

(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 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 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：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 μ L 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。

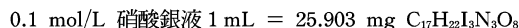
システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、*N,N'*-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシ

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)。



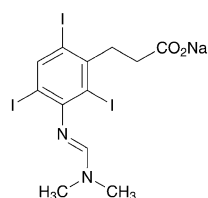
貯法

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

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 0.16 以下である。

(3) 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、エタノール (95) 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 2.0 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 (10 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 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

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 (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 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 20.665 mg $C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

イオポダートナトリウムカプセル

Sodium Iopodate Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するイオポダートナトリウム ($C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$; 619.94) を含む。

製法 本品は「イオポダートナトリウム」をとり、植物油に懸濁させ、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品のカプセルを切り開き、内容物を取り出し、表示量に従い「イオポダートナトリウム」2 g に対応する量を取り、石油エーテル 20 mL を加えてよくかき混ぜる。ガラスろ過器 (G4) で吸引ろ過し、残留物を石油エーテル 10

mL ずつで 3 回洗った後、60 °C で 1 時間減圧乾燥し、以下「イオポダートナトリウム」の確認試験を準用する。

定量法 本品のイオポダートナトリウム ($C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$) 約 5 g に対応する量のカプセル数を取り、水 100 mL を加え、水浴上でカプセルが完全に崩壊するまで加温する。冷後、この液を分液漏斗に入れ、ヘキサン 50 mL を加えて振り混ぜ、水層を分取する。次にヘキサン層を水 50 mL ずつで 2 回洗い、洗液を先の水層に合わせ、水を加え、正確に 250 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 2.5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用イオポダートナトリウム (別途 60 °C で 3 時間減圧乾燥し、その減量を測定しておく) 約 0.1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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う。それぞれの液のイオポダートのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

イオポダートナトリウム ($C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$) の量 (mg)

= 乾燥物に換算した定量用イオポダートナトリウムの量 (mg) $\times \frac{A_T}{A_S} \times 50$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用フェニル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: リン酸テトラブチルアンモニウム 1.7 g 及びリン酸水素二カリウム 7.0 g を水 350 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 → 10) を加えて pH を 7.0 に調整した後、水を加えて 410 mL とする。この液にメタノール 600 mL を加えて混和する。

流量: イオポダートの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定: パラオキシ安息香酸メチル 0.020 g をエタノール (95) 1 mL に溶かし、更に水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL に標準溶液 20 mL を加えた液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸メチル、イオポダートの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

試験の再現性: 標準溶液につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イオポダートのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。