

## 仮訳

## ステアリン酸

Stearic Acid

## 定義

植物又は動物の油脂から得た主としてステアリン酸(C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub> : 284.5)及びパルミチン酸(C<sub>16</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub> : 256.4)の混合物である。

含量 :

ステアリン酸 50	ステアリン酸 : 40.0 ~ 60.0% ステアリン酸とパルミチン酸の合計含量 : 90.0%以上
ステアリン酸 70	ステアリン酸 : 60.0 ~ 80.0% ステアリン酸とパルミチン酸の合計含量 : 90.0%以上
ステアリン酸 95	ステアリン酸 : 90.0%以上 ステアリン酸とパルミチン酸の合計含量 : 96.0%以上

## 確認試験

A. 凝固点試験に適合する。(試験参照)

B. 酸価 194 ~ 212

本品(*m* g)の0.5 gを、あらかじめフェノールフタレイン試液0.5 mLを指示薬として0.1 mol/L水酸化カリウム又は0.1 mol/L水酸化ナトリウムで中和したエタノール(96%)と石油エーテルの等量混合液50 mLに溶かす。必要なら、約90°Cに加熱して本品を溶かす。被験物質を溶かした後、淡紅色が少なくとも15秒間続くまで、0.1 mol/L水酸化カリウム又は0.1 mol/L水酸化ナトリウムで滴定する(滴定液 *n* mL)。溶かすために加熱した場合、滴定中約90°Cに保つ。

$$I_A = 5.611 \, n/m$$

C. 定量法で得たクロマトグラムにおいて、試料溶液から得たクロマトグラムの主なピークの保持時間は標準溶液から得たクロマトグラムの主なピークとほぼ同一である。

## 試験法

## 酸価

本品5.0 gに二酸化炭素を含まない熱湯10 mLを加え、2分間振り混ぜ、徐々に冷ました後、ろ過する。ろ液にメチルオレンジ試液0.05 mLを加えるとき、液は赤色を呈しない。

ヨウ素価 表1を参照

本品1.0 gを、あらかじめ乾燥するか、又は酢酸(100)ですすいだ250 mLの共栓フラスコに入れ、他に規定がなければクロロホルム15 mLに溶かす。臭化ヨウ素試液25.0 mLをゆっくり加える。フラスコを密栓して遮光し、他に規定がなければ30分間時々振り混ぜて暗所に放置する。次に100 g/Lヨウ化カリウム溶液10 mL及び水100 mLを加える。激しく振り混ぜながら、0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウムで液の色の黄色がほとんど消えるまで滴定する。デンプン試液5 mL

34 を加え、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液を滴加して色が消えるまで滴定する (0.1 mol/L チオ硫  
35 酸ナトリウム  $m_1$  mL)。同様の方法で空試験を行う (0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム  $m_2$  mL)。

$$36 \quad I_1 = 1.269(m_1 - m_2)/m$$

37

38 **凝固点** 表 1 を参照

39 装置は内径約 25 mm, 長さ約 150 mm の試験管を, 内径約 40 mm, 長さ約 160 mm の試験管  
40 の内側に取り付けられた構造を持つものからなる。内側試験管は栓をし, その栓には最小目盛りが  
41 0.2°C, 全長約 175 mm の温度計を水銀球が試験管の底から約 15 mm の位置にくるように固定す  
42 る。栓は, 更に下端に外径約 18 mm の輪が直角に取り付けられたガラス製又は他の適切な材料  
43 からなるかき混ぜ棒を通す穴を開けたものとする。1 L のビーカーの中央に上記のようにジャケ  
44 ットを取り付けた構造を持つ内側試験管を取り付け, そのビーカーには, 適切な冷却液を上部か  
45 ら 20 mm 以内まで満たす。温度計を冷却浴に取り付ける。

46 試料をあらかじめ加温して溶かし, 温度計の水銀球が十分にかくれるまで入れ, 急速に冷却し,  
47 おおよその凝固点を求める。内側試験管をおおよその凝固点よりも約 5°C 高い温度の浴に入れ,  
48 最後の少量の結晶のほかは全て溶けるまで放置する。ビーカーに予想した凝固点よりも 5°C 低い  
49 温度の水又は飽和食塩水を満たし, 内側試験管を外側試験管に取り付け, 幾らかの種結晶が存在  
50 することを確認し, 凝固が起こるまで十分にかき混ぜる。凝固中に観察される最高温度を記録す  
51 る。

