

## 製法

ヨウ素	10 g
ヨウ化カリウム	8 g
硫酸亜鉛	1 g
グリセリン	35 mL
精製水	適量
全量	100 mL

以上をとり、溶解混和して製する。

性状 本品は暗赤褐色の液で、ヨウ素のにおいがある。

## 確認試験

(1) 定量法(1)で得た呈色液は赤色を呈する。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 510 ~ 514 nm に吸収の極大を示す(ヨウ素)。

(2) 定量法(2)で得た呈色液は赤色を呈する。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 510 ~ 514 nm に吸収の極大を示す(ヨウ化カリウム)。

(3) 本品 1 mL を共栓試験管にとり、エタノール(95) 10 mL を混和し、更に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化銅(II)二水和物のエタノール溶液(95)(1 → 10) 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青色を呈する(グリセリン)。

(4) 定量法(3)で得た呈色液は、赤紫色~紫色を呈する。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 618 ~ 622 nm に吸収の極大を示す(硫酸亜鉛)。

## 定量法

(1) ヨウ素 本品 5 mL を正確に量り、薄めたエタノール(3 → 10)を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ素約 0.5 g 及び 105 °C で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.4 g をそれぞれ精密に量り、薄めたエタノール(3 → 10)に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液(2:1) 20 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜ、クロロホルム/ヘキサン層を分取し〔水層は(2)に用いる〕、脱脂綿を用いてろ過する。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液(2:1)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\text{ヨウ素 (I) の量 (mg)} = \text{定量用ヨウ素の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

(2) ヨウ化カリウム (1)の試料溶液及び標準溶液から得た水層 7 mL ずつを正確に量り、それぞれに薄めた希塩酸(1 → 2) 1 mL、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液(2:1) 10 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。クロロホルム/ヘキサン層を分取し、脱脂綿を用いてろ過する。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液(2:1)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長

512 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ヨウ化カリウム (KI) の量 (mg)} \\ & = \text{定量用ヨウ化カリウムの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

(3) 硫酸亜鉛 本品 5 mL を正確に量り、薄めたエタノール(3 → 10)を加えて正確に 50 mL とする。この液 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。別に亜鉛標準原液 10 mL を正確に量り、薄めたエタノール(3 → 200)を加えて正確に 1000 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液(2:1) 10 mL を加えて振り混ぜ、静置する。水層 3 mL ずつを正確に量り、pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL 及びジコン試液 2 mL を加え、更に水を加えて正確に 25 mL とする。これらの液につき、水 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 620 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{硫酸亜鉛 (ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O) の量 (mg)} \\ & = \text{亜鉛標準原液 10 mL 中の亜鉛の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 4.398 \end{aligned}$$

## 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## 複方ヨード・グリセリン

Compound Iodine Glycerin

本品は定量するとき、ヨウ素(I: 126.90) 1.1 ~ 1.3 w/v%, ヨウ化カリウム(KI: 166.00) 2.2 ~ 2.6 w/v%, 総ヨウ素(Iとして) 2.7 ~ 3.3 w/v% 及びフェノール(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O: 94.11) 0.43 ~ 0.53 w/v% を含む。

## 製法

ヨウ素	12 g
ヨウ化カリウム	24 g
グリセリン	900 mL
ハッカ水	45 mL
液状フェノール	5 mL
精製水	適量
全量	1000 mL

「ヨウ化カリウム」及び「ヨウ素」を「精製水」約 25 mL に溶かし、これに「グリセリン」を加えた後、「ハッカ水」、「液状フェノール」及び「精製水」を加えて全量を 1000 mL とし、混和して製する。ただし、「グリセリン」の代わりに「濃グリセリン」及び「精製水」適量を用いて製することができる。

性状 本品は赤褐色粘稠性の液で、特異なにおいがある。

比重  $d_{20}^{20}$ : 約 1.23

## 確認試験

(1) 定量法(1)で得た呈色液は赤色を呈する。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを

測定するとき、波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す (ヨウ素)。

(2) 定量法 (2) で得た呈色液は赤色を呈する。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す (ヨウ化カリウム)。

