

ゾピクロン錠 Zopiclone Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL 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．溶出試験を開始し，規定時間後，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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)約 8.3 μ g を含む液となるように pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に V' mL とし，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，その約 0.021g を精密に量り，pH4.0 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，pH4.0 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，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．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

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

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

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)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
7.5mg	30 分	80%以上
10mg	30 分	80%以上

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-[(4-メチル-1-ピペラジニル)カルボキシ]-5 H -ピロロ[3,4- b]ピペラジン-5-オンで，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 ゾピクロンを 2-プロパノールに加温して溶かし，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ある．

確認試験

- (1) 本品の 0.1mol/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するとき、波長 214～218nm 及び 303～305nm に吸収の極大を示す。
- (2) 本品を乾燥し、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

類縁物質 本操作は遮光して行う。本品 0.10g をクロロホルム 10mL に溶かし、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、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。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。また、試料溶液から得た主スポット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に溶かし、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 μ L 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い、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 を測定するとき、 A_T は A_S より大きくない。

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 のガラス管にガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールコハク酸エステルを、177～250 μ m 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

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。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1.0 μ L につき、上記の条件で操作するとき、2-プロパノールのピークの理論段数は 1000 段以上である。

システムの再現性：標準溶液 1.0 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき，2-プロパノールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である。

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 20mL に溶かした後，無水酢酸 80mL を加え，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=38.88mgC₁₇H₁₇ClN₆O₃