

薬食審第0627012号
平成15年6月27日

薬事・食品衛生審議会
食品衛生分科会
分科会長 吉倉 廣 殿

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会
毒性部会長 福島 昭治
添加物部会長 井村 伸正

食品添加物の指定等に関する薬事・食品衛生審議会
食品衛生分科会毒性・添加物合同部会報告について

平成14年2月15日厚生労働省発食第0215002号をもって厚生労働大臣から諮問されたステアリン酸マグネシウムの食品添加物としての指定の可否について、薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会毒性・添加物合同部会において、審議を行った結果を別添のとおりとりまとめたのでこれを報告する。

ステアリン酸マグネシウムの指定について

1. 品目名：ステアリン酸マグネシウム
(Magnesium Stearate)

2. 分子式及び分子量

分子式： $Mg(CH_3(CH_2)_{16}COO)_2$

分子量：591.25

3. 用途：保健機能食品用カプセル剤及び錠剤の製造用途

4. 起源又は発見の経緯及び使用状況等

ステアリン酸マグネシウムは、飽和脂肪酸である n-オクタデカン酸のマグネシウム塩である。

我が国においては、日本薬局方第二部に収載されており、滑沢剤、流動化剤、安定(化)剤、光沢化剤、コーティング剤、賦形剤、分散剤、防湿剤用途の医薬品添加物として用いられている。

FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議(JECFA)における安全性評価では、1969 年の第 13 回会合での初めての評価及び 1973 年の第 17 回会合での再評価いずれも ADI は「制限しない (not limited)」とされ、さらに 1985 年の第 29 回会合において ADI は「設定しない (not allocated)」とされている。

米国においては、GRAS 物質 (Substances Generally Recognized as Safe) として、食品中に潤滑剤、離型剤、栄養補助剤、加工助剤、結合剤、乳化剤及び固結防止剤として使用することが認められている。

欧州においては、脂肪酸のマグネシウム塩として食品添加物に認可されており、食品に一般的に使用可能な添加物とされている。

今般、ステアリン酸マグネシウムを、カプセル、錠剤の剤形である保健機能食品の製造用剤として、「保健機能食品であって、カプセル、錠剤等通常の食品形態でない食品の成分となる物質の指定及び使用基準改正に関する指針」(平成 13 年 3 月 27 日食品保健部長通知、以下、保健機能食品ガイドライン) に基づき指定要請がなされた。

5. 有効性

(1) 食品添加物としての有効性及び他の同種の添加物との効果の比較

① 滑沢性の比較

無水リン酸 1 水素カルシウム、リボフラビン、ハブ茶を主剤とした錠剤に対して、ステアリン酸マグネシウムとショ糖脂肪酸エステルをそれぞれ 0.5~2% 使用した錠剤の成形時の抜き出し力 (錠剤を臼から除去するのに必要な力) を比較した結果、ステアリン酸マグネシウムを添加した錠剤の抜き出し力は、主剤に依らず、現在滑沢剤として用いられているショ糖脂肪酸エステルを添加したものに比

較して低値を示した。

② 流動性の比較

リボフラビン、乾燥ハブ茶エキスを主剤とし、ステアリン酸マグネシウムとシヨ糖脂肪酸エステルをそれぞれ 0~4% 使用した試料を用いて篩透過率を測定した結果、ステアリン酸マグネシウムを添加した試料は、現在流動化剤として用いられているシヨ糖脂肪酸エステルを使用した試料に比して、有意に高い結果を示した。

(2) 食品中の栄養的成分に及ぼす影響

無水リン酸 1 水素カルシウム及びリボフラビンを主剤とした錠剤について、室温で 1、2、3、6 ヶ月間保存した後の無水リン酸 1 水素カルシウム及びリボフラビンの含有量変化を測定した結果、いずれも各含有量に大きな変化は認められなかった。

