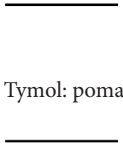


Górna część chromatogramu	
	Purpurowe pasmo
	Purpurowe pasmo
	2 purpurowe pasma
	Układ wąskich purpurowych pasm
	Purpurowe pasmo rozciągające się na linii podstawowej
Roztwór porównawczy	Roztwór badany

BADANIA

Liczba kwasowa (2.5.1): od 145 do 180; do wykonania badania użyć 1,0 g substancji badanej.

Popiół całkowity (2.4.16): nie więcej niż 0,2%.

PRZECHOWYWANIE

Nie rozdrabniać do proszku.

04/2017:2715

COPTIDIS RHIZOMA

Kłącze złotnicy

Chinese goldthread rhizome; Coptis (rhizome de)

DEFINICJA

Całe lub połamane, wysuszone kłącze *Coptis chinensis* Franch., *Coptis deltoidea* C.Y. Cheng & P.K. Hsiao i/lub *Coptis teeta* Wall., pozbawione korzeni, zebrane jesienią.

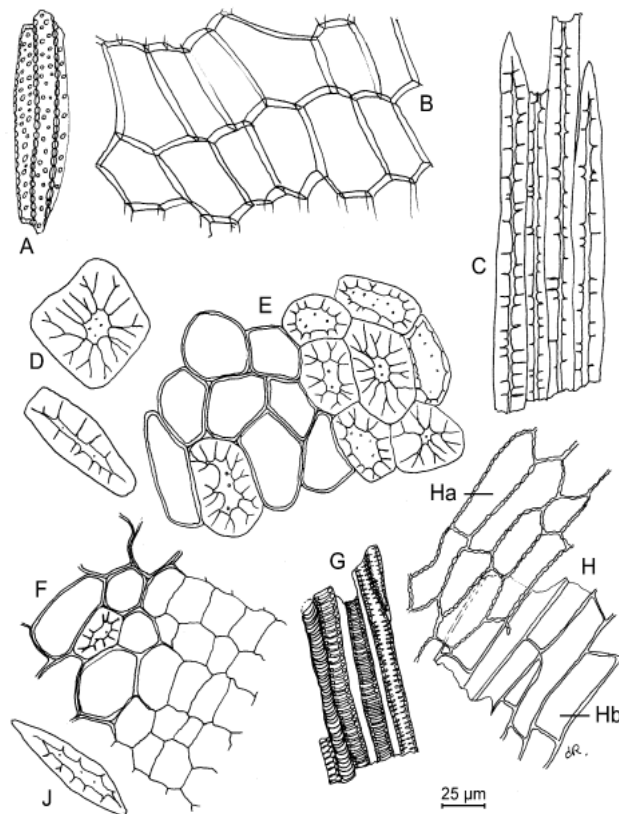
Zawartość: nie mniej niż 5,0% berberyny ($C_{20}H_{18}NO_4^+$; m.c. 336,4) (wysuszona substancja roślinna).

TOŻSAMOŚĆ

A. **Cała substancja roślinna.** Całe kłącze pozbawione korzeni i korzonków. Zewnętrzna powierzchnia żółtawoszara lub żółtawobrunatna, szorstka z nieregularnymi guzkowatymi wypukłościami, niekiedy posiada drobne i gładkie międzywęźla; powierzchnia kłącza jest błyszcząca w niektórych częściach lub pokryta drobnym pyłem. Pozostałości korzonków są czasem obecne. Nasada kłącza może posiadać pozostałości brunatnych łuskowatych liści i niekiedy fragmenty łodyg i ogonków liściowych. Konsystencja jest twarda, przełam nierówny z czerwawopomarańczową, ciemnoczerwawobrunatną lub ciemnobrunatną korą i niekiedy jest pusty. Kłącze *C. chinensis* długości 3–6 cm i średnicy do 0,8 cm (poniżej nasady) może być zgięte, zwykle złożone z kilku do kilkunastu kłączy łączących się w nasadzie; kłącze *C. deltoidea* jest zwykle pojedyncze, nieco walcowate i zagięte o gładkich i względnie długich międzywęźlach, ok. 4–8 cm długości i średnicy do 1 cm; kłącze *C. teeta* jest pojedyncze, wyraźnie haczykowato wygięte i wąskie.

