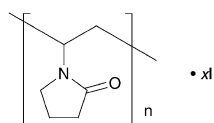


ポビドンヨード

Povidone-Iodine

 $(C_6H_9NO)_n \cdot xI$

Poly[(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene] iodine [25655-4I-8]

本品は 1-ビニル-2-ピロリドンの重合体とヨウ素の複合体である。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、有効ヨウ素 (I: 126.90) 9.0 ~ 12.0 % 及び窒素 (N: 14.01) 9.5 ~ 11.5 % を含む。

性状 本品は暗赤褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

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

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 1.5 ~ 3.5 である。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 → 10) 1 滴を薄めたデンプン試液 (1 → 10) 10 mL に加えるとき、液は濃い青色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1 → 100) 1 mL にチオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えた後、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 1 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 2 滴を加えるとき、液は青色を呈し、徐々に青色の沈殿を生じる。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.30 g を水 100 mL に溶かすとき、液は褐色澄明である。
- (2) 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)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をるつぼにとり、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) ヨウ化物イオン 本品約 0.5 g を精密に量り、水 100 mL に溶かし、亜硫酸水素ナトリウム試液をヨウ素の色が完全に消失するまで加える。次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え、更に硝酸 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定し、全ヨウ素量を求める (指示薬: 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は液が赤褐色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL = 12.690 mg I

全ヨウ素量 (%) から有効ヨウ素の量 (%) を差し引いて乾燥物に換算したヨウ化物イオンの量を求めるとき、6.6 % 以下である。

乾燥減量 8.0 % 以下 (1 g, 100 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (5 g)。

定量法

(1) 有効ヨウ素 本品約 0.5 g を精密に量り、水 30 mL に溶かし、0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 2 mL)。

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 2.5381 mg I

(2) 窒素 本品約 1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1.0 mL を正確に量り、窒素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.14007 mg N

貯法 容器 気密容器。

ポリスチレンスルホン酸カルシウム

Calcium Polystyrene Sulfonate

本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホン酸基を結合させ、カルシウム型とした陽イオン交換樹脂で、乾燥したものは定量するとき 7.0 ~ 9.0 % のカルシウム (Ca: 40.08) を含む。

本品の乾燥物 1 g は 0.053 ~ 0.071 g のカリウム (K: 39.10) と交換する。

性状 本品は微黄白色~淡黄色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 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。
- (2) 本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え、かき混ぜた後、ろ過し、ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) アンモニウム 本品 1.0 g をフラスコにとり、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて下面に潤した赤色リトマス紙をつけた時計皿で覆い、15 分間加熱するとき、発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない (5 ppm 以下)。
- (2) 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)。
- (3) 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)。
- (4) スチレン 本品 10.0 g をとり、アセトン 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、遠心分離した上澄液を試料溶液とする。別にスチレン 0.010 g をとり、アセトンを加えて正確に 100 mL とする。その液 1 mL を正確に量り、ア

セトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のステレンのピーク高さ H_T 及び H_S を測定するとき、 H_T は H_S より大きくない。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m のステンレス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 15 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：90 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ステレンの保持時間が約 9 分となるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ステレンのピークが明瞭に認められるものを用いる。

検出感度：標準溶液 5 μ L から得たステレンのピーク高さが 8 ~ 12 mm になるように調整する。

(5) ナトリウム 定量法 (1) で得た液 50 mL より、2 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし、試料溶液とする。別に塩化ナトリウムを 130 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、この 0.2542 g を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液の適量を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 1 mL 中にナトリウム (Na: 22.99) 1 ~ 3 μ g を含むように正確に薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行い、標準溶液より得た検量線より試料溶液中のナトリウム量を求める (1 % 以下)。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

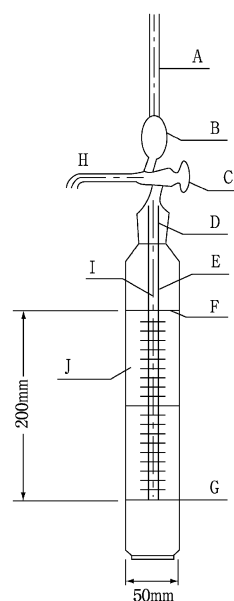
ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ

波長：589.0 nm

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 減圧, 80 $^{\circ}$ C, 5 時間)。

微粒子

(i) 装置 図に示すものを用いる。



ピペット毛細管挿入時の20cm標線までの内容量：550mL
1回の吸引量：10mL

A：ピペット球目盛線
B：吸上げ用ピペット球
C：三方コック
D：通気口
E：ピペット吸上げ管
F：20cm標線
G：0cm基線
H：ピペット排出管
I：ピペット毛細管
J：沈降管