上記を含め別紙 1 に示した試験成績が提出されている。

以上、調査会においては、現在、滑沢剤あるいは流動化剤として用いられているシヨ糖脂肪酸エステルよりも添加効果に関し、優れていることを確認した。

6. 体内動態

ステアリン酸マグネシウムの吸収、代謝に関する試験報告はない。しかしながら、一般に脂肪酸塩は、体内では解離した状態の遊離酸として吸収、代謝されることから、ステアリン酸類及びマグネシウムの吸収、代謝に関する以下のような試験結果が報告されている。

(1) ステアリン酸類

①SD 系雄ラットに、ステアリン酸、又はトリステアリンを 10% 含む飼料を 16 日間混餌投与した試験では、ステアリン酸は、トリグリセリド型あるいは遊離酸型のいずれも消化されにくく、ステアリン酸では 24%、トリステアリンでは 14% が消化吸収され、残りは排泄された。

②¹³C 標識ステアリン酸を含む朝食を 16 日間摂食中の健常成人男性 6 名に対し、その摂食期間中にさらに 20 mg/kg 体重 ¹³C ステアリン酸、10 mg/kg 体重 ¹³C オレイン酸、あるいは 10 mg/kg 体重 ¹³C リノール酸のいずれかのカプセルを、8 日目、11 日目及び 14 日目のいずれかの日の朝食時にそれぞれ無作為化した順序で投与し、8 日目から 16 日目までの 9 日間の糞便採取、経時的な呼気中の ¹³C₂ 含量測定を行ったところ、吸収され呼気中に ¹³C₂ として検出された量はステアリン酸 2.9% で、オレイン酸 (15.1%)、リノール酸 (10.2%) と比べて低く、¹³C ステアリン酸の吸収効率は 78.0%、オレイン酸 (97.2%) やリノール酸 (99.9%) よりも有意に低い結果であった。なお、被験者間変動もオレイン酸やリノール酸の被験者間変動の 2 倍以上であった。

逆にステアリン酸の排泄量は、10.0 mg/日/kg 体重であり、オレイン酸 8.8

mg/日/kg 体重、リノール酸 0.8 mg/日/kg 体重と比べて多い結果であった。

(2) マグネシウム

健常人 19 例、慢性下痢患者 359 例の成人男性に、一日 4 回合計 48、96 又は 193 mmol の水酸化マグネシウムを 4 日間投与し、糞中へのマグネシウムの排泄量を測定した結果、糞中への可溶性マグネシウム排泄量は、摂取した水酸化マグネシウムの量に比例して増加した。

7. 安全性

ステアリン酸マグネシウムは、国内では医薬品添加物として長年使用されており、これまでに安全性に関する特段の問題は報告されていない。

(1) 単回投与毒性試験

ラットに、ステアリン酸マグネシウム 0.05~10.0 g/kg を強制経口投与したところ、最高用量 10.0g/kg を投与したラットに軽度以下痢が認められた以外に、明らかな毒性は認めなかった。LD₅₀ 値は 10 g/kg 以上であった。

また、雄ラット 10 匹に、ステアリン酸マグネシウム 7500 mg/kg を、雌 10 匹に 6000 mg/kg を投与した結果、ともに毒性は認められず、LD₅₀ 値は雄で 7500 mg/kg 以上、雌では 6000 mg/kg 以上であった。

(2) 90日間反復投与毒性試験

Wistar 系ラット各群雄雌 20 匹に 0、5、10 及び 20% のステアリン酸マグネシウムを 3 ヶ月間混餌投与した試験では、20% 投与群の雄の体重は 8 週間で有意に減少し、行動は緩慢となり、1 匹には尿失禁がみられた。20% 投与群の雄 4 匹は 2 ヶ月以内に死亡し、全例に尿路結石がみられ、これが死因と考えられた。血液学的検査では 20% 投与群でヘマトクリット値の有意な減少が認められたが、その他の検査項目、及び血液生化学的検査においては明らかな変化は認められなかった。

