

認める。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 1.0 g を 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水 23 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、薄めた塩酸 (1 → 3) を赤色が消えるまで徐々に加え、希塩酸 0.5 mL を加えた後、30 分間氷冷する。次にガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、残留物を水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、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。

比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 7 mL、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、薄めた塩酸 (1 → 3) を赤色が消えるまで加え、希塩酸 1.5 mL、プロモフェノールブルー試液 1 ~ 2 滴及び水を加えて 50 mL とする (0.024 % 以下)。

(2) 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 3.0 mL を加える (15 ppm 以下)。

(3) 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)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をメタノール/アセトン混液 (1 : 1) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/アセトン混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノール/アセトン混液 (1 : 1) を加えて正確に 10 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 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (粒径 5 ~ 7 μ m, 蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/クロロホルム/トルエン/ジエチルアミン/水混液 (20 : 20 : 10 : 7 : 4) を展開溶媒として約 9 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 及び 366 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、各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 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 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 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 31.933 \text{ mg } C_{10}H_{12}ClNO_2$$

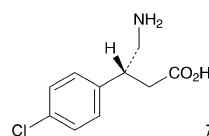
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

バクロフェン

Baclofen



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{12}ClNO_2$: 213.66

(*RS*)-4-Amino-3-(4-chlorophenyl)butanoic acid

[1134-47-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、バクロフェン ($C_{10}H_{12}ClNO_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、水に溶けにくく、メタノール又はエタノール (95) に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、水浴上で 3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 2000) 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バクロフェン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、同一波長のところで同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g を酢酸 (100) 50 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 10 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。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に酢酸 (100) 5 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.21 % 以下)。

(2) 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)。

(3) 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)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1.0 mL 及び 1.5 mL を正確に量り、それぞれ移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) 及び (2) とする。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 25 μ 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う。それぞれの液の各々のピーク高さを測定するとき、試料溶液のバクロフェン以外のピークの各々のピーク高さは、標準溶液 (1) のバクロフェンのピーク高さより大きくなり、それらのピーク高さの合計は、標準溶液 (2) のバクロフェンのピーク高さより大きくない。

試験条件

検出器：紫外分光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm 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：25 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸（100）（1 → 900）混液（3：2）

流量：バクロフェンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバクロフェンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液（1）25 μL から得たバクロフェンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する。

システムの性能：本品 0.40 g 及びパラオキシ安息香酸メチル 5 mg を移動相 200 mL に溶かす。この液 10 mL に移動相を加えて 100 mL とする。この液 25 μL につき、上記の条件で操作するとき、バクロフェン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液（1）25 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、バクロフェンのピーク高さの相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

水分 1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）。

強熱残分 0.30 % 以下（1 g）。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、酢酸（100）80 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帯緑青色に変わるときとする。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 = 21.366 mg C₁₀H₁₂ClNO₂

貯法 容器 密閉容器。

バクロフェン錠

Baclofen Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ～ 107 % に対応するバクロフェン（C₁₀H₁₂ClNO₂：213.66）を含む。

製法 本品は「バクロフェン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

（1）本品を粉末とし、表示量に従い「バクロフェン」0.01 g に対応する量を取り、水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、以下「バクロフェン」の確認試験（1）を準用する。

（2）本品を粉末とし、表示量に従い「バクロフェン」0.025 g に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ～ 261 nm，264 ～ 268 nm 及び 272 ～ 276 nm に吸収の極大を示す。

（3）本品を粉末とし、表示量に従い「バクロフェン」0.01 g に対応する量を取り、メタノール/酢酸（100）混液（4：1）2 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にバクロフェン標準品 0.01 g をメタノール/酢酸（100）混液（4：1）2 mL に溶かし、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 20 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 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：1：1）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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 500 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 45 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にバクロフェン（C₁₀H₁₂ClNO₂）約 10 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にバクロフェン標準品（別途水分を測定しておく）約 0.01 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 220 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする。

バクロフェン（C₁₀H₁₂ClNO₂）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 50$$

W_s：バクロフェン標準品の量（mg）

C：1 錠中のバクロフェン（C₁₀H₁₂ClNO₂）の表示量（mg）

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。バクロフェン（C₁₀H₁₂ClNO₂）約 0.05 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 130 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし、遠心分離する。上澄液 10 mL を正確に量り、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、希水酸化ナトリウム試液で中和した後、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にバクロフェン標準品（別途水分を測定しておく）約 0.25 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、希水酸化ナトリウム試液で中和した後、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれにニンヒドリン・塩化スズ（Ⅱ）試液 4 mL を加えて振り混ぜた後、水浴上で 20 分間加熱し、直ちに 2 分間激しく振り混ぜる。冷後、それぞれに水/1-プロパノール混液（1：1）を加えて正確に 25 mL とする。これらの液につき、水 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 570 nm における吸光度