

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$ : +115 ~ +121° (乾燥後, 0.1 g, 1,4-ジオキサン, 10 mL, 100 mm).

#### 純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 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 1.5 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本品 0.010 g をクロロホルム/メタノール混液 (9:1) 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, クロロホルム/メタノール混液 (9:1) を加えて正確に 100 mL 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 5  $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液 (385:75:40:6) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 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 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品及びベタメタゾン標準品を乾燥し, その約 0.02 g ずつを精密に量り, それぞれをメタノールに溶かし, 正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り, それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後, メタノールを加えて 50 mL とし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L 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い, 内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ベタメタゾン} (\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{FO}_5) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{ベタメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液 (2 → 3500)。

#### 操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 240 nm)  
カラム: 内径約 4 mm, 長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に 5  $\mu$ m 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 (3:2)  
流量: ベタメタゾンの保持時間が約 4 分になるように調整する。  
カラムの選定: 標準溶液 10  $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, ベタメタゾン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度が 10 以上のものを用いる。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ヘパリンナトリウム

Heparin Sodium

本品は健康な食用獣の肝, 肺又は腸粘膜から得たもので, 血液の凝固を遅延する作用があり, 肝又は肺から製したものは 1 mg 中 110 ヘパリン単位以上, 腸粘膜から製したものは 1 mg 中 130 ヘパリン単位以上を含むものである。

本品は定量するとき, 換算した乾燥物に対し, 表示単位の 90 ~ 110 % を含む。

本品は原料に用いた器官名を表示する。

性状 本品は白色~帶灰褐色の粉末又は粒で, においはない。

本品は水にやや溶けやすく, 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。

本品は吸湿性である。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 8.0 である。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は無色~淡黄色澄明である。

(2) バリウム 本品は 0.03 g を水 3.0 mL に溶かし, 試料溶液とする。試料溶液 1.0 mL に希硫酸 3 滴を加え, 10 分間放置するとき, 液は混濁しない。

(3) 総窒素 本品を 60 °C で 3 時間減圧乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 窒素定量法によって試験を行うとき, 窒素 (N : 14.01) の量は 3.0 % 以下である。

(4) たん白質 (2) の試料溶液 1.0 mL にトリクロロ酢酸溶液 (1 → 5) 5 滴を加えるとき, 液は沈殿又は混濁を生じない。

乾燥減量 10 % 以下 (0.02 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 40 % 以下 (乾燥後, 0.02 g)。

発熱性物質 ウサギの体重 1 kg につき, 本品の表示単位に従い, 1 mL 中 1000 単位を含むように生理食塩液を加えて調製した液 2.0 mL を注射し, 試験を行うとき, これに適合する。

#### 定量法

(i) 標準溶液 ヘパリンナトリウム標準品を水に溶かし, その 1 mL 中に正確に 2.00 単位及び 1.60 単位を含むように調製し, それぞれ高用量標準溶液  $S_H$  及び低用量標準溶液  $S_L$  とする。

(ii) 試料溶液 本品の表示単位に従い, その適量を精密に量り, 水に溶かし, その 1 mL 中に正確に 2.00 単位及び 1.60 単位を含むように調製し, それぞれ高用量試料溶液  $T_H$  及び低用量試料溶液  $T_L$  とする。

(iii) 硫酸塩・全血液 新鮮なウシの血液 250 mL を硫酸ナトリウム十水和物溶液 (9 → 50) 50 mL を入れた広口の共栓ポリエチレン瓶に入れ, 1 ~ 4 °C で保存する。用時凝固物があるときは除いて用いる。

(iv) アセトン乾燥牛脳 新鮮な牛脳から血管及び結合組織などを除き, 細切して 10 倍容量のアセトン中に入れて脱水する。次にその 30 g を乳鉢にとり, すりつぶしながらアセトン 75 mL ずつを加えて完全に脱水し, 37 °C で 2 時間乾燥し, アセトンを除く。

(v) トロンボキナーゼ抽出液 アセトン乾燥牛脳 1.5 g

に水 60 mL を加え、50 °C で 10 ~ 15 分間抽出し、1500 回転で 2 分間遠心分離した後、上層液をとり、これに保存剤としてクレゾールを 0.3 % の割合に加え、1 ~ 4 °C で保存する。この液は数日間効力を保つ。

