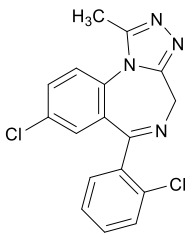


## 1 トリアゾラム

## 2 Triazolam



3

4  $C_{17}H_{12}Cl_2N_4$  : 343.21

5 8-Chloro-6-(2-chlorophenyl)-1-methyl-4H-[1,2,4]triazolo[4,3-a][1,4]

6 benzodiazepine

7 [28911-01-5]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、トリアゾラム  
9 ( $C_{17}H_{12}Cl_2N_4$ ) 98.0 ~ 102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく、エ  
12 タノール(95)に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 本品は結晶多形が認められる。

## 14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき、紫外  
16 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリアゾラム  
18 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較す  
19 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  
20 の吸収を認める。

21 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
22 ペースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参  
23 照スペクトル又は乾燥したトリアゾラム標準品のスペクトル  
24 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  
25 様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
27 色~青緑色を呈する。

28 融点(2.60) 239 ~ 243°C

## 29 純度試験

30 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0 gに水50 mLを加え、時々振  
31 り混ぜながら1時間放置した後、ろ過する。初めのろ液10  
32 mLを除き、次のろ液25 mLをとり、希硝酸6 mL及び水を加  
33 えて50 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液に  
34 は0.01 mol/L塩酸0.40 mLを加える(0.028%以下)。

35 (2) 重金属 別に規定する。

36 (3) 類縁物質 本品0.14 gを*N,N*-ジメチルホルムアミド  
37 10 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量  
38 り、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に100 mLとし、  
39 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液12  $\mu$ Lずつを正確に  
40 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
41 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  
42 より測定するとき、試料溶液のトリアゾラム以外のピークの  
43 面積は、標準溶液のトリアゾラムのピーク面積の1/5より  
44 大きくない。また、試料溶液のトリアゾラム以外のピークの  
45 合計面積は、標準溶液のトリアゾラムのピーク面積より大き

46 くない。ただし、トリアゾラムに対する相対保持時間約0.7  
47 の類縁物質A、約1.5の類縁物質B及び約2.4の類縁物質Cのピ  
48 ークの面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数  
49 1.8、0.6及び4.3を乗じた値とする。

## 50 試験条件

51 検出器、カラム、カラム温度、移動相A、移動相B、移  
52 動相の送液及び流量は定量法の試験条件を準用する。

53 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後39分まで  
54 システム適合性

55 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、*N,N*-ジメ  
56 チルホルムアミドを加えて正確に10 mLとする。この  
57 液12  $\mu$ Lから得たトリアゾラムのピーク面積が、標準  
58 溶液のトリアゾラムのピーク面積の7 ~ 13%になる  
59 ことを確認する。

60 システムの性能：標準溶液12  $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
61 操作するとき、トリアゾラムのピークの理論段数及び  
62 シンメトリー係数は、それぞれ4500段以上、1.6以下  
63 である。

64 システムの再現性：標準溶液12  $\mu$ Lにつき、上記の条件  
65 で試験を6回繰り返すとき、トリアゾラムのピーク面  
66 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

67 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1 g, 105°C, 4時間)。

68 強熱残分(2.44) 0.3%以下(1 g)。

69 定量法 本品及びトリアゾラム標準品を乾燥し、その約55 mg  
70 ずつを精密に量り、それぞれを*N,N*-ジメチルホルムアミド  
71 に溶かし、正確に50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
72 試料溶液及び標準溶液12  $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で  
73 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
74 れの液のトリアゾラムのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

75 トリアゾラム( $C_{17}H_{12}Cl_2N_4$ )の量(mg)

76 
$$= M_S \times A_T / A_S$$

77  $M_S$  : トリアゾラム標準品の秤取量(mg)

## 78 試験条件

79 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

80 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5  
81  $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シ  
82 リカゲルを充填する。

83 カラム温度：40°C付近の一定温度

84 移動相A：メタノール/薄めたpH 4.5の酢酸・酢酸アン  
85 モニウム緩衝液(1→10)混液(14 : 11)86 移動相B：メタノール/薄めたpH 4.5の酢酸・酢酸アン  
87 モニウム緩衝液(1→10)混液(19 : 1)88 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
89 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 ~ 14	98	2
14 ~ 34	98 → 1	2 → 99
34 ~ 39	1	99

90 流量：毎分2.0 mL

91 システム適合性

92 システムの性能：標準溶液12  $\mu$ Lにつき、上記の条件で

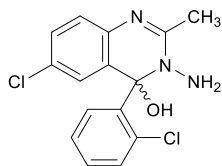
93 操作するとき、トリアゾラムのピークの理論段数及び  
 94 シンメトリー係数は、それぞれ4500段以上、2.0以下  
 95 である。

96 システムの再現性：標準溶液12  $\mu\text{L}$ につき、上記の条件  
 97 で試験を6回繰り返すとき、トリアゾラムのピーク面  
 98 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

99 貯法 容器 気密容器.

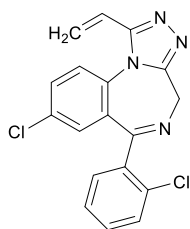
100 その他

101 類縁物質A：3-アミノ-6-クロロ-4-(2-クロロフェニル)-2-メチ  
 102 ル-3,4-ジヒドロキナゾリン-4-オール



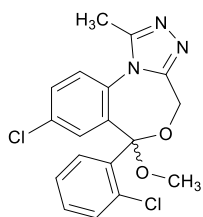
103

104 類縁物質B：8-クロロ-6-(2-クロロフェニル)-1-エテニル-4*H*-  
 105 [1,2,4]トリアゾロ[4,3-*a*][1,4]ベンゾジアゼピン



106

107 類縁物質C：8-クロロ-6-(2-クロロフェニル)-6-メトキシ-1-メ  
 108 チル-4*H*,6*H*[1,2,4]トリアゾロ[4,3-*a*][4,1]ベンゾオキサアゼ  
 109 ピン



110

111 -----

112 **9.01 標準品(1)の項に次を追加する.**

113 トリアゾラム標準品

114