器官重量測定では、全投与群の雌で相対腎重量の減少が見られた。相対肝重量は、雄ラット 10% 及び 20% 投与群で有意に減少した。

病理組織学的検査では、対照群の雌では全てに腎の石灰沈着が見られ、13 匹は重度であったが、20% 投与群では軽度あるいは中等度であった。これより、相対腎重量の減少は、腎の石灰沈着が軽減したことに起因し、飼料中のマグネシウム含量の増加が投与群の腎の石灰沈着を軽減させたと考えられた。

相対肝重量の減少を毒性としたとき、ステアリン酸マグネシウムの最大無毒性量 (NOAEL) は 5% 投与群の 2500 mg/kg 体重/日となる。

(3) 変異原性試験

微生物 (*Salmonella typhimurium* TA98、TA100、TA1535、TA1537、*Escherichia coli* WP2 *uvrA* 等) を用いた復帰突然変異試験においては、ステアリン酸マグネシウムは 5、15、50、150、500、1500 及び 5000 μ g/プレートの用量及び 156、313、625、1250、2500 及び 5000 μ g/プレートの用量において、代謝活性系の有無にかかわらず、変異原性を示さなかった。

ほ乳類培養細胞（CHL/IU 細胞）を用いた染色体異常試験においては、ステアリン酸マグネシウムは短時間処理法の代謝活性化法によらない場合で 1.56、3.12、6.25、12.5、25 及び 50 $\mu\text{g/ml}$ 、代謝活性化法による場合で 31.3、62.5、125、250、500 及び 1000 $\mu\text{g/ml}$ 、連続処理法の 24 処理試験で 0.313、0.625、1.25、2.5、5 及び 10 $\mu\text{g/ml}$ 、48 時間処理試験で 0.156、0.313、0.625、1.25、2.5 及び 5 $\mu\text{g/ml}$ の各 6 用量で試験した結果、代謝活性の有無及び処理時間の長短にかかわらず、染色体異常を誘発しなかった。

Crj:CD-1(ICR)系雄性マウスに、ステアリン酸マグネシウム 500、1000 及び 2000 mg/kg を単回経口投与し、投与後 24 時間に実施した骨髄小核試験においては、マウス赤芽球に対する小核の誘発は認められなかった。

(4) その他の試験

第 29 回 JECFA において、ステアリン酸マグネシウムのような脂肪酸塩は、一般に体内でイオン化するので、その成分である陽イオン及び陰イオンについても評価すべきであるとの見解が示されている。そのうち、ステアリン酸マグネシウムの成分であるマグネシウムイオンは小児、慢性腎障害患者に配慮すべきとされており、マグネシウムの毒性試験成績として塩化マグネシウムの慢性毒性、催奇形性及び変異原性試験が示されている。

① 慢性毒性試験

B6C3F1 系マウス各群雌雄 10 匹に、0 (対照群)、0.5 及び 2.0% の塩化マグネシウム六水和物を 96 週間混餌投与した結果、死亡率、一般状態、尿、血液及び血液生化学的検査において、投与に起因した変化は認められなかった。組織学的検査では、投与群と対照群との間に腫瘍発生率において有意な差はみられなかった。

② 催奇形性試験

Wistar 系ラット各群 22 匹に 0、200、400 及び 800 mg/kg の塩化マグネシウム六水和物を妊娠 6~15 日の 10 日間、1 日 1 回強制経口投与した結果、妊娠動物では、いずれの投与群も一般状態の変化、生存数、体重、摂餌量生存胎児数、性比、胎児体重および胚胎児死亡率において対照群との間に有意な差は認めなかった。よって本試験条件下での塩化マグネシウム六水和物の妊娠ラットに対する無影響量は 800 mg/kg/日以上とされた。