52 凝固点は次の方法で測定してもよい。

53 1) 装置

54 図 1 に示す装置を用いる。

55 2) 操作法

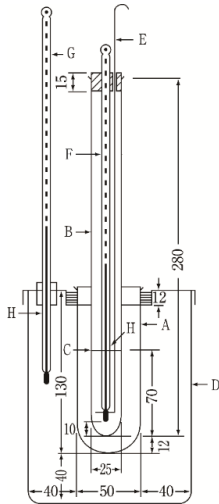
56 試料容器 B に十分な量の試験する液体又はあらかじめ融解した物質を標線 C まで入れる。  
57 温度計 F の浸線 H を試料のメニスカスの同じレベルに合わせ, 急速に冷却しておおよその凝  
58 固点を決定する。

59 試料容器 B を結晶の最後のわずかを除いてすべてが融解するまで, おおよその凝固点より  
60 5°C 高い水浴中に置く。水浴 D を予想される凝固点より 5°C 低い温度の水又は塩化ナトリウム  
61 飽和溶液で満たし, 幾らかの種結晶が存在することを確認して, 試料容器 B を円筒 A に差し  
62 込み, 凝固が起こるまで十分にかき混ぜる。凝固中に観察される最高温度を記録する。

63

64

図 1



- A: ガラス製円筒(内外の両壁に曇り止めのためシリコーン油を塗る.)  
 B: 試料容器(硬質ガラス製試験管で、管の両壁に曇り止めのためシリコーン油を塗る。ただし、試料に接する部分には塗らない。A 中に差し込み、コルク栓で固定する。)  
 C: 標線  
 D: ガラス製又はプラスチック製浴  
 E: ガラス製又はステンレス製かき混ぜ棒(径 3 mm, 下端を外径 18 mm の輪状にしたもの。)  
 F: 浸線付温度計  
 G: 浸線付温度計又は全没式温度計  
 H: 浸線

65

66

表 1

種類	ヨウ素価	凝固点(°C)
ステアリン酸 50	4.0 以下	53 ~ 59
ステアリン酸 70	4.0 以下	57 ~ 64
ステアリン酸 95	1.5 以下	64 ~ 69

67

## 68 定量法

69 ガスクロマトグラフィー：面積百分率法を用いる。

70 試料溶液：還流冷却器を付けたコニカルフラスコに、本品 0.100 g を量り、三フッ化ホウ素・  
 71 メタノール試液 5.0 mL に溶かす。還流下で 10 分間沸騰させる。冷却器からヘプタン 4 mL を  
 72 加え、再び 10 分間沸騰させる。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20 mL を加える。振り混ぜ、  
 73 放置して液を二層に分離させる。分離したヘプタン層 2 mL をとり、無水硫酸ナトリウム 0.2 g  
 74 で乾燥する。この液 1.0 mL にヘプタンを加えて 10 mL とする。

75 標準溶液：本品の代わりにパルミチン酸標準品 50 mg 及びステアリン酸標準品 50 mg を用い  
 76 て、試料溶液と同様の方法で標準溶液を調製する。

77 カラム：

78 一材質：フューズドシリカ管

79 一サイズ：内径 0.32 mm, 長さ 30 m

80 一固定相：マクロゴール 20000 (厚さ 0.5 μm)

81 キャリヤーガス：ヘリウム

82 流量：毎分 2.4 mL

83 温度：

	時間 (分)	温度 (°C)
カラム	0 - 2	70
	2 - 36	70→240
	36 - 41	240

注入口		220
検出器		260

84

85 検出器：水素炎イオン化

86 注入量：1  $\mu\text{L}$ 

87 ステアリン酸メチルに対する相対保持時間：パルミチン酸メチル=約 0.9

88 システム適合性：標準溶液

89 一分離度：ステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルのピーク間が 5.0 以上

90 一相対標準偏差：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  
91 ピーク面積の相対標準偏差は 3.0%以下である。また、6 回の繰り返しで得られるステアリ  
92 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  
93 1.0%以下である。

94

95 **表示**

96 本品はステアリン酸(50, 70, 95)の種類を表示する

97

98 **試薬・試液<sup>注1)</sup>**99 **フェノールフタレイン試液** 10 g/L フェノールフタレイン・エタノール(96%)試液。

100

101 **石油エーテル** 澄明、無色で蛍光のない可燃性液体。水にほとんど溶けなく、エタノール(96%)  
102 と混和する。

103 比重：約 0.720。

104 蒸留範囲：100 ~ 120°C。

105 水分：0.03%以下。

106

107 **三フッ化ホウ素・メタノール試液** 140 g/L 三フッ化ホウ素メタノール溶液。

108

109 -----

110 次の規格項目は、非調和事項又は日本薬局方独自記載事項とすることで調和合意することを予  
111 定しています。

112 ①性状

113 ②表示

114 ③重金属

115 ④強熱残分

116 ⑤貯法

117 注1：試薬・試液については、日本薬局方で既に収載されているものを可能な限り利用する予定  
118 です。