

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品0.1gを水2mLに溶かし、硝酸1mLを加えるとき、褐色の沈殿を生じる。また、この沈殿を含む混濁液1滴をとり、ヘキサン1mLを加えて振り混ぜると、ヘキサン層は淡赤色を呈する。

(2) (1)で得られた沈殿を含む混濁液を無色になるまで加熱し、冷後、水10mLを加え、試料溶液とする。試料溶液2mLはリン酸塩の定性反応(2)を呈する。

(3) (2)で得られた試料溶液2mLは硫酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品0.10gを水40mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である。

融点 116～122°C

純度試験

(1) 溶状 本品0.5gを水5mLに溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 重金属 本品1.0gをケルダールフラスコに入れ、硝酸5mL及び硫酸2mLを加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸2mLを加えて加熱する。これを2回繰り返し、更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて、液が無色となり、白煙が発生するまで加熱する。冷後、少量の水と共にネスラー管に移し、更に水を加えて約20mLとする。アンモニア水(28)及びアンモニア試液でpHを3.0～3.5に調整し、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

(3) 類縁物質 本品0.20gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。この液3mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に200mL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10μLずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(4:2:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドライゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき、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。

乾燥減量 1.0%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、50°C、3時間)。

定量法 本品約0.125gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、水30mLを加え、更にpH12のリン酸塩緩衝液10mLを正確に加え、栓をして25±3°Cに20分間放置する。この液に酢酸(100)2mLをすばやく加えた後、0.002mol/Lヨウ素液で滴定する(電位差滴定法)。同様な方法でpH12のリン酸塩緩衝液を加えずに試験を行い、補正する。

$$0.002 \text{ mol/L ヨウ素液 } 1 \text{ mL } = 1.5329 \text{ mg C}_8\text{H}_{23}\text{INO}_3\text{PS}$$

貯法

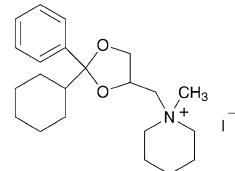
保存条件 遮光して、0°C以下で保存する。

容器 気密容器。

ヨウ化オキサピウム

Oxapium Iodide

オキサピウムヨウ化物



C₂₂H₃₄INO₂: 471.42

1-(2-Cyclohexyl-2-phenyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)-1-methylpiperidinium iodide [6577-41-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ化オキサピウム(C₂₂H₃₄INO₂)98.5%以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリル、メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく、水、無水酢酸又は酢酸(100)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト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0.1gをメタノール10mLに溶かし、希硝酸2mL及び硝酸銀試液2mLを加えるとき、帯緑黄色の沈殿を生じる。

融点 198～203°C

純度試験

(1) 重金属 本品1.0g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2.0mLを加える(20ppm以下)。

(2) 類縁物質 本品0.05gを水/アセトニトリル混液(1:1)100mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50μL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、試料溶液のオキサピウム以外のピークの合計面積は、標準溶液のオキサピウムのピーク面積より大きくなりない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に5μm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：20～30°Cの一定温度

移動相：酢酸(100)57mL及びトリエチルアミン139

mL に水を加えて 1000 mL とする。この液 50 mL にアセトニトリル 500 mL、希酢酸 10 mL 及び水 440 mL を加える。

流量：オキサピウムの保持時間が約 4 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.05 g 及びベンゾフェノン 3 mg を移動相 100 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オキサピウム、ベンゾフェノンの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 50 μ L から得たオキサピウムのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % になるように調整する。

面積測定範囲：ヨウ化物イオンのピークの後からオキサピウムの保持時間の約 6 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (9 : 1) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法、白金電極)。同様の方 法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 47.14 \text{ mg C}_{22}\text{H}_{34}\text{INO}_2$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

ヨウ化カリウム

Potassium Iodide

KI : 166.00

本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ化カリウム (KI) 99.0 % 以上を含む。

性 状 本品は無色若しくは白色の結晶又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、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。

本品は湿った空气中でわずかに潮解する。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 20) はカリウム塩及びヨウ化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 2 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) アルカリ 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし、0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL 及びフェノールフタレン試液 1 滴を加えるとき、液は無色である。

(3) 塩化物、臭化物及びチオ硫酸塩 本品 0.20 g をアンモニア試液 5 mL に溶かし、0.1 mol/L 硝酸銀液 15.0 mL を加え、2 ~ 3 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL に希硝酸 15 mL を加えるとき、液は褐色を呈しない。また、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液 : 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアンモニア試液 2.5 mL、0.1 mol/L 硝酸銀液 7.5 mL 及び希硝酸 15 mL

を加える。

(4) 硝酸塩、亜硝酸塩又はアンモニウム 本品 1.0 g を 40 mL の試験管にとり、水 5 mL、水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び線状のアルミニウム 0.2 g を加え、脱脂綿を管口にさし込み、水浴上で 15 分間注意して加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(5) シアン化物 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、この液 5 mL に硫酸鉄 (II) 試液 1 滴及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて加温し、塩酸 4 mL を加えるとき、液は緑色を呈しない。

(6) ヨウ素酸塩 本品 0.5 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし、希硫酸 2 滴及びデンプン試液 1 滴を加えるとき、液は直ちに青色を呈しない。

(7) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 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)。

(8) バリウム 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、希硫酸 1 mL を加え、5 分間放置するとき、液は混濁しない。

(9) ナトリウム 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし、炎色反応試験 (1) を行うとき、持続する黄色を呈しない。

(10) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 1 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 (5 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (2 g, 105 °C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 10 mL に溶かし、塩酸 35 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え、激しく振り混ぜながら 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定する。ただし、滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後、5 分以内に再び赤紫色が現れないときとする。

$$0.05 \text{ mol/L} \text{ ヨウ素酸カリウム液 } 1 \text{ mL} = 16.600 \text{ mg KI}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

ヨウ化ナトリウム

Sodium Iodide

NaI : 149.89

本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ化ナトリウム (NaI) 99.0 % 以上を含む。

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、グリセリン又はエタノール (95) に溶けやすい。

本品は湿った空气中で潮解する。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 20) はナトリウム塩及びヨウ化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 2 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) アルカリ 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水