

イオパノ酸錠

Iopanoic Acid Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するイオパノ酸 ($C_{11}H_{12}I_3NO_2$; 570.93) を含む。

製法 本品は「イオパノ酸」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「イオパノ酸」0.25 g に対応する量を取り、アセトン 10 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 5 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥する。この乾燥物 1 mg をアセトン 1 mL に溶かし、希塩酸 3 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、液は赤色を呈する。

(2) (1) の乾燥物 0.1 g を直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(3) (1) の乾燥物につき、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測定するとき、波数 3435 cm^{-1} 、3345 cm^{-1} 、1290 cm^{-1} 、1229 cm^{-1} 、939 cm^{-1} 及び 872 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 可溶性ハロゲン化物 本品を粉末とし、表示量に従い「イオパノ酸」2.5 g に対応する量を取り、水 20 mL 及びアンモニア試液 2.5 mL を加え、更に希硝酸 20 mL 及び水を加えて 100 mL とし、以下「イオパノ酸」の純度試験 (1) を準用する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。イオパノ酸 ($C_{11}H_{12}I_3NO_2$) 約 0.4 g に対応する量を精密に量り、アセトン 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液をろ過する。同様の操作をアセトン 10 mL ずつを用いて 4 回繰り返す。同一のろ紙でろ過する。全ろ液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。冷後、残留物に亜鉛粉末 1 g 及び酢酸 (100) 10 mL を加え、以下「イオパノ酸」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 19.031 mg $C_{11}H_{12}I_3NO_2$

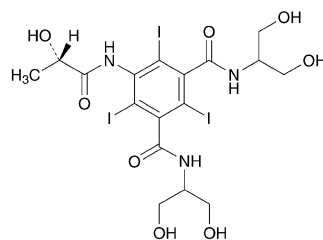
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

イオパミドール

Iopamidol



$C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$: 777.09

N,N'-Bis[2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl]-5-[(2*S*)-2-hydroxypropanoylamino]-2,4,6-triiodoisophthalamide [62883-00-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、イオパミドール ($C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に塩酸 5 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱した液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 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。

(3) 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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -4.6 ~ -5.2° (乾燥後, 4 g, 水, 加温, 冷後, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 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 0.60 g をとり、水 8 mL に溶かし、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 50) 1 mL 及び 2 mol/L 塩酸試液 12 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溶液 (1 → 10) 1 mL を加えてよく振り混ぜ、1 分間放置した後、ナフチルエチレンジアミン試液 1 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 495 nm における吸光度は 0.12 以下である (0.020 % 以下)。

(3) ヨウ素 本品 2.0 g を水 25 mL に溶かし、1 mol/L 硫酸 5 mL 及びトルエン 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、水 70 mL に溶かし、希酢酸を加えて pH 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)。ヨウ素イオンの量 (%) を求めるとき、0.001 % 以下である。

0.001 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 0.12690 mg I

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、硫酸少量を加えて潤し、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化後、一たん放し、更に硫酸少量で潤して徐々に加熱し、白煙が生じなくなった後、450 ~ 550 °C で強熱し、灰化する。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 0.10 g をとり、水に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に *N,N'*-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミド 0.010 g をとり、水に溶かし、正確に 100 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 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイオパミドール以外のピークの各々のピーク面積は、標準溶液の *N,N'*-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミドのピーク面積より大きくなく、それらのピークの合計面積は、標準溶液の *N,N'*-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の 2.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：240 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 25 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：35 °C 付近の一定温度

移動相：水を移動相 A とし、水/メタノール混液 (3 : 1) を移動相 B とする。移動相 A と移動相 B の混合比率を次に示すように段階的に変化させる。

試料注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0 ~ 6	92	8
6 ~ 18	92 → 65	8 → 35
18 ~ 30	65 → 8	35 → 92
30 ~ 34	8	92

流量：毎分 1.5 mL になるように調整する。

面積測定範囲：イオパミドールの保持時間の約 4.3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液 1 mL 及び *N,N'*-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミド 0.010 g を水に溶かし、100 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、*N,N'*-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミド、イオパミドールの順に溶出し、その分離度は 7 以上である。

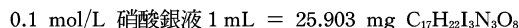
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、*N,N'*-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシ

アセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 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)。



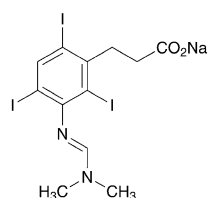
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

イオポダートナトリウム

Sodium Iopodate



$C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$: 619.94

Monosodium 3-[3-(dimethylaminomethylene)amino-2,4,6-triiodophenyl]propanoate [J221-56-3]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、イオポダートナトリウム ($C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 8.9 ~ 9.9 である。

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長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 芳香族第一アミン 本品 0.20 g をとり、水 6 mL に溶かし、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