

1 次のように改める。

2 ステアリン酸マグネシウム

3 Magnesium Stearate

4 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である。

5 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

6
7 [557-04-0]

8 本品は植物又は動物由来の固体混合脂肪酸のマグネシウム塩で、主としてステアリン酸マグネシウム及びパルミチン酸マグネシウムからなる。

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、マグネシウム(Mg : 24.31)4.0~5.0%を含む。

11 ◆**性状** 本品は白色の軽くてかさ高い粉末で、なめらかな感触があり、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。

12 本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。◆

14 **確認試験** 本品 5.0g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 50mL、希硝酸 20mL及び水 20mLを加え、振り混ぜた後、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漏斗に移し、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 4mL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 15mLで洗った後、50mLのメスフラスコに移し、水を加えて正確に 50mLとし、試料溶液とする。試料溶液 1mLにアンモニア試液 1mLを加えるとき、白色の沈殿を生じ、塩化アンモニウム試液 1mLを追加するとき、沈殿は溶ける。更にリン酸水素二ナトリウム十二水和物溶液(4→25)1mLを追加するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

21 純度試験

22 (1) 酸又はアルカリ 本品 1.0gに新たに煮沸して冷却した水 20mL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 10mLにプロモチモールブルー試液 0.05mLを加える。この液に液の色が変わるまで 0.1mol/L塩酸又は 0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加するとき、その量は 0.05mL以下である。

24 (2) 塩化物 (1.03) 確認試験で得た試料溶液 10.0mLにつき試験を行う。比較液には 0.02mol/L塩酸 1.4mLを加える(0.1%以下)。

26 (3) 硫酸塩 (1.14) 確認試験で得た試料溶液 3.0mLにつき試験を行う。比較液には 0.01mol/L硫酸 3.0mLを加える(1.0%以下)。

28 ◆(4) 重金属 (1.07) 本品 1.0gをとり、初めは弱く加熱し、次に約 500±25℃で強熱して灰化する。冷後、塩酸 2mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20mL及び希酢酸 2mLを加え、2 分間加温し、冷後、ろ過し、ろ紙を水 15mLで洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 2mLを水浴上で蒸発し、これに希酢酸 2mL、鉛標準液 2.0mL及び水を加えて 50mLとする(20ppm以下)。◆

33 **乾燥減量** (2.41) 6.0%以下(2g, 105°C, 恒量)。

34 ◆**微生物限度** (4.05) 試験を行うとき、本品 1g当たり、総好気性微生物数の許容基準は 10³CFUで、総真菌数の許容基準は 5×10²CFUである。またサルモネラ及び大腸菌を認めない。◆

36 **ステアリン酸・パルミチン酸含量比** 本品 0.10gを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 5.0mL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 4mLを加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL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 0.1g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 1.0mLを 10mLのメスフラスコにとり、ヘプタンを加えて正確に 10mLとし、試料溶液とする。試料溶液 1μLにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) 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及びすべての脂肪酸エステルピークの合計面積B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。

44
$$\text{ステアリン酸の比率(\%)} = A / B \times 100$$

45 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
46 酸メチルとパルミチン酸メチルのピークの合計面積は、すべての脂肪酸エステルとのピークの合計面積の、それぞれ
47 40%以上及び90%以上である。

48 試験条件

49 検出器：水素炎イオン化検出器

50 カラム：内径 0.32mm、長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に厚さ 0.5 μ m でガスクロマトグラフィー用ポリ
51 エチレングリコール 15000-ジエポキシドを被覆したもの。

52 カラム温度：注入後 2 分間 70°C に保ち、その後、240°C まで毎分 5°C で昇温し、240°C を 5 分間保持する。

53 注入口温度：220°C 付近の一定温度

54 検出器温度：260°C 付近の一定温度

55 キャリヤーガス：ヘリウム

56 流量：毎分 2.4mL

57 スプリット比：スプリットレス

58 ◆面積測定範囲：溶媒のピークの後から 41 分まで◆

59 システム適合性

60 ◆検出の確認：◆ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸及びガスクロマトグラフィー用パルミチン酸それぞれ
61 約 50mg を、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとり、三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0mL を
62 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
63 溶液 1mL を正確に量り、ヘプタンを加えて正確に 10mL とする。この液 1mL を正確に量り、ヘプタンを加え
64 て正確に 10mL とする。さらに、この液 1mL を正確に量り、ヘプタンを加えて正確に 10mL とする。この液 1 μ L
65 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
66 の 0.05~0.15% になることを確認する。◆

67 システムの性能：システム適合性試験用溶液 1 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ステアリン酸メチルに対
68 するパルミチン酸メチルの相対保持時間は約 0.9 であり、その分離度は 5.0 以上である。

69 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
70 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 3.0% 以下である。また、ステアリン酸メチルの
71 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。

72 **定量法** 本品約 0.5g を精密に量り、250mL 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:
73 1)50mL、アンモニア水(28)5mL、pH10 の塩化アンモニウム緩衝液 3mL、0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素
74 二ナトリウム液 30.0mL 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。この液が澄明になるまで 45
75 ~50°C で加熱し、冷後、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.1mol/L 硫酸亜鉛液で液の青色が紫
76 色に変わるまで滴定 (2.50) する。同様の方法で空試験を行う。

77 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL = 2.431mg Mg

78

79 ◆貯法 容器 気密容器。◆

80