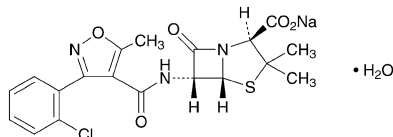


クロキサシリンナトリウム

Cloxacillin Sodium

メチルクロルフェニルイソキサゾリルペニシリンナトリウム


 $C_{19}H_{17}ClN_3NaO_6S \cdot H_2O : 475.88$

Monosodium (2*S*, 5*R*, 6*R*)-6-[[3-(2-chlorophenyl)-5-methylisoxazole-4-carbonyl]amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrate [708I-44-9]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 824 μ g (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、クロキサシリン ($C_{19}H_{18}ClN_3O_6S : 435.88$) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくい。

確認試験

(1) 本品のクロロホルム溶液 (1 → 20000) 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又はクロキサシリンナトリウム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本品の参照スペクトル又はクロキサシリンナトリウム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。

(3) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品の 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 8.0 である。

純度試験 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)。

水分 6.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法 I. 円筒平板法により試験を行う。

(1) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる。

(2) 培地 培地 (1) の 1) の i を用いる。

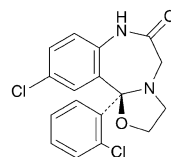
(3) 標準溶液 クロキサシリンナトリウム標準品約 0.02 g (力価) に対応する量を精密に量り、pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする。この液適量を正確に量り、pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μ g (力価) 及び 5 μ g (力価) を含む液を調製し、それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

(4) 試料溶液 本品約 0.02 g (力価) に対応する量を精密に量り、pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする。この液適量を正確に量り、pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μ g (力価) 及び 5 μ g (力価) を含む液を調製し、それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 気密容器。

クロキサゾラム

Cloxazolam



及び鏡像異性体

 $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2 : 349.21$

(*R,S*)-10-Chloro-11b-(2-chlorophenyl)-2,3,7,11b-tetrahydrooxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-6(5*H*)-one [24166-13-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、クロキサゾラム ($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$) 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、におい及び味はない。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、ジクロロメタンにやや溶けにくく、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルに溶けにくく、エタノール (95) に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 200 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にエタノール (99.5) 10 mL を加え、加熱して溶かした後、塩酸 1 滴を加えるとき、液は淡黄色を呈し、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。また、この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液の色及び蛍光は直ちに消える。

(2) 本品 0.01 g をとり、希塩酸 5 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱して溶かし、冷却する。この液 1 mL は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品 2 g を 200 mL のフラスコに量り、エタノール (95) 50 mL 及び水酸化ナトリウム試液 25 mL を加え、還流冷却器を付け 4 時間加熱還流する。冷後、希塩酸で中和した後、ジクロロメタン 30 mL で抽出する。抽出液は無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて脱水し、ろ過した後、ジクロロメタンを留去する。残留物にメタノール 5 mL を加え、水浴上で加熱して溶かした後、氷水中で急冷する。析出した結晶をろ取し、減圧、60 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 87 ～ 91 °C である。

(4) 本品のエタノール (99.5) 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。

(5) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を呈する。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (244 nm) : 390 ~ 410 (乾燥後, 1 mg, エタノール (99.5), 100 mL).

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、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 0.20 mL を加える (0.014 % 以下)。

(2) 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)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をケルダールフラスコに入れ、硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え、穏やかに加熱する。更に時々硝酸 2 ~ 3 mL ずつを追加して液が無色から淡黄色となるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ~ 3 mL とする。冷後、水を加えて 10 mL とし、この液を検液として装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.05 g をジクロロメタン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 200 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 μ 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。風乾後直ちにトルエン/アセトン混液(5:1)を展開溶媒として約 10 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 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸(100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: クリスタルバイオレット試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。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 = 34.921 mg $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$

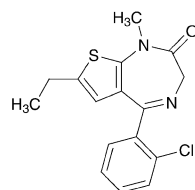
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

クロチアゼパム

Clotiazepam



$C_{16}H_{15}ClN_2OS$: 318.82

5-(2-Chlorophenyl)-7-ethyl-1,3-dihydro-1-methyl-2H-thieno[2,3-e]-1,4-diazepin-2-one [3367I-46-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、クロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

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)、アセトン、酢酸(100)又は酢酸エチルに溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

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、淡黄色の蛍光を発する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液(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。

(3) 本品 0.01 g をとり、薄めた過酸化水素(30)(1 → 5) 10 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作し、検液を調製する。装置の A の上部に少量の水を入れ、注意して C をとり、メタノール 15 mL で C, B 及び A の内壁を洗い込み、ここで得た液を試験液とする。試験液 15 mL に、希硝酸 0.5 mL を加えた液は塩化物の定性反応(2)を呈する。また、残りの試験液は硫酸塩の定性反応(1)を呈する。

融点 106 ~ 109 °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、液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。

比較液: 色の比較液 C 5 mL をとり、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 10 mL とする。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 30 mL に希硝酸 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 0.25 mL を加える (0.015 % 以下)。

(3) 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)。