(3) 定量法 (4) で得た呈色液は黄色を呈する。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 401 ～ 405 nm に吸収の極大を示す (フェノール)。

(4) 本品 1 mL を共栓試験管にとり、エタノール (95) 10 mL を混和し、更に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化銅 (II) 二水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青色を呈する (グリセリン)。

#### 定量法

(1) ヨウ素 本品につき、あらかじめ比重測定法第 2 法により比重を測定する。その約 7 mL に対応する質量を精密に量り、エタノール (95) を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ素約 0.08 g 及び 105 °C で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.17 g をそれぞれ精密に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り、50 mL の分液漏斗に入れ、それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) 10 mL 及び水 15 mL を順次正確に加え、直ちに強く振り混ぜ、クロロホルム/ヘキサン層を分取し [水層は (2) に用いる]、脱脂綿を用いてろ過する。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\text{ヨウ素 (I) の量 (mg)} = \text{定量用ヨウ素の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

(2) ヨウ化カリウム (1) の試料溶液及び標準溶液から得た水層 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに薄めた希塩酸 (1 → 2) 1 mL、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) 10 mL を正確に加え、直ちに強く振り混ぜる。クロロホルム/ヘキサン層を分取し、脱脂綿を用いてろ過する。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

ヨウ化カリウム (KI) の量 (mg)

$$= \text{定量用ヨウ化カリウムの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

(3) 総ヨウ素 本品につき、あらかじめ比重測定法第 2 法により比重を測定する。その約 5 mL に対応する質量を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に 50 mL のフラスコにとり、亜鉛粉末 0.5 g 及び酢酸 (100) 5 mL を加え、ヨウ素の色が消えるまで振り混ぜた後、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱する。冷却器を通じて熱湯 10 mL を注加して、冷却器を洗い、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。フラスコは温湯 10 mL で 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、冷後、水を加え

て正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ化カリウムを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、酢酸 (100) 5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 4 mL ずつを 30 mL の分液漏斗に正確にとり、それぞれに水 5 mL、薄めた希塩酸 (1 → 2) 1 mL、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) 10 mL を正確に加えて直ちに強く振り混ぜる。以下 (2) と同様に操作する。

総ヨウ素 (I として) の量 (mg)

$$= \text{定量用ヨウ化カリウムの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.7644$$

(4) フェノール 本品につき、あらかじめ比重及び密度測定法第 2 法により比重を測定する。その約 2 mL に対応する質量を精密に量り、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 3 mL を加えて振り混ぜた後、希塩酸 2 mL を加えて、クロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL ずつで 2 回抽出する。全水層を合わせ、水を加えて正確に 500 mL とし、試料溶液とする。別に定量用フェノール約 0.5 g を精密に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれに希塩酸 2 mL を加え、30 °C の恒温水槽に入れる。10 分間放置した後、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 2 mL を正確に加えて振り混ぜ、30 °C で 60 分間放置する。次に希水酸化カリウム・エタノール試液を加えて正確に 25 mL とする。これらの液につき、水 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 403 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

フェノール ( $C_6H_6O$ ) の量 (mg)

$$= \text{定量用フェノールの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{50}$$

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

### ヨード・サリチル酸・フェノール精

Iodine, Salicylic Acid and Phenol Spirit

本品は定量するとき、ヨウ素 (I : 126.90) 1.08 ～ 1.32 w/v%, ヨウ化カリウム (KI : 166.00) 0.72 ～ 0.88 w/v%, サリチル酸 ( $C_7H_6O_3$  : 138.12) 4.5 ～ 5.5 w/v%, フェノール ( $C_6H_6O$  : 94.11) 1.8 ～ 2.2 w/v% 及び安息香酸 ( $C_7H_6O_2$  : 122.12) 7.2 ～ 8.8 w/v% を含む。