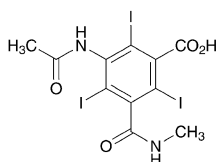


$$\begin{aligned} & \text{イオウ (S) の量 (mg)} \\ & = \text{硫酸バリウム (BaSO}_4\text{) の量 (mg)} \times 0.13739 \end{aligned}$$

貯法 容器 密閉容器。

## イオタラム酸

Iotalamic Acid



$C_{11}H_9I_3N_2O_4$  : 613.91

3-Acetyl-2,4,6-triiodo-5-(methylaminocarbonyl)-benzoic acid [2276-90-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、イオタラム酸 ( $C_{11}H_9I_3N_2O_4$ ) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品はエタノール (95) に溶けにくく、水に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

### 確認試験

(1) 本品 0.1 g を直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

### 純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 芳香族第一アミン 本品 0.50 g をとり、水 15 mL を加え、氷冷しながら水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 4 mL を加え、直ちに 1 mol/L 塩酸試液 12 mL を加えて穏やかに振り混ぜる。正確に 2 分間放置した後、アミド硫酸アンモニウム試液 8 mL を加え、5 分間しばしば振り混ぜる。次に 1-ナフトールのエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 3 滴を加えて 1 分間放置し、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3.5 mL を加え、混和した後、直ちに水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により 20 分以内に試験を行うとき、波長 485 nm における吸光度は 0.25 以下である。

(3) 可溶性ハロゲン化物 本品 0.5 g を薄めたアンモニア試液 (1 → 40) 20 mL に溶かし、希硝酸 6 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、ろ液をネスラー管にとる。残留物を水 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、これに水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、以下塩

化物試験法を準用する。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL に薄めたアンモニア試液 (1 → 40) 20 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(4) ヨウ素 本品 0.20 g を水酸化ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし、0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、クロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 0.6 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (3.3 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、けん化フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし、亜鉛粉末 1 g を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に酢酸 (100) 5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬: テトラプロモフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする。

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 20.464 \text{ mg } C_{11}H_9I_3N_2O_4$$

### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## イオタラム酸ナトリウム注射液

Sodium Iotalamate Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するイオタラム酸 ( $C_{11}H_9I_3N_2O_4$  : 613.91) を含む。

### 製法

(1)

イオタラム酸	645 g
水酸化ナトリウム	42 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

(2)

イオタラム酸	772.5 g
水酸化ナトリウム	50.5 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上 (1) 又は (2) をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液で、わずかに粘性がある。

本品は光によって徐々に着色する。

## 確認試験

(1) 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1 g に対応する容量をとり、水 25 mL を加え、よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿をガラスろ過器 (G4) で吸引ろ過し、水 10 mL ずつで 2 回洗った後、105 °C で 1 時間乾燥する。このものにつき、「イオタラム酸」の確認試験 (2) を準用する。

(2) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 6.5 ~ 7.7

## 純度試験

(1) 芳香族第一アミン 本品の表示量に従い「イオタラム酸」0.20 g に対応する容量をとり、水 15 mL を加えて振り混ぜ、氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 4 mL を加え、以下「イオタラム酸」の純度試験 (2) を準用する。ただし、吸光度は 0.17 以下である。

(2) ヨウ素及びヨウ化物 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1.5 g に対応する容量をとり、水 20 mL 及び希硫酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ、ガラスろ過器 (G4) を用いて吸引ろ過する。ろ液にトルエン 5 mL を加えて激しく振り混ぜるとき、トルエン層は無色である。次に亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 2 mL を加えて激しく振り混ぜるとき、トルエン層は次の比較液より濃くない。

比較液：ヨウ化カリウム 0.25 g を水に溶かし、1000 mL とする。この液 2.0 mL に水 20 mL を加え、更に希硫酸 5 mL、トルエン 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 2 mL を加えて激しく振り混ぜる。

エンドトキシン 3.4 EU/mL 未満

定量法 本品のイオタラム酸 (C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 約 4 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用イオタラム酸を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、水 100 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、更に水を加え、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比 Q<sub>r</sub> 及び Q<sub>s</sub> を求める。

$$\begin{aligned} & \text{イオタラム酸 (C}_{11}\text{H}_9\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_4\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{定量用イオタラム酸の量 (mg)} \times \frac{Q_r}{Q_s} \end{aligned}$$

内標準溶液 L-トリプトファンの移動相溶液 (3 → 2500)

## 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：240 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：20 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸 3.9 g 及びトリエチルアミン 2.8 mL

を水に混和し、2000 mL とする。この液にアセトニトリル 100 mL を加える。

流量：イオタラム酸の保持時間が約 6 分になるように調整する。

## システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、イオタラム酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

## 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができない。

## イオタラム酸メグルミン注射液

Meglumine Iotalamate Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するイオタラム酸 (C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : 613.91) を含む。

## 製法

(1)

イオタラム酸	227.59 g
メグルミン	72.41 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

(2)

イオタラム酸	455 g
メグルミン	145 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上 (1) 又は (2) をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液で、わずかに粘性がある。

本品は光によって徐々に着色する。

## 確認試験

(1) 本品 1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき、液は濃赤色を呈する。

(2) 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1 g に対応する容量をとり、水 25 mL を加え、よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿をガラスろ過器 (G4) で吸引ろ過し、水 10 mL ずつで 2 回洗った後、105 °C で 4 時間乾燥する。このものにつき、「イオタラム酸」の確認試験 (2) を準用する。

## 旋光度

製法 (1) によるもの [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -1.67 ~ -1.93° (100 mm)。