上記を含め別紙 1 に示した試験成績が提出されている。

調査会においては、①提出された試験成績は、保健機能食品ガイドラインで添付を要求している試験成績（単回投与、90 日間反復投与、変異原性試験）を満たしていること、②ステアリン酸マグネシウムは体内でイオン化すると考えられ、マグネシウムに関しては、慢性毒性試験及び催奇形性試験成績等が示され、安全性が確認されていること、③医薬品としての使用経験があり、これまでに安全性に関する特段の問題は生じていないことから「保健機能食品に係るカプセル基剤及び錠剤コーティング剤」に使用を限定する場合における安全性評価は可能であると判断した。

8. 1日摂取許容量 (ADI) の設定

ステアリン酸マグネシウムの ADI に関しては、

- ① 毒性影響が観察されたラット 90 日間反復投与試験において、実際に肝への影響が見られている用量は 10%以上の用量であり、毒性試験ガイドライン上は、栄養障害のおそれがあることから、通常 5%以上の混餌投与は実施する必要がないとされていること、
- ② ステアリン酸マグネシウムは体内でイオン化すると考えられ、マグネシウムについての安全性懸念も少ないと考えられること、
- ③ 本品についての JECFA の評価は、ADI は「設定せず (not allocated)」であり、また米国でも GRAS 物質、EU においても濃度的制限を課すことなく使用可とされていること

などから、ステアリン酸マグネシウムについて ADI を設定する必要はないものと考ええる。

9. 1日摂取量について

1日摂取許容量 (ADI) を設定する必要がないと評価したことから、安全性確保の観点からの 1日摂取量の推定は要しないと考える。

10. 使用基準

使用基準については、保健機能食品ガイドラインに基づく指定要請であることから、下記のとおり設定することが適切であると考えられる。

ステアリン酸マグネシウムは、保健機能食品に係るカプセル剤及び錠剤の製造以外の用途に使用してはならない。

11. 成分規格

成分規格は、「第 14 局改正 日本薬局方第二部」に記載された規格を参考に、別紙 2 のとおり設定することが適切である。

No	参考文献	和文添付
1	第十三改正日本薬局方解説書 廣川書店 東京 1996年 D535-539	
2	Martin, E.W.(Editor),et al.: Remington's Pharmaceutical Sciences 842, Mack Publishing Co, Easton, Pennsylvania(1965)	○ (一部添付)
3	Kirk, R. E., Othmer, D. F. (Editor): ENCYCLOPEDIA OF CHEMICAL TECHNOLOGY 5, 195,206 The Interscience Encyclopedia Inc., New York (1950)	○ (一部添付)
4	Summary of Evaluations Performed by the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA) current through 1997, Forty-ninth Meeting p.S-3	
5	1969, FAO Nutrition Meeting Report Series 46 / WHO Technical Report Series 445-JECFA13/18-20	○
6	WHO Food Additives Series70.36 / FAO Nutrition Meeting Report Series46A — JECFA13/142	○
7	WHO Food Additives Series70.37/ FAO Nutrition Meeting Report Series46B — JECFA13/104	○
8	1973, FAO Nutrition Meeting Report Series 53 / WHO Technical Report Series 539—JECFA17/16	○
9	WHO Food Additives Series 5/ FAO Nutrition Meeting Report Series53A — JECFA73/19	○
10	FAO Food and Nutrition Paper 4— JECFA 17/87	○
11	FAO Food and Nutrition Paper 31/2— JECFA 28/89	○
12	WHO Technical Report Series 733-JECFA29/15, 23	○
13	21 CFR Ch.I(4-1-00 Edition) Food and Drug Administration,HHS.§184.1	○
14	21 CFR Ch.I(4-1-00 Edition) Food and Drug Administration,HHS.§184.140	○
15	Food Chemicals Codex Fourth Edition 1996 p.236, 1996	
16	21 CFR Ch.I(4-1-00 Edition) Food and Drug Administration,HHS.§172.860	○
17	21 CFR Ch.I(4-1-00 Edition) Food and Drug Administration,HHS.§172.863	○
18	21 CFR Ch.I(4-1-00 Edition) Food and Drug Administration,HHS.§173.340	○
19	Dr.William Horwitz, Editor. Official Methods of Analysis of AOAC International 17th Edition (2000).Chapter 41, p.53-54	○ (一部添付)
20	Kins Nmet al. Short method for the detection of chick edema factor in fats, oil and fatty acids by electron capture gas chromatography. J Am Oil Chem Soc. 1972 Feb; 49(2):115-117.	○ (一部添付)
21	Official Journal of the European Communities L 61 volume 38	○
22	第十二改正日本薬局方解説書 廣川書店 東京	
23	官報 (昭和41年4月1日, 厚生省告示第163号)	
24	医薬品添加物辞典2000 薬事日報社 2000年 p.148	
25	U.S. Pharmacopeia 24 & National formulaly 19, U.S. Pharmacopeial convention,Inc. 12601 Twinbrook Parkway,Rockville,MD 20852, (2000)	
26	European Pharmacopoeia third edition supplement 2001, Council of Europe Strasbourg	

