システム適合性

システムの性能：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品20mgを核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1→10000）0.40mLに溶かした液に，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品0.10mgを核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1→10000）1.0mLに溶かした液0.20mLを加える．この液につき，上記の条件で操作するとき，δ2.04±0.02ppmにヘパリンの*N*-アセチル基に由来するシグナルを，δ2.15±0.02ppmに過硫酸化コンドロイチン硫酸の*N*-アセチル基に由来するシグナルを，それぞれ認める．

第十五改正日本薬局方医薬品各条の部ヘパリンナトリウムの条純度試験の項に次の一目を加える。

(6) 類縁物質　本品2.0mgを水0.1mLに溶かした液20μLを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，ヘパリンのピーク以降にピークを認めない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：202nm）

カラム：内径2.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子を充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸（1→10）を加えてpH3.0に調整する．

移動相B：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4g及び過塩素酸リチウム106.4gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸（1→10）を加えてpH3.0に調整する．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相A（vol%）	移動相B（vol%）
0～3	90	10
3～15	90→0	10→100

流量：毎分0.2mL

測定範囲：溶媒のピークの後からヘパリンの保持時間の2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品10mgを水0.40mLに溶かし，ヘパリンナトリウム標準原液とする．別に過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品0.10mgを水0.20mLに溶かし，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液とする．ヘパリンナトリウム標準原液60μL，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液3μL及び水12μLを混和した液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，過硫酸化コンドロイチン硫酸のピークを認める．

システムの性能：ヘパリンナトリウム標準原液120μLに過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液30μLを混和し，システム適合性試験用溶液とする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヘパリン，過硫酸化コンドロイチン硫酸の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，過硫酸化コンドロイチン硫酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

(7) ガラクトサミン　本品2.4mgを水/塩酸混液（7：5）1.0mLに溶かし，試料原液とする．D-グルコサミン塩酸塩8.0mgを水/塩酸混液（7：5）に溶かして正確に10mLとした液99容量に，D-ガラクトサミン塩酸塩8.0mgを水/塩酸混液（7：5）に溶かして正確に10mLとした液1容量を加え，標準原液とする．試料原液及び標準原液500μLずつを共栓試験管にとり，それぞれを密栓して100℃で6時間加熱する．これらの液を室温まで冷やし，100μLずつをとり，減圧乾固する．それぞれの残留物にメタノール50μLずつを加え，室温で減圧乾固する．それぞれの残留物を水10μLずつに溶かし，アミノ安息香酸誘導体化試液40μLずつを加え，80℃で1時間加熱する．これらの液を室温まで冷やし，減圧乾固する．それぞれの残留物に水及び酢酸エチル200μLずつを加え，激しく振り混ぜ，遠心分離する．上層を除去し，それぞれの下層に酢酸エチル200μLずつを加え，激しく振り混ぜ，遠心分離する．下層をそれぞれ試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液のグルコサミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面積の比は，標準溶液のグルコサミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面積の比より大きくない．

試験条件

検出器：蛍光光度計（励起波長：305nm，蛍光波長：360nm）

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー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：45℃付近の一定温度

移動相：水/トリフルオロ酢酸混液（1000：1）100mLにアセトニトリル100mLを加える．この液140mLを水/トリフルオロ酢酸混液（1000：1）860mLに加える．

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：注入後50分間

システム適合性

検出の確認：D-マンノサミン塩酸塩8.0mgを水/塩酸混液（7：5）10mLに溶かし，マンノサミン標準溶液とする．標準原液/マンノサミン標準溶液混液（100：1）500μLを共栓試験管にとり，密栓して100℃で6時間加熱する．この液を室温まで冷やし，100μLをとり，減圧乾固する．残留物にメタノール50μLを加え，室温で減圧乾固する．残留物を水10μLに溶かし，アミノ安息香酸誘導体化試液40μLを加え，80℃で1時間加熱する．この液を室温まで冷やし，減圧乾固する．残留物に水及び酢酸エチル200μLずつを加え，激しく振り混ぜ，遠心分離する．上層を除去し，下層に酢酸エチル200μLを加え，激しく振り混ぜ，遠心分離し，下層をシステム適合性試験用溶液とする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，グルコサミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面積の比は，0.7～2.0%である．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，グルコサミン，マンノサミン，ガラクトサミンの順に溶出し，グルコサミンとマンノサミンとの分離度及びマンノサミンとガラクトサミンとの分離度は，それぞれ1.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グルコサミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面積の比の相対標準偏差は4.0%以下である．

○厚生労働省告示第三百十三号

国民年金法等の一部を改正する法律の施行に伴う経過措置に関する政令（昭和六十一年政令第五十四号）第百三条の規定によりなおその効力を有するものとされた国民年金法施行令等の一部を改正する等の政令（昭和六十一年政令第五十三号）第二条の規定による改正前の厚生年金保険法施行令（昭和二十九年政令第百十号）第五条及び第六条第二項の規定に基づき、国民年金法等の一部を改正する法律附則第五条第十三号に規定する第四種被保険者の保険料を前納する場合の期間及び納付すべき額（平成二十一年厚生労働省告示第五百十九号）の一部を次のように改正し、平成二十二年八月一日から適用する。

平成二十二年七月三十日　厚生労働大臣　長妻　昭

第一条及び第二条中「平成二十二年八月」を「平成二十三年八月」に改める。

別表を次のように改める。