

を分取し、蒸発乾固した後、残留物に希硫酸 2 ~ 3 滴及び水 5 mL を加え、ジエチルエーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する。全ジエチルエーテル抽出液を合わせ、約 35 °C の水浴中で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発して得た残留物の融点は 128 ~ 136 °C である。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : -13.5 \sim -16.5^\circ$ (乾燥後, 0.5 g, クロホルム, 20 mL, 200 mm).

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に加温して溶かすとき、液は無色～微黄色透明である。
- (2) 塩化物 本品 0.5 g をメタノール 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にメタノール 40 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.028 % 以下)。
- (3) 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)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (2 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 1 g を精密に量り、酢酸 (100) 40 mL 及び非水滴定用アセトン 20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: プロモクレゾールグリーン・クリスタルバイオレット試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青紫色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.45 mg C₁₉H₂₄N₂OS · C₄H₄O₄

貯法

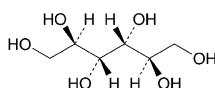
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

D-マンニトール

D-Mannitol

D-マンニット



C₆H₁₄O₆ : 182.17

D-Mannitol [69-65-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、D-マンニトール (C₆H₁₄O₆) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は粉末で、においはなく、味は甘く、冷感がある。

本品は水に溶けやすく、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。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

- (1) 本品の飽和水溶液 5 滴に塩化鉄 (III) 試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) 5 滴を加えるとき、黃色

の沈殿を生じ、これを強く振り混ぜるとき、液は澄明となる。更に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) を追加しても沈殿を生じない。

(2) 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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +137 \sim +145^\circ$ 本品を乾燥し、その約 1.0 g を精密に量り、七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液 (1 → 20) 80 mL に溶かし、薄めた硫酸 (1 → 35) を加えて正確に 100 mL とする。この液につき、層長 100 mm で測定する。

融点 166 ~ 169 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 g を水 10 mL に加温して溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 酸 本品 5.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かし、フェノールフタイン試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 塩化物 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.007 % 以下)。

(4) 硫酸塩 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.010 % 以下)。

(5) 重金属 本品 5.0 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 2.5 mL を加える (5 ppm 以下)。

(6) ニッケル 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき、液は赤色を呈しない。

(7) ヒ素 本品 1.5 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 (1.3 ppm 以下)。

(8) 糖類 本品 5.0 g に水 15 mL 及び希塩酸 4.0 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム試液で中和する (指示薬: メチルオレンジ試液 2 滴)。更に水を加えて 50 mL とし、その 10 mL をフラスコに量り、水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加えて穏やかに 3 分間煮沸した後、放置して酸化第一銅を沈殿させる。次いで上澄液をガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い、洗液は先のガラスろ過器でろ過する。フラスコ内の沈殿に硫酸鉄 (III) 試液 20 mL を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80 °C に加熱し、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定するとき、その消費量は 1.0 mL 以下である。

乾燥減量 0.30 % 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 0.2 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリ

ウム 2.5 g を加え、密栓してよく振り混ぜ、暗所に 5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1 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 1 mL）。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 1.8217 mg C₆H₁₄O₆

貯 法 容 器 密閉容器

D-マンニトール注射液

D-Mannitol Injection

D-マンニット注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するD-マンニトール (C₆H₁₄O₆ : 182.17) を含む。

製 法 本品は「D-マンニトール」をとり、注射剤の製法により製する。

本品には保存剤を加えない。

性 状 本品は無色透明の液で、味は甘い。

本品は結晶を析出することがある。

確認試験 本品を水浴上で濃縮して飽和溶液とし、この液 5 滴につき、「D-マンニトール」の確認試験（1）を準用する。

pH 4.5 ~ 7.0

強熱残分 本品の表示量に従い「D-マンニトール」1.0 g に対する容量を正確に量り、水浴上で蒸発乾固し、試験を行うとき、1.0 mg 以下である。

発熱性物質 容器に 10 mL を超えて充てんされたものは、試験を行うとき、これに適合する。

定量法 本品のD-マンニトール (C₆H₁₄O₆) 約 5 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 250 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、次にこの液 10 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、以下「D-マンニトール」の定量法を準用する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 1.8217 mg C₆H₁₄O₆

貯 法 容 器 密封容器

ミグレンイン

Migrenin

本品はアンチピリン 90、カフェイン 9 及びクエン酸 1 の質量の割合からなる。

本品を乾燥したものは定量するとき、アンチピリン (C₁₁H₁₂N₂O : 188.23) 87.0 ~ 93.0 % 及びカフェイン (C₈H₁₀N₄O₂ : 194.19) 8.6 ~ 9.5 % を含む。

性 状 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく。

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

本品は湿気及び光によって変化する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) 5 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2 滴及び希硫酸 1 mL を加えるとき、液は濃緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 50) 5 mL に塩酸 1 滴及びホルムアルデヒド液 0.2 mL を加え、30 分間水浴中で加熱した後、アンモニア試液の過量を加えてろ過する。ろ液に塩酸を加えて酸性とし、クロロホルム 3 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム層を分取し、水浴上で蒸発し、残留物に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2 ~ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき消える。

(3) 本品の水溶液 (1 → 10) はクエン酸塩の定性反応を呈する。

融 点 104 ~ 110 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色透明である。

(2) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定 量 法

(1) アンチピリン 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れて、酢酸ナトリウム試液 25 mL に溶かし、0.05 mol/L ヨウ素液 30 mL を正確に加え、時々振り混ぜて 20 分間放置した後、クロロホルム 15 mL を加えて沈殿を溶かし、過量のヨウ素を 0.1 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 3 mL）。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 9.411 mg C₁₁H₁₂N₂O

(2) カフェイン 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にクロロホルムを加えて溶かし、10 mL とし、試料溶液とする。別にカフェイン標準品を 80 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.09 g を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にクロロホルムを加えて溶かし、10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL 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い、内標準物質のピーク面積に対するカフェインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{カフェイン } (\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{カフェイン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 エテンザミドのクロロホルム溶液 (1 → 50)

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 のガラス管に、ガスクロマトグラフ用 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