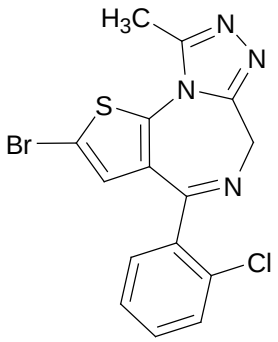
ブロチゾラム

Brotizolam



$C_{15}H_{10}BrClN_4S$：393.69

2-Bromo-4-(2-chlorophenyl)-9-methyl-6*H*-thieno[3,2-*f*][1,2,4]triazolo[4,3-*a*][1,4]diazepine

[*57801-81-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロチゾラム（$C_{15}H_{10}BrClN_4S$）98.5 ～ 101.0%を含む.

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である.

本品はメタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（**1**）　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〈*2.24*〉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，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.

（**2**）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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数のところに同様の強度の吸収を認める.

融　点〈*2.60*〉　208 ～ 212℃

純度試験

（**1**）　重金属〈*1.07*〉　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**）　類縁物質　本品 50 mgをアセトニトリル 50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液 2 mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mLとする．この液 1 mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 10 mLとし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 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，試料溶液のブロチゾラム以外のピークの面積は，標準溶液のブロチゾラムのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のブロチゾラム以外のピークの合計面積は，標準溶液のブロチゾラムのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：242 nm）

カラム：内径 3.9 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チルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相 A：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.84 g を水 1000 mL に溶かす.

移動相 B：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 0.46 g を水 250 mL 及びアセトニトリル 750 mL に溶かす.

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次にように変えて濃度勾配制御する.

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ～ 4	63	37
4 ～ 15	63 → 12	37 → 88

流量：毎分 2 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブロチゾラムの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たブロチゾラムのピーク面積が，標準溶液のブロチゾラムのピーク面積の 18 ～ 32%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブロチゾラムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブロチゾラムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.5%以下（1 g，105℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1%以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 gを精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（2：1）75 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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 = 19.68 mg $C_{15}H_{10}BrClN_4S$

貯 法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．