

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