(vi) 操作法 清浄な内径 13 mm、長さ 150 mm の共栓試験管 4 本に  $S_H$ 、 $S_L$ 、 $T_H$  及び  $T_L$  を別々に 1 mL ずつ入れ、更にそれぞれにトロンボキナーゼ抽出液 0.20 mL ずつを加える。ただし、トロンボキナーゼ抽出液の容量は、凝固時間が最も長いもので 9 ~ 12 分間となるように選ぶ。次に各管に硫酸塩・全血液 1 mL ずつを加え、栓をして穏やかに転倒して混和する。各管を 15 秒間ごとに穏やかに傾斜して観察し、管を転倒しても、管底の凝固物が落下しなくなるまでの時間を凝固時間とする。ただし、完全に凝固を起こさない間に管を転倒したときは、試験をやりなおす。完全な試験を 4 回以上繰り返す。

(vii) 計算法  $S_H$ 、 $S_L$ 、 $T_H$  及び  $T_L$  によって起こった凝固時間の対数を  $y_1$ 、 $y_2$ 、 $y_3$  及び  $y_4$  とし、各回の試験における  $y_1$ 、 $y_2$ 、 $y_3$  及び  $y_4$  を合計して、それぞれ  $Y_1$ 、 $Y_2$ 、 $Y_3$  及び  $Y_4$  とする。

本品 1 mg 中の単位数

$$= \text{antilog } M \times (\text{高用量標準溶液 } 1 \text{ mL 中の単位数}) \\ \times \frac{b}{a}$$

$$M = \frac{IY_a}{Y_b}$$

$$I = \log \frac{S_H}{S_L} = \log \frac{T_H}{T_L}$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

$a$  : 試料の採取量 (mg)。

$b$  : 試料に水を加えて溶かし、高用量試料溶液を製したときの全容量 (mL)。

ただし、次の式によって  $L$  ( $P = 0.95$ ) を計算するとき、 $L$  は 0.15 以下である。もし、この値を超えるときは、この値以下になるまで実験回数を増加して試験を繰り返す。

$$L = 2 \sqrt{(C - 1)(CM^2 + I^2)}$$

$$C = \frac{Y_b^2}{Y_b^2 - 4f s^2 t^2}$$

$f$  : 試験回数。

$$s^2 = \frac{\sum y^2 - \frac{Y}{f} - \frac{Y'}{4} + \frac{Y''}{4f}}{n}$$

$\sum y^2$  : 各回の試験の  $y_1$ 、 $y_2$ 、 $y_3$  及び  $y_4$  をそれぞれ 2 乗し、合計した値。

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

$Y'$  : 1 回の試験の  $y_1$ 、 $y_2$ 、 $y_3$  及び  $y_4$  の和を 2 乗し、各回の試験のこの数を合計した値。

$$Y'' = (Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4)^2$$

$$n = 3(f - 1)$$

$t^2$  :  $s^2$  を計算したときの  $n$  に対する「インスリン注射液」の定量法の表の値。

貯 法 容 器 気密容器。

## ヘパリンナトリウム注射液

Heparin Sodium Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示されたヘパリン単位の 90 ~ 110 % を含む。

本品はその製造に用いた「ヘパリンナトリウム」の原料の器官名を表示する。

製 法 本品は「ヘパリンナトリウム」をとり、「生理食塩液」を加えて溶かし、注射剤の製法により製する。

性 状 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

pH 5.5 ~ 8.0

純度試験

(1) バリウム 本品の表示単位に従い「ヘパリンナトリウム」3000 単位に対応する容量を正確に量り、水を加えて 3.0 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 1.0 mL に希硫酸 3 滴を加え、10 分間放置するとき、液は混濁しない。

(2) たん白質 「ヘパリンナトリウム」の純度試験 (4) を準用する。

エンドトキシン 0.0030 EU/unit 未満。

定 量 法 「ヘパリンナトリウム」の定量法を準用する。ただし、(ii) 試料溶液は次のとおりとする。

試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を正確に量り、その 1 mL 中に正確に 2.00 単位及び 1.60 単位を含むように水を加えて薄め、それぞれ高用量試料溶液  $T_H$  及び低用量試料溶液  $T_L$  とする。

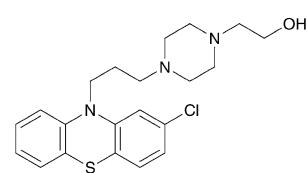
貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密封容器。

## ペルフェナジン

Perphenazine



$C_{21}H_{26}ClN_3OS$  : 403.97

2-{4-[3-(2-Chlorophenoxy)-1-propyl]piperazin-1-yl}ethanol [58-39-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、ペルフェナジン ( $C_{21}H_{26}ClN_3OS$ ) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、酢酸 (100) にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき、液は赤色を