

製法(2)によるもの $[\alpha]_D^{20}$: $-3.35 \sim -3.86^\circ$ (100 mm).

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 0.90 EU/mL 未満

定量法 本品のイオタラム酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$) 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 μ L 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_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{イオタラム酸 } (C_{11}H_9I_3N_2O_4) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{定量用イオタラム酸の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

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 μ m 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 を水に溶かし、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 μ L 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 μ L 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。

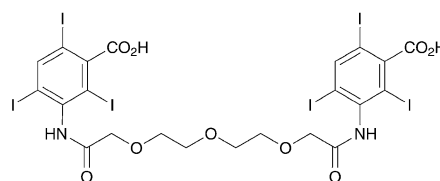
貯法

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る。

イオトロクス酸

Iotroxic Acid



$C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$: 1215.81

3,3'-(3,6,9-Trioxaundecanedioyl)diiminobis-(2,4,6-triiodobenzoic acid) [51022-74-3]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イオトロクス酸($C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

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) 本品をメタノールに溶かした後、減圧下でメタノールを蒸発し、残留物につき、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 1.0 g を薄めた水酸化ナトリウム試液(1 → 5) 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 0.20 g をとり、水 5 mL 及び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 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ、2 分間放置する。次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ、1 分間放置した後、1-ナフトールのエタノール(95)溶液(1 → 10) 0.4 mL、水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 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試験を行うとき、波長 485 nm における吸光度は 0.22 以下である。

(3) ヨウ素 本品 0.20 g を炭酸水素ナトリウム試液 2.0

mL に溶かし、トルエン 5 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、トルエン層は無色である。

(4) 遊離ヨウ素イオン 本品約 5.0 g を精密に量り、メグルミン溶液 (3 → 20) 12 mL に溶かし、水を加えて 70 mL とし、酢酸 (100) を加えて pH を約 4.5 に調整する。この液に 0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 2 mL を加え、0.001 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法)。

$$0.001 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 0.12690 \text{ mg I}$$

脱水物に換算した本品に対するヨウ素イオンの量 (%) を求めるとき、0.004 % 以下である。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、強熱残分試験法を準用して強熱し、以下第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.15 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/アセトン/ギ酸混液 (6:4:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 1.0 ~ 2.0 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 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 (電位差滴定法)。

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 20.264 \text{ mg C}_{22}\text{H}_{18}\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_9$$

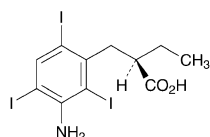
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

イオパノ酸

Iopanoic Acid



及び鏡像異性体

$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{I}_3\text{NO}_2$: 570.93

(*RS*)-2-(3-Amino-2,4,6-triiodobenzyl)butanoic acid
[96-83-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、イオパノ酸 ($\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{I}_3\text{NO}_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品はエタノール (95) 又はアセトンにやや溶けやすく、酢酸 (100) 又はジエチルエーテルにやや溶けにくく、水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。

融点 152 ~ 158 °C (分解)。

純度試験

(1) 可溶性ハロゲン化物 本品 2.5 g に水 20 mL 及びアンモニア試液 2.5 mL を加えて溶かし、更に希硝酸 20 mL 及び水を加えて 100 mL とし、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL をネスラー管にとり、エタノール (95) 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 に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし、更にエタノール (95) を加えて 50 mL とする。

(2) 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 を加えて激しく振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。

(3) 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)。

(4) ヒ素 本品 1.0 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 (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 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、亜鉛粉末 1 g 及び酢酸 (100) 10 mL を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸した後、冷却器を通じて水 30 mL を洗い込み、脱脂綿を用いてろ過する。フラスコ及び脱脂綿を水 20 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、冷後、0.1 mol/L 硝酸銀で滴定する (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なるときとする。

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 19.031 \text{ mg C}_{11}\text{H}_{12}\text{I}_3\text{NO}_2$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。