

## システム適合性

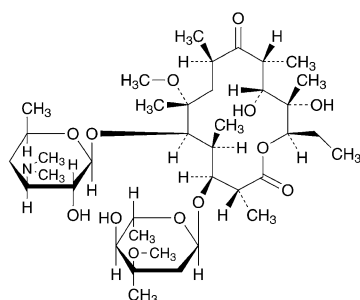
システムの性能：標準溶液 5  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、クラブラン酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度は4以上である。

システムの再現性：標準溶液 5  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するクラブラン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

## クラリスロマイシン

Clarithromycin



$\text{C}_{38}\text{H}_{69}\text{NO}_{13}$  : 747.95

(2*R*, 3*S*, 4*S*, 5*R*, 6*R*, 8*R*, 10*R*, 11*R*, 12*S*, 13*R*)-5-(3, 4, 6-Trideoxy-3-dimethylamino- $\beta$ -D-xylo-hexopyranosyloxy)-3-(2, 6-dideoxy-3-C-methyl-3-O-methyl- $\alpha$ -L-ribo-hexopyranosyloxy)-11, 12-dihydroxy-6-methoxy-2, 4, 6, 8, 10, 12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide [81103-11-9]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 900  $\mu\text{g}$  (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、クラリスロマイシン ( $\text{C}_{38}\text{H}_{69}\text{NO}_{13}$ ) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、味は苦い。

本品はアセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく、メタノール、エタノール (95) 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 5 mg に硫酸 2 mL を加えて静かに振り混ぜるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品 3 mg をアセトン 2 mL に溶かし、塩酸 2 mL を加えるとき、液はだいたい色を呈し、直ちに赤色→深紫色に変わる。

(3) 本品及びクラリスロマイシン標準品につき、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クラリスロマイシ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数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品及びクラリスロマイシン標準品 0.01 g ずつをクロロホルム 4 mL に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。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  $\mu\text{L}$  ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル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/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (100 : 5 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧した後、105  $^{\circ}\text{C}$  で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黒紫色を呈し、それらの  $R_f$  値は等しい。

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : -87 ~ -97 $^{\circ}$  (脱水物に換算したもの 0.25 g, クロロホルム, 25 mL, 100 mm)。

融点 別に規定する。

## 純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、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)。

(2) ヒ素 別に規定する。

(3) 類縁物質 別に規定する。

水分 2.0 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2.0 g)。

定量法 本品及びクラリスロマイシン標準品約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 20 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  $\mu\text{L}$  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クラリスロマイシンのピーク面積の比  $Q_r$  及び  $Q_s$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{クラリスロマイシン } (\text{C}_{38}\text{H}_{69}\text{NO}_{13}) \text{ の量 } [\mu\text{g} \text{ (力価)}] \\ & = \text{クラリスロマイシン標準品の量 } [\text{mg} \text{ (力価)}] \\ & \quad \times \frac{Q_r}{Q_s} \times 1000 \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液 (1 → 20000)

## 試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長 : 210 nm)

カラム：内径 4 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  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  $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

移動相 : 薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 (1 → 3) / アセトニトリル混液 (13 : 7)

流量 : クラリスロマイシンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

## システム適合性

システムの性能：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、クラリスロマイシン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は3以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。