Substancja roślinna połamana. Kłącze jest połamane na poprzeczne lub podłużne plastry długości 1,2–4,2 cm, średnicy do 1,1 cm i grubości do 4 mm. Plastry posiadają czerwawopomarańczową, ciemnoczerwawobrunatną lub ciemnobrunatną korę i jasnożółte lub pomarańczowożółte drewno. W przekroju poprzecznym widoczne zbudowane promieniście drewno i mogą być obecne szczeliny. Rdzeń kłącza ma często zbliżone zabarwienie do kory, niekiedy jest pusty. Zewnętrzna powierzchnia jest żółtawoszara lub żółtawobrunatna, szorstka, z nieregularnie rozmieszczonymi guzkowatymi wypukłościami; niekiedy są obecne pozostałości korzonków. Plastry są łatwe do przełamania.

B. **Badanie mikroskopowe** (2.8.23). Proszek jest pomarańczowy lub pomarańczowobrunatny. Obserwować pod mikroskopem używając roztworu wodzianu chloralu OD. Proszek wykazuje następujące cechy diagnostyczne (ryc. 2715.-1): żółtawobrunatne do czerwawobrunatne fragmenty korka (widziane z powierzchni [B], w przekroju poprzecznym [F]); grupy długich, często wąsko-eliptycznych, delikatnie zdrewniałych włókien peryclicznych o grubych jamkowanych ścianach [C] i wąskim świetle, włókna średnicy do 26 μ m; liczne sklereidy (*C. chinensis* lub *C. deltoidea*) pojedyncze [D, J] lub w grupach [E] występujące pośród komórek miększu; sklereidy średnicy do 90 μ m o grubych, żółtych, zdrewniałych ścianach z jamkami i kanałami, prążkowanych, światło komórki niekiedy wypełnione czerwawobrunatną wydzieliną; niekiedy widoczne wiązki naczyniowe [G]; grupy zdrewniałych włókien drzewnych [A] o lekko zgrubiałych ścianach, średnicy 7–28 μ m; pozostałości liści [H] ze skórką o komórkach z perełkowato zgrubiałymi ścianami [Ha] i komórkami miększu o gładkich ścianach [Hb].



Ryc. 2715.-1. Rysunek do badania B tożsamości sproszkowanej substancji roślinnej kłącza złotnicy

C. Chromatografia cienkowarstwowa (2.2.27).

Roztwór badany. Do 0,5 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) dodać 5 mL *metanolu OD*. Poddawać 15 min działaniu ultradźwięków. Odwirować roztwór i użyć nadsącza.

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 5 mg *chlorku berberyny OD* i 5 mg *palmatyny OD* w *metanolu OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 100 mL.

Płytki: płytka TLC z żelalem krzemionkowym OD (2–10 µm).

Faza ruchoma: woda OD, *metanol OD*, 2-*propanol OD*, *octan etylu OD*, *toluen OD* (1:5:5:10:20 V/V/V/V/V).

Naniesienie: 1 µL w postaci pasm 8 mm.

Rozwijanie: w komorze z dwoma zbiornikami, uprzednio nasycanej 20 min, bez bibuły filtracyjnej, na odległość 6 cm. W celu nasycenia komory, dodać fazę ruchomą do jednego zbiornika i stężony wodorotlenek amonowy OD do drugiego zbiornika.

Suszenie: 10 min w strumieniu zimnego powietrza.

Detekcja: odczytać w nadfiolecie przy 365 nm.

Wyniki: poniżej podano kolejność pasm fluoryzujących obecnych na chromatogramach roztworu porównawczego i roztworu badanego. Ponadto, na chromatogramie roztworu badanego mogą być obecne inne fluoryzujące pasma.

Górna część chromatogramu	
	Żółte pasmo fluoryzujące
	Żółte pasmo fluoryzujące (może nie występować)
Berberyna: zielonawożółte pasmo fluoryzujące	Zielonawożółte pasmo fluoryzujące (berberyna)
Palmatyna: zielonawożółte pasmo fluoryzujące	Zielonawożółte pasmo fluoryzujące (palmatyna)
Roztwór porównawczy	Roztwór badany

BADANIA

Zanieczyszczenia (2.8.2): nie więcej niż 5% fragmentów korzeni i liści; nie więcej niż 3% innych zanieczyszczeń.

