

[国際調和]

ステージ 4
ラウリル硫酸ナトリウム
Sodium Lauryl Sulfate

Sulfuric acid monododecyl ester sodium salt

Sodium monododecyl sulfate [151-21-3]

本品は主としてラウリル硫酸ナトリウム $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_2\text{OSO}_3\text{Na}]$ からなるアルキル硫酸ナトリウムの混合物である。結合した塩化ナトリウムの量と硫酸ナトリウムの量は合わせて 8.0 % 以下である。本品は定量するとき、アルキル硫酸ナトリウムを $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ として 85.0 % 以上を含む。

確認試験

A: 本品 2.5 g をシリカ製又は白金製のろつぼに入れ、5 mol/L 硫酸試液 2 mL を加える。水浴上で加熱し、次いで注意してバーナーで徐々に温度を上げる。次にできれば電気炉に入れ、 600 ± 25 で全ての黒色粒子が消失するまで強熱する。放冷後、1 mol/L 硫酸試液数滴を加え、再び同様に加熱及び強熱する。2 mol/L 炭酸アンモニウム試液数滴を加え、蒸発乾固した後、更に同様に強熱する。冷後、残留物に水 50 mL を加えて溶かし、かき混ぜる。この液 2 mL にヘキサヒドロキソアンチモン()酸カリウム試液 4 mL を加える。必要ならば、ガラス棒で試験管の内壁をこする。白色の結晶性の沈殿を生じる。

B: 本品の水溶液(1 10)につき、塩酸を加えて酸性とし、次に 20 分間煮沸するとき、沈殿を生じない。この液に塩化バリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

C: 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし、振り混ぜるとき、多量の泡を生成する。

D: C の液 0.1 mL にメチレンブルー溶液(1 1000) 0.1 mL 及び希硫酸 2 mL を加える。この液にジクロロメタン 2 mL を加えて振り混ぜるとき、ジクロロメタン層は濃青色を呈する。

純度試験

(1) アルカリ 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かし、フェノールレッド試液を加えて 0.1 mol/L 塩酸で滴定する：中和に要する滴加量は 0.5 mL 以下である。

(2) 塩化ナトリウム 本品約 5 g を精密に量り、水約 50 mL に溶かす。この液を必要なら

ば希硝酸を加えて中性とし、0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 5 mL を正確に加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で最初の混濁を呈するまで滴定する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液 2 滴)。空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL=5.844 mg NaCl

(3) 硫酸ナトリウム

操作法 本品約 1 g を精密に量り、水 10 mL を加え、更にエタノール(95) 100 mL を加えて沸点近くで 2 時間加熱する。温時、ガラスろ過器でろ過し、沸騰エタノール(95) 100 mL で洗う。残留物を水 150 mL で溶かして洗い込み、洗液をビーカーに集める。希塩酸 10 mL を加え、沸騰するまで加熱し、塩化バリウム試液 25 mL を加え、一夜放置する。沈殿をろ取り、洗液に 1 mol/L 硝酸銀液を加えても混濁しなくなるまで水で洗う。沈殿を乾燥し、徐々に温度を上げ 500 ~ 600 で恒量になるまで強熱した後、質量を量り、硫酸バリウム(BaSO_4 : 233.39)の量とする。

硫酸ナトリウム(Na_2SO_4)の量(mg) = 硫酸バリウム(BaSO_4)の量(mg) \times 0.6086

(4) 未反応アルコール 本品約 10 g を精密に量り、水 100 mL に溶かし、エタノール(95) 100 mL を加える。この液を分液漏斗に入れ、石油エーテル 50 mL ずつで 3 回抽出する。乳化したときは、塩化ナトリウムを加えて二層への分離を助ける。全石油エーテル抽出液を合わせ、水 50 mL ずつで 3 回洗い、無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥する。石油エーテル抽出液をろ過して質量既知のビーカーにとり、水浴上で石油エーテルを留去し、次に 105 で 30 分間乾燥し、冷却し、質量を量る。残留物の量は本品の秤取量の 4.0 % 以下である。

定量法 本品 1.5 g に水を加え、必要ならば加温して溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メチレンブルー試液(0.003w/v%) 25 mL、ジクロロメタン 15 mL 及び水 20 mL を加え、0.004 mol/L ベンゼトニウム塩化物液で滴定する。ただし、滴定の終点は、0.004 mol/L ベンゼトニウム塩化物液を滴加して強く振り混ぜ、しばらく放置して二層に分離するとき、両層がほとんど同じ青色を呈するときとする。

0.004 mol/L ベンゼトニウム塩化物液 1 mL はアルキル硫酸ナトリウムの $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ としての量で 1.154 mg である。

試薬

ヘキサヒドロキソアンチモン()酸カリウム試液 ヘキサヒドロキソアンチモン()酸カリウム 2 g に水 100 mL を加える。この液を約 5 分間煮沸し、速やかに冷却し、水酸化カリウム溶液(3 20) 10 mL を加える。24 時間放置した後、ろ過する。

塩化バリウム試液 塩化バリウム二水和物 12 g を水に溶かし、100 mL とする。

希硫酸 硫酸 57 mL を水約 100 mL に注意しながら加え、室温に冷却後、水を加えて 1000 mL とする。

フェノールレッド試液(フェノールスルホンフタレイン試液) フェノールスルホンフタレイン 0.1 g をエタノール(95) 100 mL に溶かし、必要ならばろ過する。

希硝酸(10% HNO_3) [7697-37-2] 硝酸 105 mL に水を加えて 1000 mL とする。

希塩酸(10%) [7647-01-0] 塩酸 226 mL に水を加えて 1000 mL とする。

フルオレセインナトリウム試液 フルオレセインナトリウム 0.2 g を水に溶かし、100 mL とする。

メチレンブルー試液 メチレンブルー 3 mg、無水硫酸ナトリウム 5.0 g 及び硫酸 1.2 g を水に溶かし、100 mL とする。無水硫酸ナトリウムは乳化破壊剤である。

注：日局収載時には非調和事項として次の規格項目の追加を予定しています。

性状

貯法 容器