

## イプリフラボン細粒 Ipriflavone Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いイプリフラボン( $C_{18}H_{16}O_3$ )約 0.2g に対応する量を精密に量り、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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 4mL を正確に量り、薄めたメタノール(1 2)を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にイプリフラボン標準品を 105 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 4mL を正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 50)4mL を正確に加えた後、薄めたメタノール(1 2)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、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 300nm 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。

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

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

$W_s$  : イプリフラボン標準品の量(mg)

$W_T$  : イプリフラボン細粒の秤取量(g)

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

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
400mg/g	45 分	70% 以上

## イプリフラボン錠 Ipriflavone Tablets

**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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ 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中にイプリフラボン(C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>)約8.9 $\mu$ gを含む液となるように薄めたメタノール(1/2)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にイプリフラボン標準品を105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4mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1/50)4mL及び薄めたメタノール(1/2)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、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長300nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

イプリフラボン(C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>)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<sub>s</sub> : 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<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>)の表示量(mg)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	60分	80%以上

**イプリフラボン標準品** C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub> : 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** 10倍量のエタノール(99.5)を用いて再結晶し、減圧乾燥する。

**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<sub>1cm</sub><sup>1%</sup>(249nm) : 1026 ~ 1065(乾燥後, 0.05g, メタノール, 10000mL)。

E<sub>1cm</sub><sup>1%</sup>(299nm) : 443 ~ 461(乾燥後, 0.05g, メタノール, 10000mL)。

**融点** 117 ~ 119

**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。試料溶液20 $\mu$ 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。

## 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径 4mm, 長さ 125mm のステンレス管に 5 $\mu$ 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 4mm, 長さ 4mm のステンレス管に 5 $\mu$ 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 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。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からイプリフラボンの保持時間の約 2 倍の範囲

## システム適合性

検出の確認：試料溶液 10 $\mu$ L から得たイプリフラボンのピーク高さが記録計フルスケールの 65～95%になることを確認する。

システムの性能：本品及び 7-エトキシ-3-フェニル-4*H*-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 に溶かす。この液 20 $\mu$ 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-4*H*-1-ベンゾピラン-4-オン，イプリフラボンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：試料溶液 1mL にアセトニトリルを加えて 100mL とした液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イプリフラボンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

乾燥減量 0.50% 以下(1g, 105 , 2 時間)。

強熱残分 0.10% 以下(1g)。

**7-エトキシ-3-フェニル-4*H*-1-ベンゾピラン-4-オン** C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub> 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(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(<sup>1</sup>H)により測定するとき， 1.4ppm 付近に三重線のシグナルを， 4.1ppm 付近に四重線のシグナルを， 6.8ppm 付近及び 8.2ppm 付近に二重線のシグナルを， 7.0ppm 付近に二重・二重線のシグナルを， 7.3ppm～ 7.7ppm に多重線のシグナルを，また， 7.9ppm 付近に単一線のシグナルを示す。