

附件:

硬脂酸钙

Yingzhisuan Gai
Calcium Stearate

[1592-23-0]

本品主要为硬脂酸钙 ($C_{36}H_{70}O_4Ca$) 与棕榈酸钙 ($C_{32}H_{62}O_4Ca$) 的混合物。含氧化钙 (CaO) 应为 9.0%~10.5%。

【性状】 本品为白色粉末。

本品在水、乙醇或乙醚中不溶。

【鉴别】 (1) 取本品约 25g, 加稀硫酸 60ml 与热水 200ml, 加热并时时搅拌, 使脂肪酸成油层分出, 取油层用沸水洗涤至洗液不显硫酸盐的反应, 收集油层于小烧杯中, 在蒸汽浴上温热至油层与水层完全分离, 并呈透明状, 放冷, 弃去水层, 加热使油层熔化, 趁热滤过, 置干燥烧杯中, 在 105℃干燥 20 分钟。依法测定凝点 (通则 0613), 应不低于 54℃。

(2) 取本品 1.0g, 加水 25ml 与盐酸 5ml, 摇匀, 加热, 脂肪酸成油层分出, 放冷, 取水层, 水层显钙盐的鉴别反应 (通则 0301)。

(3) 在脂肪酸组成检查项下记录的色谱图中, 供试品溶液色谱图中两主峰的保留时间应分别与对照品溶液两主峰的保留时间一致。

【检查】 酸值 取本品 5.0g, 加无过氧化物乙醚 50ml、稀硝酸 20ml 和水 20ml, 加热回流使溶解, 放冷, 置分液漏斗中静置分层, 分取水层, 乙醚层用水提取两次, 每次 5ml, 合并上述水层, 然后用无过氧化物乙醚 15ml 洗涤水层, 将水层置 50ml 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 作为检查用供试溶液。合并上述乙醚层, 挥干溶剂, 于 105℃干燥后, 依法测定, 酸值 (通则 0713) 为 195~210。

氯化物 取酸值项下制备的检查用供试溶液 1.0ml, 依法检查 (通则 0801), 与标准氯化钠溶液 10.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓 (0.1%)。

硫酸盐 取酸值项下制备的检查用供试溶液 1.0ml, 依法检查 (通则 0802), 与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓 (0.3%)。

干燥失重 取本品, 在 105℃干燥至恒重, 减失重量不得过 4.0% (通则 0831)。

镍 取本品 0.05g 两份, 分别置高压消解罐中, 一份中加 2ml 硝酸消化后, 定量转移至 10ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液; 另一份中精密加标准镍溶液 (精密量取镍单元素标准溶液适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中含镍 0.5μg 的溶液) 0.5ml, 同法操作, 作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法 (通则 0406 第二法), 在 232.0nm 的波长处分别测定, 应符合规定 (0.0005%)。

镉 取本品 0.05g 两份, 分别置高压消解罐中, 一份中加 2ml 硝酸消化后, 定量转移至 100ml

量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另一份中精密加标准镉溶液（精密量取镉单元素标准溶液适量，用水定量稀释制成每 1ml 中含镉 0.3 μ g 的溶液）0.5ml，同法操作，作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法（通则 0406 第二法），在 228.8nm 的波长处分别测定，应符合规定（0.0003%）。

