

日本薬局方一部改正案

医薬品各条の部 ヘパリンナトリウムの条純度試験の項(4)の目の次に次の一目を加える。

- (5) 過硫酸化コンドロイチン硫酸 本品 20 mg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-d₄の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10000) 0.60 mLに溶かし、試料溶液とする。この液につき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-d₄を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)プロトン共鳴周波数 400MHz以上の装置(1)を用いる方法により¹Hを測定するとき、 δ 2.13-2.17 ppm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認めない。

試験条件

温度：25°C

スピニング：オフ

データポイント数：32,768

スペクトル範囲：DHOのシグナルを中心に ± 6.0 ppm

パルス角：90°

繰り返しパルス待ち時間：20 秒

ダミーキャン：4 回

積算回数：ヘパリンのN-アセチル基のプロトンのシグナルのS/N比が200以上得られる回数

ウインドウ関数：指数関数 (Line broadening factor = 0.2 Hz)

システム適合性

本品 20 mg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-d₄の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10000) 0.60 mLに溶かし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液に過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品 0.1 mgを加えて溶かした液につき、上記の条件で操作するとき、 δ 2.02-2.06 ppmにヘパリンのN-アセチル基に由来するシグナル、及び δ 2.13-2.17 ppm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認める。

一般試験法の部 9.01 標準品の条(1)別に厚生労働大臣が定めるところにより厚生労働大臣の登録を受けた者が製造する標準品の項に次のように加える。

過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品 純度試験