27	British Pharmacopoeia 1993	
28	太平洋化学産業株式会社 社内報告書 ステアリン酸マグネシウムの安定性試験 2000年9月	
29	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社 社内報告書 保健機能食品中からのステアリン酸マグネシウムの分析 方法 2000年9月	
30	第十四改正日本薬局方 財団法人日本公定書協会編 2001年 p.886-887	
31	太平洋化学産業株式会社 社内報告書 ステアリン酸マグネシウムの成分規格案による実測値 2000年 8月	
32	調剤指針第六改訂 日本薬剤師会編 薬事日報社	
33	太平洋化学産業株式会社 社内報告書 ステアリン酸マグネシウム, ショ糖脂肪酸エステルにおける滑 沢性の比較 2000年9月	
34	太平洋化学産業株式会社 社内報告書 ステアリン酸マグネシウム, ショ糖脂肪酸エステルにおける流 動性の比較 2000年9月	
35	Summary of Evaluations Performed by the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA) current through 1997, Forty-ninth Meeting p.S-30	
36	太平洋化学産業株式会社 社内報告書 保健機能食品中におけるステアリン酸マグネシウムの安定性 及びCaおよびV.B ₂ に及ぼす影響 2001年5月	
37	1982 Final report on the safety assessment of lithium stearate, aluminum distearate, aluminum stearate, aluminum tristearate, ammonium stearate, calcium stearate, magnesium stearate, potassium stearate, sodium stearate, and zinc stearate. <i>J. AM. COLL. TOX</i>	○ (一部添付)
38	von P. Schmidt, D.Burck und R.Gohlke. Animal experimental studies on the toxicity of barium stearate. <i>Z.ges. Hyg.</i> 1975, 21/8 (613-617)	○
39	SONDERGAARD, D., MEYER, O., and WURTZEN, G. 1980 Magnesium stearate given perorally to rats A short term study. <i>Toxicology</i> 17(1):51-55	○
40	GOTTSCHESKI, G.H.M. 1967 Can carriers of active ingredients in coated tablets have teratogenic effects? <i>Arzneim. Forsch</i> 17: 1100-1103	○
41	BOYLAND, E., BUSBY, E.R., DUKES, C.E., GROVER, P.L., and MANSON, D. 1964 Further experiments on implantation of materials into the urinary bladder of mice. <i>Brit.J. Cancer</i> 18(3):575- 581	○
42	Batten TL, Wakeel RA, Douglas WS, Evans C, White MI, Moody R and Ormerod AD. 1994 Contact dermatitis from the old formula E45 cream. <i>Contact Dermatitis</i> 30, 3:159-161	○ (一部添付)
43	Groot AC, van der Meeren HL, Weyland JW. 1988 Cosmetic allergy from stearic acid and glyceryl stearate. <i>Contact Dermatitis</i> 19, 1:77-78	○ (一部添付)
44	株式会社新日本化学 ステアリン酸マグネシウムの細菌を用いる復帰突然変異試験 (試験番号 SBL71-03) 最終報告書 2001年	
45	株式会社新日本化学 ステアリン酸マグネシウムのほ乳類培養細胞を用いる染色体異常試験 (試験番号SBL71-04) 最終報告書 2001年	
46	株式会社新日本化学 ステアリン酸マグネシウムのマウスを用いる小核試験 (試験番号 SBL71-05) 最終報告書 2001年	
47	Takizawa, T., Yasuhara, K., Mitsumori, H., Onodera, H., Koujitani, T., Tamura, T., Takagi, H. and Hirose, M. : <i>Bull. Natl. Inst. Health Sci.</i> , 118, 63-70(2000)	
48	Tanaka, H., Hagiwara, A., Kurata, Y., Ogiso, T., Futakuchi, M. and Ito, N. : <i>Toxicol. Lett.</i> 73, 25-32 (1994)	○ (一部添付)

