びパルミチン酸 ($C_{16}H_{32}O_2$: 256.42) のカルシウム塩である。

本品を乾燥したものは定量するとき、カルシウム (Ca: 40.08) 6.4 ~ 7.1 % を含む。

性状 本品は白色の軽くてかさ高い粉末で、なめらかな触感があり、皮膚につきやすく、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 3 g に薄めた塩酸 (1 → 2) 20 mL 及びジエチルエーテル 30 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、放置する。分離した水層はカルシウム塩の定性反応 (1)、(2) 及び (4) を呈する。
- (2) (1) のジエチルエーテル層を分取し、希塩酸 20 mL、10 mL、次に水 20 mL を用いて順次洗った後、水浴上でジエチルエーテルを留去するとき、残留物の融点は 54 °C (第 2 法) 以上である。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、2 分間加温し、冷後、ろ過し、水 15 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、これに希酢酸 2 mL、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 本品 1.0 g に薄めた塩酸 (1 → 2) 5 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、放置して水層を分取し、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 4.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で 10 分間加温した後、温湯 10 mL、10 mL 及び 5 mL を用いてフラスコに移し入れ、次に液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え、更に 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL、エリオクロムブラック T 試液 4 滴及びメチルエロー試液 5 滴を加えた後、直ちに過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 塩化マグネシウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の緑色が消え、赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

$$\begin{aligned} &0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二} \\ &\text{水素二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 2.0039 \text{ mg Ca} \end{aligned}$$

貯法 容器 密閉容器。

ステアリン酸ポリオキシシ 40

Polyoxyl 40 Stearate

ポリオキシシ 40 モノステアリン酸エステル

本品は酸化エチレンの縮重合体のモノステアリン酸エステルで、 $H(OCH_2CH_2)_nOCOC_{17}H_{35}$ で表され、 n は約 40 である。

性状 本品は白色～淡黄色のろうよりの塊又は粉末で、においはないか、又はわずかに脂肪よりのにおいがある。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにやや溶けやすい。

凝固点 39.0 ~ 44.0 °C

脂肪酸の凝固点 53 °C 以上。

酸価 1 以下。

けん化価 25 ~ 35

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 0.67 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 (3 ppm 以下)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

貯法 容器 気密容器。

ステアリン酸マグネシウム

Magnesium Stearate

本品は主としてステアリン酸 ($C_{18}H_{36}O_2$: 284.48) 及びパルミチン酸 ($C_{16}H_{32}O_2$: 256.42) のマグネシウム塩である。

本品を乾燥したものは定量するとき、マグネシウム (Mg: 24.31) 4.0 ~ 5.0 % を含む。

性状 本品は白色の軽くてかさ高い粉末で、なめらかな触感があり、皮膚につきやすく、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品は水又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 5.0 g を丸底フラスコにとり、過酸化物を含まないジエチルエーテル 50 mL、希硝酸 20 mL 及び水 20 mL を加え、還流冷却器を付けて完全に溶けるまで加熱する。冷後、フラスコの内容物を分液ロートに移し、振り混ぜた後、放置して水層を分取する。ジエチルエーテル層は水 4 mL で 2 回抽出し、抽出液を先の水層に合わせる。この抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル 15 mL で洗った後、50 mL のメスフラスコに移し、水を加えて正確に 50 mL とした後、振り混ぜて試料溶液とする。この液はマグネシウム塩の定性反応を呈する。
- (2) ステアリン酸・パルミチン酸含量比試験において、試料溶液から得たステアリン酸及びパルミチン酸に相当するピークの保持時間は、装置調整用溶液から得たステアリン酸及びパルミチン酸のピークの保持時間に等しい。

純度試験

- (1) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え、振り混ぜながら水浴上で 1 分間加熱し、冷後、ろ過する。このろ液 10 mL にプロモチモールブルー試液 0.05 mL を加える。この液に 0.1 mol/L 塩酸又は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.05 mL を正確に加えるとき、液の色は変わる。
- (2) 塩化物 確認試験 (1) で得た試料溶液 10.0 mL につき試験を行う。比較液には 0.02 mol/L 塩酸 1.40 mL を加える (0.10 % 以下)。
- (3) 硫酸塩 確認試験 (1) で得た試料溶液 10.0 mL につき試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 硫酸 10.2 mL を加える (1.0 % 以下)。
- (4) 重金属 本品 1.0 g をとり、初めは弱く加熱し、次に約 500 ± 25 °C で強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、2 分間加熱し、冷後、ろ過し、ろ紙を水 15 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、これに希酢酸 2 mL、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。
- (5) ステアリン酸・パルミチン酸含量比 本品 0.10 g を正確に量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。冷却器からヘプタン 4.0 mL を加え、約 10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20 mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘプタン層を、あらかじめヘプタンで洗った約 0.1 g の無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1.0 mL を 10 mL のメスフラスコにとり、ヘプタンを加えて正確に 10 mL とし、振り混ぜ、試料溶液とする。試料溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液のステアリン酸メチルのピーク面積 A 及び得られたすべての脂肪酸エステルのピーク面積 B (検出したすべてのピークの面積) を測定し、本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率 (%) を次式により計算する。

$$\text{ステアリン酸の比率 (\%)} = \frac{A}{B} \times 100$$

同様に、本品中に含まれるパルミチン酸の比率 (%) を計算する。ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルの合計ピーク面積は、クロマトグラムで得られたすべての脂肪酸エステルのピークの合計面積の、それぞれ 40 % 以上及び 90 % 以上である。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm、長さ 30 m の石英製カラムの内面に厚さ 0.5 μm でガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 15000-ジエポキシドを被覆したものの。

カラム温度：試料注入後 2 分間 70 °C に保ち、その後、毎分 5 °C の速度で 240 °C まで上昇させた後、この温度を 5 分間維持する。

注入口温度：220 °C 付近の一定温度

検出器温度：260 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：ステアリン酸メチルの保持時間が約 32 分になるように調整する。

スプリット比：スプリットレス

面積測定範囲：溶媒のピークの後からステアリン酸メチルの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：デシケーター (シリカゲル) で 4 時間乾燥したガスクロマトグラフ用ステアリン酸及びガスクロマトグラフ用パルミチン酸それぞれ 0.050 g を正確に量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、以下、試料溶液と同様に操作し、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、ヘプタンを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 μL から得たステアリン酸メチルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のステアリン酸メチルのピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、パルミチン酸メチル、ステアリン酸メチルの順に溶出し、ステアリン酸メチルに対するパルミチン酸メチルの相対保持時間比は約 0.86 で、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、パルミチン酸メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は 6.0 % 以下である。また、この繰り返して得られるステアリン酸メチルのピーク面積に対するパルミチン酸メチルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

乾燥減量 6.0 % 以下 (2 g, 105 °C 恒量)。

微生物限度 微生物限度試験により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 1000 以下で、真菌 (かび及び酵母) 数は 500 以下である。またサルモネラ及び大腸菌は認めない。

定量法 本品を乾燥し、約 0.5 g を精密に量り、250 mL のフラスコにとり、これにエタノール (99.5) /1-ブタノール混液 (1:1) 50 mL、アンモニア水 (28) 5 mL、pH 10 の塩化アンモニウム緩衝液 3 mL、0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30.0 mL 及びエリオクロムブラック T 試液 1 ~ 2 滴を加え、振り混ぜる。この液が澄明となるまで 45 ~ 50 °C で加熱し、冷後、過剰のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.1 mol/L 硫酸亜鉛液で液が青色から紫色に変わるまで滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} &0.1 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二} \\ &\text{水素二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 2.4305 \text{ mg Mg} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。