

ゾピクロン 7.5mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 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．溶出試験を開始 30 分後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にゾピクロン標準品を 100 で 24 時間減圧乾燥し，表示量の約 2.8 倍量を精密に量り，pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 100mL とする．この液 4mL を正確に量り，pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 304nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 85%以上のときは適合とする．

ゾピクロン ($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : ゾピクロン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のゾピクロン ($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$) の表示量 (mg)

ゾピクロン標準品 $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$: 388.81 [6-(5-クロロ-2-ピリジル)-6, 7-ジヒドロ-7-オキソ-5H-ピロロ [3, 4-b] ピラジン-5-イル] 4-メチル-1-ピペラジン-カルボキシレートで，下記の規格に適合するもの．必要な場合には次に示す方法により精製する．

精製法 本品を 2-プロパノールに加熱して溶かした後，冷所に放置し，白色の結晶を析出させる．同様の操作を 3 回繰り返して得た結晶を水で 2 回洗った後，100 で 24 時間減圧乾燥する．

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．本品は旋光性を示さない．本品は光によって徐々に着色する．

確認試験 (1) 本品の 0.1mol/L 塩酸溶液 (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するとき，波長 214 ~ 218nm 及び 303 ~ 305nm に吸収の極大を示し，波長 243 ~ 245nm に吸収の極小を示す．

(2) 本品を乾燥し，その 2mg をとり，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測定するとき，波数 2800cm^{-1} ， 1720cm^{-1} ， 1578cm^{-1} ， 1465cm^{-1} ， 1375cm^{-1} 及び 850cm^{-1} 付近に吸収を認める．

融点 176 ~ 178

塩化物 本品 1.0g にアセトニトリル 35mL 及び希硝酸 6mL を加えて溶かし，水を加えて 50mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01mol/L 塩酸 0.40mL にアセトニトリル 35mL，希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とする (0.014%以下)．

類縁物質 本操作は遮光して行う．本品 0.10g をとり，クロロホルムに溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，日局一般試験法の薄層クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液 10 μL 及び標準溶液 10 μL ，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．次にクロロホルム・メタノール・酢酸エチル混液(85:15:2)を展開溶媒として約 15cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長 366nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット(Rf 値約 0.50)以外のスポットは，標準溶液 10 μL から得たスポットより濃くない(0.1%以下)．また，試料溶液から得た主スポット(Rf 値約 0.50)以外のスポットの総量は 0.5%以下である．

2-プロパノール 本品 0.50g を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする．別に 2-プロパノール 0.50g を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1.0 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う．それぞれの液の 2-プロパノールのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法によって測定するとき， A_T は A_S より大きくない(0.5%以下)．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 3m のガラス管にジエチレングリコールサクシネートを，177 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：130 付近の一定温度．

キャリアーガス：窒素ガス

流量：2-プロパノールの保持時間が約 1 分になるように調整する．

乾燥減量 0.5%以下 (0.5g，減圧，100 ，24 時間)

含量 99.0%以上 定量法 本品を乾燥し，その約 0.3g を精密に量り，非水滴定用酢酸(100) 20mL に溶かし，更に無水酢酸 80mL を加えた後，0.1mol/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。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL=38.881mg $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$

ゾピクロン 10mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 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。溶出試験を開始 30 分後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする。別にゾピクロン標準品を 100 で 24 時間減圧乾燥し，表示量の約 2.8 倍量を精密に量り，pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り，pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 304nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85%以上のときは適合とする。

ゾピクロン ($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : ゾピクロン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のゾピクロン ($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$) の表示量 (mg)

ゾピクロン標準品 $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$: 388.81 [6-(5-クロロ-2-ピリジル)-6, 7-ジヒドロ-7-オキソ-5H-ピロロ [3, 4-b] ピラジン-5-イル] 4-メチル-1-ピペラジン-カルボキシレートで，下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 本品を 2-プロパノールに加熱して溶かした後，冷所に放置し，白色の結晶を析出させる。同様の操作を 3 回繰り返して得た結晶を水で 2 回洗った後，100 で 24 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない。本品は旋光性を示さない。本品は光によって徐々に着色する。

確認試験 (1) 本品の 0.1mol/L 塩酸溶液 (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するとき，波長 214 ~ 218nm 及び 303 ~ 305nm に吸収の極大を示し，波長 243 ~ 245nm に吸収の極小を示す。

(2) 本品を乾燥し，その 2mg をとり，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測定するとき，波数 2800cm^{-1} ， 1720cm^{-1} ， 1578cm^{-1} ， 1465cm^{-1} ， 1375cm^{-1} 及び 850cm^{-1} 付近に吸収を認める．

融点 176 ~ 178

塩化物 本品 1.0g にアセトニトリル 35mL 及び希硝酸 6mL を加えて溶かし，水を加えて 50mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01mol/L 塩酸 0.40mL にアセトニトリル 35mL，希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とする (0.014%以下)．

類縁物質 本操作は遮光して行う．本品 0.10g をとり，クロロホルムに溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，日局一般試験法の薄層クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液 10 μL 及び標準溶液 10 μL ，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．次にクロロホルム・メタノール・酢酸エチル混液(85:15:2)を展開溶媒として約 15cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長 366nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット(Rf 値約 0.50)以外のスポットは，標準溶液 10 μL から得たスポットより濃くない(0.1%以下)．また，試料溶液から得た主スポット(Rf 値約 0.50)以外のスポットの総量は 0.5%以下である．

2-プロパノール 本品 0.50g を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする．別に 2-プロパノール 0.50g を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1.0 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う．それぞれの液の 2-プロパノールのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法によって測定するとき， A_T は A_S より大きくない(0.5%以下)．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 3m のガラス管にジエチレングリコールサクシネートを，177 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5% の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：130 付近の一定温度．

キャリアーガス：窒素ガス

流量：2-プロパノールの保持時間が約 1 分になるように調整する．

乾燥減量 0.5%以下 (0.5g，減圧，100 ，24 時間)

含量 99.0%以上 定量法 本品を乾燥し，その約 0.3g を精密に量り，非水滴定用酢酸(100) 20mL に溶かし，更に無水酢酸 80mL を加えた後，0.1mol/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。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL=38.881mg $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$