

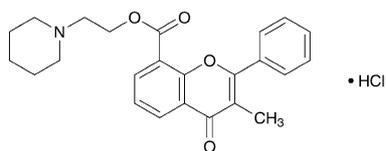
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.824 mg  $C_{14}H_{22}ClNO_2 \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器

## 塩酸フラボキサート

Flavoxate Hydrochloride

フラボキサート塩酸塩



$C_{24}H_{28}NO_4 \cdot HCl$  : 427.92

2-(Piperidine-1-yl)ethyl 3-methyl-4-oxo-2-phenyl-4H-chromene-8-carboxylate monohydrochloride [3717-88-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸フラボキサート ( $C_{24}H_{28}NO_4 \cdot HCl$ ) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) 又はクロロホルムにやや溶けにくく、水又はエタノール (95) に溶けにくく、アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

### 確認試験

- (1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 50000) 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。
- (3) 本品の水溶液 (1 → 100) は塩化物の定性反応を呈する。

### 純度試験

- (1) 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)。
- (2) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 4 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 (1 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.080 g をとり、クロロホルム 10 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 20 mL 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 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 5  $\mu$ L 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/水/酢酸 (100) 混液 (3 : 1 : 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 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、酢酸 (100) 10 mL 及びアセトニトリル 40 mL を加えて溶かした後、無水酢酸 50 mL を加え、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。

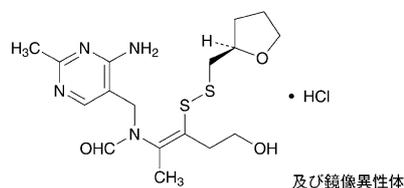
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.79 mg  $C_{24}H_{28}NO_4 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器

## 塩酸フルスルチアミン

Fursultiamine Hydrochloride

フルスルチアミン塩酸塩



$C_{17}H_{26}N_4O_3S_2 \cdot HCl$  : 435.00

*N*-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-*N*-[4-hydroxy-1-methyl-2-[(*RS*)-tetrahydrofuran-2-ylmethyl]disulfanyl]-but-1-en-1-yl]formamide monohydrochloride [804-30-8, フルスルチアミン]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸フルスルチアミン ( $C_{17}H_{26}N_4O_3S_2 \cdot HCl$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品は水、メタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

### 確認試験

- (1) 本品 5 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 6 mL に溶かし、垂鉛粉末 0.1 g を加え、数分間放置した後、ろ過する。ろ液 3 mL に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及びヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 0.5 mL を加え、次に 2-メチル-1-プロパノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、2-メチル-1-プロパノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。
- (2) 本品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 24 時間乾燥し、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又はデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 24 時間乾燥した塩酸フルスルチアミン標準品の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。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品を水に溶かした後、水を蒸発し、残留物をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 24 時間乾燥したものに付き、同様の試験を行う。

(3) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.011 % 以下)。

(3) 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)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし、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 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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、試料溶液のフルスルチアミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のフルスルチアミンのピーク面積より大きくない。

#### 操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たフルスルチアミンのピーク高さが 20 ~ 30 mm になるように調整する。

面積測定範囲：フルスルチアミンの保持時間の約 3 倍の範囲

水分 5.0 % 以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及び塩酸フルスルチアミン標準品 (別途本品と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.055 g ずつを精密に量り、それぞれを水 50 mL に溶かし、次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、水を加えて 100 mL とする。この液 8 mL ずつに水を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフルスルチアミンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

塩酸フルスルチアミン ( $C_{17}H_{25}N_3O_2 \cdot HCl$ ) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算した塩酸フルスルチアミン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 4-アミノ安息香酸イソプロピルのエタノール (95) 溶液 (3 → 400)

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ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：50 °C 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.01 g を薄めた酢酸 (100) (1 → 100) 1000 mL に溶かす。この液 675 mL にメタノール/アセトニトリル混液 (3 : 2) 325 mL を加える。

流量：フルスルチアミンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

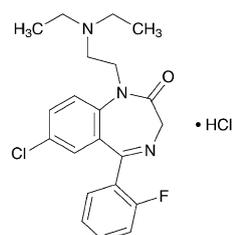
カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、フルスルチアミン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

## 塩酸フルラゼパム

Flurazepam Hydrochloride

フルラゼパム塩酸塩



$C_{21}H_{25}ClFN_3O \cdot HCl$  : 424.34

7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2H-1,4-benzodiazepin-2-one monohydrochloride [36105-20-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸フルラゼパム ( $C_{21}H_{25}ClFN_3O \cdot HCl$ ) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水、エタノール (95)、エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に溶けやすい。

融点：約 197 °C (分解)。

#### 確認試験

(1) 本品の硫酸・エタノール試液溶液 (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塩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数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 → 20) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.011 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g を白金るつぼにとり、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)。