重金属 取本品 2.5g，置蒸发皿中，作为供试品管。另取本品 0.5g，置另一蒸发皿中作为对照品管。分别加 25%硝酸镁乙醇溶液 5ml，用短颈漏斗盖于蒸发皿上，颈部朝上，在电热板上低温加热 30 分钟，再中温加热 30 分钟，放冷；移开漏斗，对照品管中精密加标准铅溶液 2ml，分别将蒸发皿炽灼至样品灰化，放冷，加硝酸 10ml，使残渣溶解，将溶液分别移入两个 250ml 烧杯中，各加高氯酸溶液（7→10）5ml，蒸发至干，残渣中加盐酸 2ml，用水淋洗烧杯内壁，再蒸发至干，快干时旋动烧杯；再加盐酸 2ml，重复上述操作，放冷后加水约 10ml 使残渣溶解。各加酚酞指示液 1 滴，用氢氧化钠试液中和至出现粉红色，再加稀盐酸至无色。各加稀醋酸 1ml 与少量活性炭，混匀，滤过，滤液置 50ml 纳氏比色管中，用水冲洗滤渣后稀释至 40ml，各加硫代乙酰胺试液 1.2ml 与醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml，摇匀，放置 5 分钟后，同置白纸上，自上向下透视，供试品管中显示的颜色与对照管比较，不得更深。含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 1.0g，加入稀盐酸（1→2）5ml 和三氯甲烷 20ml，剧烈振摇 3 分钟，静置，分离，取水层，加甲基橙指示液 1 滴，用氨试液调至中性，加盐酸 5ml 与水 18ml，依法检查（通则 0822 第二法），应符合规定（0.0002%）。

脂肪酸组成 取本品约 0.1g，精密称定，置锥形瓶中，加 14%三氟化硼的甲醇溶液 5ml，摇匀，加热回流 10 分钟，沿冷凝管加正庚烷 4ml，加热回流 10 分钟，放冷，加饱和氯化钠溶液 20ml，振摇，静置分层，将正庚烷层通过装有无水硫酸钠 0.1g 的玻璃柱。精密量取续滤液 1ml，置 10ml 量瓶中，用正庚烷稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。照气相色谱法（通则 0521）测定，以聚乙二醇 20000（PEG-20M）为固定液的毛细管柱为色谱柱，起始温度为 70 $^{\circ}$ C，维持 2 分钟，再以每分钟 5 $^{\circ}$ C 的速率升温至 240 $^{\circ}$ C，维持 5 分钟；进样口温度为 220 $^{\circ}$ C，检测器温度为 260 $^{\circ}$ C。分别称取棕榈酸甲酯与硬脂酸甲酯对照品适量，加正庚烷制成每 1ml 中约含 15mg 与 10mg 的溶液，量取 1 μ l 注入气相色谱仪，记录色谱图，棕榈酸甲酯峰与硬脂酸甲酯峰的分离度应大于 5.0。取供试品溶液 1 μ l 注入气相色谱仪，记录色谱图，按下式面积归一化法计算硬脂酸钙中硬脂酸在脂肪酸中的百分含量。

$$\text{硬脂酸百分含量 (\%)} = \frac{A}{B} \times 100\%$$

式中 A 为供试品中硬脂酸甲酯的峰面积

B 为供试品中所有脂肪酸酯的峰面积

同法计算硬脂酸钙中棕榈酸在总脂肪酸中的百分含量。硬脂酸相对含量不得低于 40%，硬脂酸与棕榈酸相对含量的总和不得低于 90%。

微生物限度 取本品，依法检查（通则 1105 与通则 1106），每 1g 供试品中需氧菌总数不得

过 1000cfu、霉菌和酵母菌总数不得过 100cfu，不得检出大肠埃希菌。

【含量测定】 取本品约 1.2g，精密称定，置烧瓶中，加 0.05mol/L 硫酸溶液 50ml，加热约 3 小时直至油层澄清（加热时盖上表面皿以防止溅出），必要时补充水至初始体积，放冷，滤过。用水洗涤滤器和烧瓶直至对蓝色石蕊试纸不呈酸性，再用氢氧化钠试液中和滤液至对蓝色石蕊试纸呈中性。在磁力搅拌器充分搅拌下，先加入乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）30ml，再加氢氧化钠试液 15ml 与羟基萘酚蓝指示剂 2mg，继续用乙二胺四醋酸二钠滴定液滴定至溶液显纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）相当于 2.804mg 的 CaO。

【类别】 药用辅料，润滑剂和乳化剂等。

【贮藏】 密闭，在阴凉干燥处保存。

起草单位：天津市药品检验研究院

联系电话：022-23377639

复核单位：广东省药品检验所