49	Kurata, Y., Tamano, S., Shibata, M.-A., Hagiwara, A., Fukushima, S. and Ito, N. : <i>Fs. Chem. Toxic.</i> 27 , 559-563 (1989)	○ (一部添付)
50	Usami, M., Sakemi, K., Tsuda, M. and Ohno, Y. : <i>Bull. Natl. Inst. Health Sci.</i> , 114 , 16-20 (1996)	
51	Ishidate M. Jr, Sofuni T., Yoshikawa K., Hayashi M., Nohmi T., Sawada M, and Matsuoka A. (1984) Primary mutagenicity screening of food additives currently used in Japan. <i>Fd Chem. Toxic.</i> 22 , 623-636.	○ (一部添付)
52	Korchak, H.M. & Masoro, E.J. 1964 Free fatty acids as lipogenic inhibitors. <i>Biochim. Biophys. Acta.</i> , 84 :750-753	○
53	Carroll, K.K. & Richards, J.F. 1958 Factors affecting digestibility of fatty acids in the rat. <i>J. Nutr</i> 64 : 411-424	○
54	Emken EA . Metabolism of dietary stearic acid relative to other fatty acids in human subjects. <i>Am J Clin Nutr</i> 1994, 60 (6 Suppl) :1023S-1028S	○
55	Boyd RD; Britton RA; Knoche H; Moser BD; Peo ER Jr; Johnson RK. Oxidation rates of major fatty acids in fasting neonatal pigs. <i>J. Animal Sci</i> 1982 , 55 (1) p95-100	○
56	PJH Jones, PB Pencharz, and MT Clandinin. (1985) Absorption of ¹³ C-labeled stearic, oleic, and linoleic acids in humans: application to breath tests. <i>J. Lab. Clin. Med.</i> 105 (6): p.647-652	○
57	PJH Jones, PhD, PB Pencharz, MD, PhD, FRCP(C), and MT Clandinin, PhD. (1985) Whole body oxidation of dietary fatty acids: implications for energy utilization. <i>Am. J. Clin. Nutr.</i> 42 :769-777	○
58	Fine KD, Santa Ana CA, Fordtran, JS(1991) Diagnosis of magnesium-induced diarrhea. <i>N Engl J Med</i> 324 : 1012-1017	○
59	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社 社内報告書 ステアリン酸マグネシウムの服用に関する安全性情報検索	
60	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社 社内資料 ステアリン酸マグネシウムの生産量からの1日摂取量の推定	
61	第十三改正日本薬局方解説書 廣川書店 東京 1996年 製剤総則A-100	
62	的場博, 槇野正, 佐藤憲治, 真木雅徒 ビタミンCチュアブル錠における植物性由来ステアリン酸マグネシウムの適用 <i>Pharm Tech Japan</i> vol.15 No.6(1999) p97(895)-109(907)	
63	最新ミネラル栄養学 糸川嘉則 健康産業新聞社 2000年 p 60-72	
64	第六次改定日本人の栄養所要量 食餌摂取基準 健康・栄養情報研究会編 第一出版株式会社 1999年 p.141-144	
65	JAFAN 日本食品添加物ニュース VOL.21 NO.1 (2001) (通算185号) 日本食品添加物協会発行 p.1	
66	第7版食品添加物公定書解説書 廣川書店 東京 1999年 D793-799	

