

スポットする。次に 1, 2-ジクロロエタン/ジエチルエーテル/アンモニア水 (28) 混液 (200 : 100 : 3) 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、2 個以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 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) 20 mL に溶かし、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。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 31.328 \text{ mg } C_{16}H_{12}ClFN_3O_3$$

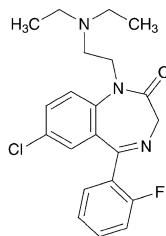
貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

フルラゼパム

Flurazepam



C₂₁H₂₃ClFN₃O : 387.88

7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2H-1,4-benzodiazepin-2-one
[17617-23-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルラゼパム (C₂₁H₂₃ClFN₃O) 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)、無水酢酸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 を硫酸 3 mL に溶かし、この液に紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、帯緑黄色の蛍光を発する。
- (2) 本品 0.01 g をクエン酸・酢酸試液 3 mL に溶かし、水浴中で 4 分間加熱するとき、液は暗赤色を呈する。
- (3) 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。
- (4) 本品のメタノール溶液 (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 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 → 10000) 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。

(5) 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 79 ~ 83 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をエタノール (95) 10 mL に溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をジエチルエーテル 50 mL に溶かし、水 46 mL 及び炭酸ナトリウム試液 4 mL を加えて振り混ぜ、水層を分取し、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 をとり、希硝酸を加えて中和した後、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)。

(3) 硫酸塩 (2) のろ液 20 mL をとり、希塩酸を加えて中和した後、希塩酸 1 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 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.048 % 以下)。

(4) 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)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 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 0.20 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 20 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 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スポットする。次にシクロヘキサン/アセトン/アンモニア水 (28) 混液 (60 : 40 : 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 0.20 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 2 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 0.3 g を精密に量り、無水酢酸 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で第二当量点まで滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 19.394 \text{ mg } C_{21}H_{23}ClFN_3O$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密閉容器。