図 アンドレアゼンピペット

(ii) 操作法 本品を乾燥し、その約 5.5 g を精密に量り、25 $^{\circ}$ C の水 300 mL を加え、5 分間かき混ぜる。これを 25 $^{\circ}$ C に保った沈降管 J に移し、沈降管 J の 20 cm 標線 F の 2 mm 下まで 25 $^{\circ}$ C の水を加えた後、ピペットを挿入する。三方コック C を開いて空気を排出し、水を通気口 D より 20 cm 標線 F まで正確に加えて、三方コック C を閉じる。装置を横方向及び縦方向にじゅうぶん振りながら、内容物を分散させた後、三方コック C を開いて、25 \pm 1 $^{\circ}$ C で、5 時間 15 分間静置する。

次に沈降管 J 中の懸濁液を正確にピペット球目盛線 A まで吸い上げ、ピペット排出管 H の方向に三方コック C を開いてとる。更に同じ操作を繰り返し、合わせて 20 mL の懸濁液を正確にとる。この液を水浴上で蒸発乾固し、105 $^{\circ}$ C で恒量になるまで乾燥し、その質量 W_s (g) を求める。また、使用した水 20 mL を正確に量り、同様に操作し、質量 W_B (g) を求める。 W_s , W_B の差 m_i (g) を求め、次の式によって微粒子の量 (S) を求めるとき、0.1 % 以下である。

$$S (\%) = \frac{m_i (\text{g}) \times V (\text{mL})}{20 (\text{mL}) \times \text{試料採取量 (g)}} \times 100$$

V : ピペット毛細管挿入時の 20 cm 標線までの内容積(mL)

定量法

(1) カルシウム 本品を乾燥し、その約 1.0 g を精密に量り、3 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて分散させ、これを下に 50 mL のメスフラスコを受器をおき、底にガラスウールを入れた内径 12 mm、高さ 70 mm のクロマトグラフ管に 3 mol/L 塩酸試液少量を用いて完全に洗いこむ。更に 3 mol/L 塩酸試液を用いて液量が約 45 mL となるまで溶出する。次に水を加えて正確に 50 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、アンモニア試液を加えて、正確に pH 10 に調整した後、直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が消え、青色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} &0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二} \\ &\text{水素二ナトリウム液 1 mL} \\ &= 2.0039 \text{ mg Ca} \end{aligned}$$

(2) カリウム交換容量 本品を乾燥し、その約 1.0 g を精密に共栓ガラス容器に量り、カリウム標準原液 50 mL を正確に加えて、120 分間かき混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とし、試料溶液とする。別にカリウム標準原液適量を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 1 mL 中にカリウム (K : 39.10) 0.5 ~ 2.5 μg を含むように正確に薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で、原子吸光光度法により試験を行い、標準溶液から得た検量線を用いて、試料溶液 1000 mL 中のカリウム含量 Y (mg) を求める。次の式によって本品の乾燥物 1 g のカリウム交換量を計算するとき、0.053 ~ 0.071 g である。

$$\begin{aligned} &\text{本品の乾燥物 1 g 当たりのカリウム (K) 交換量 (mg)} \\ &= \frac{X - 100Y}{W} \end{aligned}$$

X : 交換前のカリウム標準原液 50 mL 中のカリウム量(mg)

W : 採取した本品の乾燥物の量 (g)

使用ガス :

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ : カリウム中空陰極ランプ

波長 : 766.5 nm

貯法 容器 気密容器

ポリスチレンスルホン酸ナトリウム

Sodium Polystyrene Sulfonate

本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホン酸基を結合させ、ナトリウム型とした陽イオン交換樹脂で、

定量するとき、換算した脱水物に対し、ナトリウム (Na : 22.99) 9.4 ~ 11.0 % を含む。

本品の換算した脱水物 1 g は 0.110 ~ 0.135 g のカリウム (K : 39.10) と交換する。

性状 本品は黄褐色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール (95)、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品につき、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。

(2) 本品 1 g に希塩酸 10 mL を加え、かき混ぜた後、ろ過し、ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) アンモニウム 本品 1.0 g をフラスコにとり、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて下面に潤した赤色リトマス紙を付けた時計皿で覆い、15 分間加熱するとき、発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない。

(2) 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)。

(3) ヒ素 本品 2.0 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 (1 ppm 以下)。

(4) スチレン 本品 10.0 g をとり、アセトン 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、遠心分離した上澄液を試料溶液とする。別にスチレン 0.010 g をとり、アセトンに溶かして正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 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。それぞれの液のスチレンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S より大きくない。

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 254 nm)

カラム : 内径約 4 mm、長さ約 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 : 室温

移動相 : 水/アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量 : スチレンの保持時間が 7 ~ 8 分になるように調整する。

カラムの選定 : スチレン及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.02 g ずつをアセトン 100 mL に溶かす。この液 5 mL をとり、アセトンを加えて 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、パラオキシ安息香酸ブチル、スチレンの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度 : 標準溶液 20 μL から得たスチレンのピークの高さが 10 ~ 15 mm になるように調整する。

水分 10.0 % 以下 (0.2 g、容量滴定法、直接滴定)。