ステアリン酸マグネシウム
Magnesium Stearate

定 義 本品は主としてステアリン酸及びパルミチン酸のマグネシウム塩である。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、マグネシウム (Mg : 24.31) 4.0~5.0%を含む。

性 状 白色の軽くてかさ高い粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。本品は水又はエタノール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。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エーテル 15 ml で洗った後、水を加えて正確に 50 ml とした後、振り混ぜて検液 (塩化物及び硫酸塩に用いる) とする。この液はマグネシウム塩の定性反応を呈する。
- (2) ステアリン酸及びパルミチン酸につき、それぞれステアリン酸・パルミチン酸含量比試験の検液と同様の操作を行い、標準液とする。ステアリン酸・パルミチン酸含量比試験における検液及び標準液につきステアリン酸・パルミチン酸含量比試験のガスクロマトグラフィー操作条件で試験を行うとき、検液と標準液のステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルのピークの保持時間は等しい。

純度試験 (1) 融点 145~160°C

- (2) 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 にブ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。
- (3) 塩化物 Cl として 0.10% 以下
確認試験 (1) で得た検液 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 を用いる。
- (4) 硫酸塩 SO₄ として 1.0% 以下
確認試験 (1) で得た検液 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 を用いる。

(5) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下

本品1.0gをとり、初めは弱く加熱し、次に約500 \pm 25 $^{\circ}$ C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分間加熱し、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。

(6) ステアリン酸・パルミチン酸含量比

本品約0.1gを精密に量り、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5.0ml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4.0mlを加え、約10分間加熱する。冷後、飽和塩化ナトリウム溶液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、振り混ぜ、検液とする。検液1 μ lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー法により試験を行う。検液のステアリン酸メチルのピーク面積A及び得られた全ての脂肪酸エステルピークのピーク面積B(検出した全てのピーク面積)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。

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

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全ての脂肪酸エステル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：内径約0.32mm、長さ約30mの石英製カラムの内面に厚さ0.5 μ mでガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール15000-ジエポキシドを被覆したもの。

カラム温度：試料注入後約2分間70 $^{\circ}$ Cに保ち、その後、毎分5 $^{\circ}$ Cの速度で240 $^{\circ}$ 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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

検出器温度：260 $^{\circ}$ 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。

注入方法：スプレットレス

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

乾燥減量 6.0%以下(105 $^{\circ}$ C, 2時間)

定量法 本品約0.5gを精密に量り、無水エタノール/n-ブタノール混液(1:1)50ml、アンモニア水5ml及び塩化アンモニウム緩衝液(pH10)3mlを加える。この液に0.1mol/l EDTA溶液30.0mlを正確に量って加え、振り混ぜる。この液が澄明となるまで45~50 $^{\circ}$ Cで加熱し、冷後、0.1mol/l 硫酸亜鉛液で滴定す

る (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 1~2 滴)。終点は液の青色が赤紫色となるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/l EDTA 溶液 1 ml = 2.4305mg Mg

試薬・試液

三フッ化ホウ素： BF_3 無色の気体で、刺激臭がある。

融点 -127.1°C

沸点 -100.3°C

三フッ化ホウ素・メタノール試液：三フッ化ホウ素を 14g/100 ml 含むメタノール溶液である。

ヘプタン： C_7H_{16} (特級)

パルミチン酸： $\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2$ (特級)

ステアリン酸： $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$ (特級)

塩化アンモニウム緩衝液 (pH10)：塩化アンモニウム 5.4g を量り、アンモニア水 21 ml 及び水を加えて溶かして 100 ml とする。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 15000-ジエポキシド：ポリエチレングリコール 15000-ジエポキシド，ガスクロマトグラフィー用を見よ。
ポリエチレングリコール 15000-ジエポキシド，ガスクロマトグラフィー用：ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものを用いる。