

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、ヘキササン 50 mL を加えて振り混ぜ、水層を分取する。次にヘキササン層を水 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。