

イプリフラボン 200mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→50) 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 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 2mL を正確に量り、水・メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にイプリフラボン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→50) 2mL 及び水・メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 300nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

イプリフラボン ($C_{18}H_{16}O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : イプリフラボン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のイプリフラボン ($C_{18}H_{16}O_3$) の表示量 (mg)

イプリフラボン標準品 $C_{18}H_{16}O_3$: 280.32 イプリフラボンを次に示す方法で精製したもので、下記の規格に適合するもの。

精製法 イプリフラボンに 10 倍量のエタノール (99.5) を加え、加熱して溶解し、熱時ろ過する。ろ液を冷却し、析出する結晶をろ取し、真空乾燥する。

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。

吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (249nm) : 1026~1065 (乾燥後, 50mg, メタノール, 10000mL) .

$E_{1cm}^{1\%}$ (299nm) : 443~461 (乾燥後, 50mg, メタノール, 10000mL) .

融点 117~119 $^{\circ}$ C

類縁物質 本品約 0.06g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。この液 20 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とき、イプリフラボン以外のピークを認めない。

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 280nm)

カラム : 内径約 4mm, 長さ約 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

プレカラム : 内径約 4mm, 長さ約 10mm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル・水混液 (3 : 2)

流量：イプリフラボンの保持時間が約6分になるように調整する。

カラムの選定：イプリフラボン標準品及び7-エトキシ-3-フェニル-4H-1-ベンゾピラン-4-オン約3mgずつを量り、アセトニトリル50mLを加えて溶かし、この液20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、7-エトキシ-3-フェニル-4H-1-ベンゾピラン-4-オン、イプリフラボンの順に溶出し、その分離度が1.5以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液10 μ Lから得たイプリフラボンのピーク高さが14~20cmになるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後から13分間

乾燥減量 0.50%以下 (1g, 105°C, 2時間)。

強熱残分 0.10%以下 (1g)。

7-エトキシ-3-フェニル-4H-1-ベンゾピラン-4-オン $C_{17}H_{14}O_3$ 白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内標準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(1H)により測定するとき、 δ 1.4ppm付近に三重線のシグナルを、 δ 4.1ppm付近に四重線のシグナルを、 δ 6.8ppm付近及び δ 8.2ppm付近に二重線のシグナルを、 δ 7.0ppm付近に二重・二重線のシグナルを、 δ 7.3ppm~ δ 7.7ppmに多重線のシグナルを、また、 δ 7.9ppm付近に単一線のシグナルを示す。