Strata masy po suszeniu (2.2.32): nie więcej niż 10,0%; po suszeniu 1,000 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) 2 h w suszarce w temp. 105°C.

Popiół całkowity (2.4.16): nie więcej niż 5,0%.

Popiół nierozpuszczalny w kwasie solnym (2.8.1): nie więcej niż 2,5%.

ZAWARTOŚĆ

Chromatografia cieczowa (2.2.29).

Roztwór badany. Zawiesić 0,100 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) w 100,0 mL mieszaniny *kwasu solnego OD* i *metanolu OD* (1:100 V/V). Poddawać 20 min działaniu ultradźwięków. Przesączyć 1,5 mL roztworu przez sączek membranowy (nominalna wielkość porów 0,45 µm).

Roztwór porównawczy (a). Rozpuścić 10,0 mg *chlorku berberyny CSP* w mieszaninie *kwasu solnego OD* i *metanolu OD* (1:100 V/V) i uzupełnić taką samą mieszaniną do 100,0 mL.

Roztwór porównawczy (b). Rozpuścić 1 mg *palmatyny OD* w roztworze porównawczym (a) i uzupełnić roztworem porównawczym (a) do 10,0 mL.

Kolumna:

– **wymiary:** długość 0,25 m, średnica wewnętrzna 4 mm;

– **faza nieruchoma:** żel krzemionkowy do chromatografii z grupami oktadecylosililowymi, związany na końcu OD (5 µm).

Faza ruchoma:

– **faza ruchoma A:** 0,5% (V/V) *kwas fosforowy OD*;

– **faza ruchoma B:** roztwór 0,5% (V/V) *kwasu fosforowego OD* w *acetonitrylu OD*;

Czas (min)	Faza ruchoma A (% V/V)	Faza ruchoma B (% V/V)
0 – 10	80	20
10 – 20	80 → 79	20 → 21
20 – 35	79 → 65	21 → 35
35 – 40	65	35

Szybkość przepływu: 0,7 mL/min.

Detekcja: spektrofotometr przy 344 nm.

Wprowadzenie: 10 µL.

Czas retencji: palmatyna = ok. 25 min; berberyna = ok. 28 min.

Przydatność układu: roztwór porównawczy (b):

– **rozdzielczość:** nie mniej niż 1,5 pomiędzy pikami palmatyny i berberyny.

Obliczyć procentową zawartość berberyny wg poniższego wzoru:

$$\frac{A_1 \times m_2 \times p}{A_2 \times m_1}$$

A_1 = powierzchnia pików berberyny na chromatogramie roztworu badanego;

A_2 = powierzchnia pików berberyny na chromatogramie roztworu porównawczego (a);

m_1 = masa badanej substancji roślinnej użyta do przygotowania roztworu badanego, w gramach;

m_2 = masa *chlorku berberyny CSP* użyta do przygotowania roztworu porównawczego (a), w gramach;

p = procentowa zawartość berberyny w *chloroku berberyny CSP*.

07/2014:1820

CORIANDRI AETHEROLEUM

Olejek eteryczny kolendrowy

Coriander oil; Coriandre (huile essentielle de)

DEFINICJA

Olejek eteryczny otrzymany przez destylację z parą wodną owoców *Coriandrum sativum* L.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: przezroczysta, bezbarwna lub jasnożółta ciecz.

TOŻSAMOŚĆ

Tożsamość pierwsza: B.

Tożsamość druga: A.

A. Wykonać badanie metodą chromatografii cienkowarstwowej (2.2.27).

Roztwór badany. Rozpuścić 10 µL substancji badanej w 1,0 mL *toluenu OD*.

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 10 µL *linalolu OD* i 2 µL *octanu geranylu OD* w 1,0 mL *toluenu OD*.

Płytki: płytka TLC z żelalem krzemionkowym F_{254} OD (5–40 µm) [lub płytka TLC z żelalem krzemionkowym F_{254} OD (2–10 µm)].

Faza ruchoma: *octan etylu OD*, *toluen OD* (5:95 V/V).

Naniesienie: 10 µL [lub 2 µL] w postaci pasm 15 mm [lub 8 mm].

Rozwijanie: na odległość 10 cm [lub 6 cm].

Suszenie: 5 min na powietrzu.