

1 ソヨウ

2 基原及び定量法の項を次のように改める。

3 本品はシソ *Perilla frutescens* Britton var. *crispa* W.
4 Deane (*Labiatae*)の葉及び枝先である。

5 本品は定量するとき、換算した生薬の乾燥物に対し、ペリ
6 ルアルデヒド0.07%以上を含む。

7 定量法 新たに調製した本品の粉末約0.2 gを精密に量り、共
8 栓遠心沈殿管に入れ、メタノール20 mLを加えて10分間振
9 り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物にメタノ
10 ル20 mLを加え、同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタ
11 ノールを加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に定
12 量用ジフェニルスルホン約10 mgを精密に量り、メタノール
13 に溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量
14 り、メタノールを加えて正確に100 mLとし、標準溶液とす
15 る。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条
16 件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、そ
17 れぞれの液のペリルアルデヒドのピーク面積 A_T 及びジフェ
18 ニルスルホンのピーク面積 A_S を測定する。

19 ペリルアルデヒドの量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 1 / 20 \times$
20 0.700

21 M_S : 定量用ジフェニルスルホンの秤取量(mg)

22 試験条件

23 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 234 nm)
24 カラム : 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μ m
25 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
26 カゲルを充填する。

27 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

28 移動相 : 水/アセトニトリル混液(13 : 7)

29 流量 : 毎分1.0 mL

30 システム適合性

31 システムの性能 : (E)ーアサロン1 mg及び薄層クロマトグ
32 ラフィー用ペリルアルデヒド1 mgを標準溶液に溶かし、
33 50 mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作
34 するとき、ジフェニルスルホン、ペリルアルデヒド、
35 (E)ーアサロンの順に溶出し、それぞれの分離度は1.5以
36 上である。

37 システムの再現性 : 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
38 試験を6回繰り返すとき、ジフェニルスルホンのピーク
39 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

40 -----

41 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

42 ジフェニルスルホン、定量用 $C_{12}H_{10}O_2S$ 白色の結晶又は結
43 晶性の粉末で、ジメチルスルホキシドに溶ける。

44 本品は定量法で求めた含量で補正して用いる。

45 確認試験 本品につき、定量法を準用するとき、 δ 7.65
46 ppm付近に三重線様の4水素分のシグナル、 δ 7.73 ppm付近
47 に三重線様の2水素分のシグナル、 δ 7.99 ppm付近に二重線
48 様の4水素分のシグナルを示す。

49 ピークの単一性 本品10 mgをメタノール100 mLに溶かす。

50 この液10 mLにメタノールを加えて100 mLとし、試料溶液
51 とする。試料溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグ
52 ラフィー (2.01) により試験を行い、ジフェニルスルホンの
53 ピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの midpoint 付近の2時
54 点を含む少なくとも3時点以上でのピークの吸収スペクトル
55 を比較するとき、スペクトルの形状に差がない。

56 試験条件

57 カラム、カラム温度、移動相及び流量は「ソヨウ」の定
58 量法の試験条件を準用する。

59 検出器 : フォトダイオードアレイ検出器(測定波長 :
60 234 nm, スペクトル測定範囲 : 220 ~ 400 nm)

61 システム適合性

62 システムの性能は「ソヨウ」の定量法のシステム適合性
63 を準用する。

64 ただし、ジフェニルスルホン($C_{12}H_{10}O_2S$)の量(%)が99.5%
65 ~ 100.5%に入るものは、ピークの単一性は不要とする。

66 定量法 ウルトラマイクロ化学はかりを用い、本品5 mg及び
67 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 1 mgをそれぞれ精密
68 に量り、核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスル
69 ホキシド2 mLに溶かし、試料溶液とする。この液を外径5
70 mmのNMR試料管に入れ、核磁気共鳴スペクトル測定用
71 DSS- d_6 を内部基準物質として、次の試験条件で核磁気共鳴
72 スペクトル測定法(2.21)及び(5.01)により、 1H NMRを
73 測定する。内部基準物質のシグナルを δ 0 ppmとし、 δ 7.64
74 ~ 7.74 ppm及び δ 7.98 ~ 8.01 ppm付近のシグナルの面積
75 強度 A_1 (水素数6に相当)及び A_2 (水素数4に相当)を算出する。

76 ジフェニルスルホン($C_{12}H_{10}O_2S$)の量(%)

77 = $M_S \times I \times P / (M \times N) \times 0.9729$

78 M : 本品の秤取量(mg)

79 M_S : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 の秤取量(mg)

80 I : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 のシグナルの面
81 積強度を9.000としたときの各シグナルの面積強度 A_1 及
82 び A_2 の和

83 N : A_1 及び A_2 に由来する各シグナルの水素数の和

84 P : 核磁気共鳴スペクトル測定用DSS- d_6 の純度(%)

85 試験条件

86 装置 : 1H 共鳴周波数400 MHz以上の核磁気共鳴スペク
87 トル測定装置

88 測定対象とする核 : 1H

89 デジタル分解能 : 0.25 Hz以下

90 観測スペクトル幅 : $-5 \sim 15$ ppmを含む20 ppm以上

91 スピニング : オフ

92 パルス角 : 90°

93 ^{13}C 核デカップリング : あり

94 遅延時間 : 繰り返しパルス待ち時間60秒以上

95 積算回数 : 8回以上

96 ダミーキャン : 2回以上

97 測定温度 : 20 ~ 30°Cの一定温度

98 システム適合性

99 検出の確認 : 試料溶液につき、上記の条件で測定すると
100 き、 δ 7.64 ~ 7.74 ppm及び δ 7.98 ~ 8.01 ppm付近
101 のシグナルのSN比は100以上である。

102 システムの性能：試料溶液につき、上記の条件で測定す
103 るとき、 δ 7.64 ~ 7.74 ppm及び δ 7.98 ~ 8.01 ppm
104 付近のシグナルについて、明らかな混在物のシグナル
105 が重なっていないことを確認する。また、試料溶液に
106 つき、上記の条件で測定するとき、各シグナル間の面
107 積強度比 $(A_1/6)/(A_2/4)$ は、0.99~1.01である。
108 システムの再現性：試料溶液につき、上記の条件で測定
109 を6回繰り返すとき、面積強度 A_1 又は A_2 の内標準物質
110 の面積強度に対する比の相対標準偏差は1.0%以下で
111 ある。
112