

マジンドール錠 Mazindol Tablets

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，パドル法により，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 0.5 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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にマジンドール($C_{16}H_{13}ClN_2O$)約 0.28 μ g を含む液となるように 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に V'mL とし，試料溶液とする．別にマジンドール標準品を 105℃で 4 時間乾燥し，その約 22mg を精密に量り，0.1mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100mL とする．更にこの液 5mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り，水を加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉 により試験を行い，マジンドールのピーク面積 A_T ， A_S 及びマジンドールに対する相対保持時間が約 1.2 の 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジンのピーク面積 A_{TD} を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

マジンドール($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T + A_{TD} \times 0.88) / A_S \times (V'/V) \times (1/C) \times (9/8)$$

W_S : マジンドール標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のマジンドール($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：224nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー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℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 2.17g を水 700mL に溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えて pH3.0 に調整する．この液にアセトニトリル 300mL 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.0g を加える．

流量：マジンドールの保持時間が約 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 50 μ L につき，上記の条件で操作するとき，

マジンドールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、マジンドールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	規格
0.5mg	30 分	75%以上

マジンドール標準品 $C_{16}H_{13}ClN_2O$: 284.74

($\pm$)-5-(4-クロロフェニル)-2,5-ジヒドロ-3*H*-イミダゾ[2,1-*a*]イソインドール-5-オールで、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で精製する。

精製法 マジンドールに *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて加熱して溶かし、温時ろ過する。冷後、ろ液から得られた結晶を分取しアセトンで洗い、減圧下で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

本品 20mg をとり、メタノール／クロロホルム混液(1 : 1)2mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン 2.2mg をとり、メタノール／クロロホルム混液(1 : 1)40mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン／メタノール／アンモニア水(28)混液(180 : 20 : 1)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 254nm)を照射するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得た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、試料溶液には、主スポット及び塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン以外のスポットを認めない(0.5%以下)。

乾燥減量〈2.41〉 0.2%以下(0.5g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)

含量 99.0%以上。 定量法 本品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、酢酸(100)70mL を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉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 = 28.47mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン $C_{16}H_{15}ClN_2O_2 \cdot HCl$: 339.22

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

確認試験 本品 10mg を薄めた塩酸(1→20)に溶かし 1000mL とした溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により，吸収スペクトルを測定するとき，波長 221～224nm に吸収の極大を示す．

含量 98.0%以上． 定量法 本品約 50mg を精密に量り，非水滴定用酢酸水銀(Ⅱ)試液に溶かした後，酢酸(100)40mL を加え，0.02mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02mol/L 過塩素酸 1mL = 6.784mg $\text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$