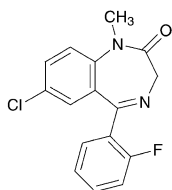


フルジアゼパム

Fludiazepam

C₁₆H₁₂ClFN₂O : 302.73

7-Chloro-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-1-methyl-2H-1,4-benzodiazepin-2-one [3900-3I-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルジアゼパム (C₁₆H₁₂ClFN₂O) 99.0 % 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ある。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール、エタノール (95)、酢酸 (100) 又はジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応 (2) を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (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 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、本品のメタノール溶液 (1 → 20000) 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 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。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは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 91 ~ 94 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をジエチルエーテル 50 mL に溶かし、水 50 mL を加えて振り混ぜ、水層を分取してジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回洗った後、水層をろ過する。ろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL を

正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 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 20 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。次にクロロホルム/酢酸エチル混液 (10 : 7) 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 0.30 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

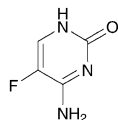
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.273 mg C₁₆H₁₂ClFN₂O

貯法 容器 気密容器。

フルシトシン

Flucytosine

C₄H₄FN₂O : 129.09

4-Amino-5-fluoropyrimidin-2(1H)-one [2022-85-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルシトシン (C₄H₄FN₂O) 98.5 % 以上を含み、また、フッ素 (F : 19.00) 14.0 ~ 15.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水にやや溶けにくく、メタノール、エタノール (95)、無水酢酸又は酢酸 (100) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ~ 7.5 である。

本品はやや吸湿性である。

融点 : 約 295 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 500) 5 mL に臭素試液 0.2 mL を加えるとき、試液の黄褐色は直ちに消える。更に水酸化バリウム試液 2 mL を加えるとき、紫色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応 (2) を呈する。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 125000) 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。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 80 mL を加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、この液 40 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える (0.014 % 以下)。

(3) フッ化物 本品 0.10 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 10.0 mL に溶かす。この液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム (Ⅲ) 試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、更に水を加えて 20 mL とした後、1 時間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準液 4.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 5.0 mL を加え、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム (Ⅲ) 試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (0.048 % 以下)。

(4) 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)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.050 g を薄めたメタノール (1 → 2) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 25 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたメタノール (1 → 2) 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 20 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。次に酢酸エチル/メタノール/水混液 (5 : 3 : 2) 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 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) フルシトシン 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 40 mL を加え、更に無水酢酸 100 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.909 mg C₁₆H₁₂FN₃O₃

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、

0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

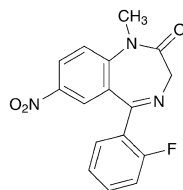
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

フルニトラゼパム

Flunitrazepam



C₁₆H₁₂FN₃O₃ : 313.28

5-(2-Fluorophenyl)-1,3-dihydro-1-methyl-7-nitro-2H-1,4-benzodiazepin-2-one [1622-62-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルニトラゼパム (C₁₆H₁₂FN₃O₃) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、無水酢酸又はアセトンにやや溶けやすく、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100000) 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。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 168 ~ 172 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 20 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.022 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g を白金るつぼにとり、第 4 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 (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.050 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 25 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