エダラボン注射液

純度試験及び定量法の項を次のように改める.

純度試験　類縁物質

(ｉ)　本品を試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエダラボン以外のピークの面積は，標準溶液のエダラボンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エダラボン」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：エダラボンのピークの後からエダラボンの保持時間の約7倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，エダラボンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，1.4以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エダラボンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

(ⅱ)　本品を試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエダラボンに対する相対保持時間約0.3のピーク面積は，標準溶液のエダラボンのピーク面積の4倍より大きくなく，試料溶液のエダラボンに対する相対保持時間約0.4のピーク面積は，標準溶液のエダラボンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のエダラボン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のエダラボンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及び移動相は定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

流量：エダラボンの保持時間が約11分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエダラボンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，エダラボンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，1.4以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エダラボンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品のエダラボン($C_{10}H_{10}N_2O$)約3 mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，メタノールを加えて20 mLとし，試料溶液とする．別に定量用エダラボンをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で3時間乾燥し，その約75 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，メタノールを加えて20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエダラボンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エダラボン($C_{10}H_{10}N_2O$)の量(mg)＝ $M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$

M_S：定量用エダラボンの秤取量(mg)

内標準溶液　アミノ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：薄めた希酢酸(1→100)／メタノール混液(3：1)に，薄めたアンモニア水(28)(1→20)を加えてpH 5.5に調整する．

流量：エダラボンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2 μLにつき，上記の条件で操作するとき，エダラボン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液2 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエダラボンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．