

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。

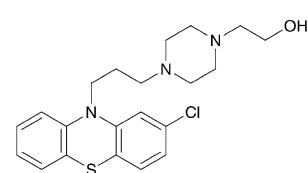
貯 法

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

呈する。次にこの液を加温するとき、濃赤紫色となる。

(2) 本品 0.2 g をメタノール 2 mL に溶かし、この液を 2,4,6-トリニトロフェノールの温メタノール溶液 (1 → 25) 10 mL に加えて 4 時間放置する。結晶をろ取し、少量のメタノールで洗った後、105 °C で 1 時間乾燥したものの融点は 237 ~ 244 °C (分解) である。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 200000) 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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 又はペルフェナジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。また、この液 10 mL に水 10 mL を加えた液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 又はペルフェナジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融 点 95 ~ 100 °C

#### 純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用い、窒素気流中で行う。本品 0.10 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 20 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 10 μL 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 1-ブタノール/1 mol/L アンモニア試液混液 (5 : 1) 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 (1 g, 減圧、酸化リン (V), 65 °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 0.4 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬 : クリスタルバイオレット試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青紫色を経て青緑色に変わるとときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 20.198 \text{ mg C}_{21}\text{H}_{26}\text{ClN}_3\text{OS}$$

#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

## ペルフェナジン錠

Perphenazine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対するペルフェナジン ( $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{ClN}_3\text{OS}$  : 403.97) を含む。

製 法 本品は「ペルフェナジン」をとり、錠剤の製法により製する。

#### 確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ペルフェナジン」 0.025 g に対応する量をとり、メタノール 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物につき、「ペルフェナジン」の確認試験 (1) を準用する。

(2) (1) のろ液 5 mL をとり、この液を 2,4,6-トリニトロフェノール酸の温メタノール溶液 (1 → 25) 10 mL に加え、以下「ペルフェナジン」の確認試験 (2) を準用する。

(3) 定量法のろ液につき、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 309 ~ 313 nm に吸収の極大を示す。また、この液 10 mL にメタノール 30 mL を加えた液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260 nm に吸収の極大を示す。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、水 5 mL を加えて崩壊するまで振り混ぜる。次にメタノール 70 mL を加え、よく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液  $x$  mL を正確に量り、1 mL 中にペルフェナジン ( $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{ClN}_3\text{OS}$ ) 約 4  $\mu\text{g}$  を含む液となるようにメタノールを加え、正確に  $V$  mL とし、試料溶液とする。別にペルフェナジン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 65 °C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 250 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

ペルフェナジン ( $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{ClN}_3\text{OS}$ ) の量 (mg)

$$= \text{ペルフェナジン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{25} \times \frac{1}{x}$$

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 90 分後、溶出液 30 mL 以上をとり、孔径 0.8  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にペルフェナジン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 65 °C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かした後、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) を加えて正確に 250 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 255 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とす