

- m_1 = masa badanej substancji roślinnej użyta do przygotowania roztworu badanego, w gramach;
 m_2 = masa kwasu laurynowego CSP użyta do przygotowania roztworu porównawczego (a), w gramach;
 m_3 = masa kwasu oleinowego CSP użyta do przygotowania roztworu porównawczego (a), w gramach;
 p_1 = procentowa zawartość kwasu laurynowego w kwasie laurynowym CSP;
 p_2 = procentowa zawartość kwasu oleinowego w kwasie oleinowym CSP.

01/2022:2973

SCROPHULARIAE RADIX

Korzeń trędownika

Scrophularia root; Scrophularia (racine de)

DEFINICJA

Cały lub połamany korzeń *Scrophularia ningpoensis* Hemsl., zbierany zimą po uschnięciu części nadziemnych, pozbawiony kłacza, pąków i korzonków, powoli ogrzewany w suszarce lub suszony na słońcu do częściowego wysuszenia i pozostawiony przez 3–6 dni do całkowitego wysuszenia.

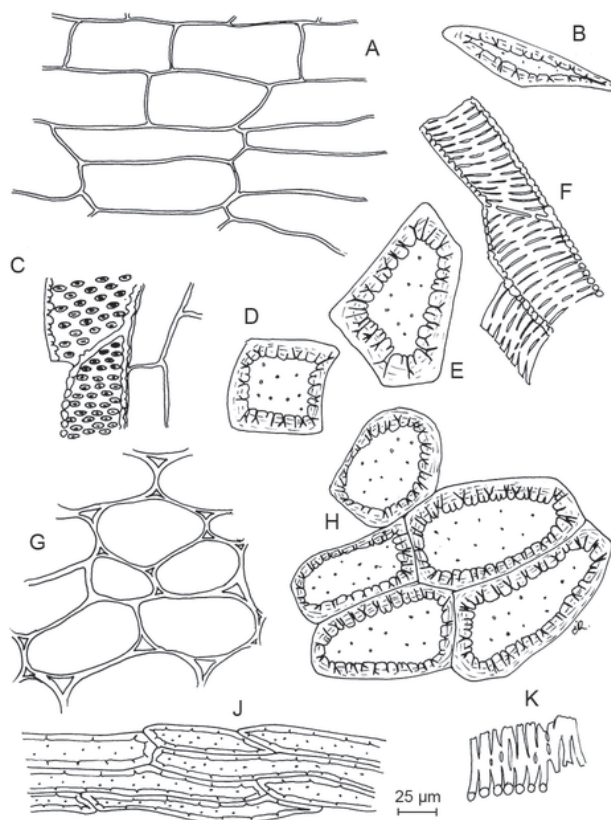
Zawartość: nie mniej niż 0,45% sumy harpagozydu ($C_{24}H_{30}O_{11}$; m.c. 494,5) i harpagidu ($C_{15}H_{24}O_{10}$; m.c. 364,3) w przeliczeniu na harpagozyd (wysuszona substancja roślinna).

TOŻSAMOŚĆ

A. **Cała substancja roślinna.** Cały korzeń jest niemal walcowaty do delikatnie bocznie spłaszczonego, niekiedy wygięty, nieznacznie zgrubiały w części środkowej lub gruby w części górnej i cienki w dolnej części, 6–28 cm długi i 1–4 cm średnicy. Zewnętrzna powierzchnia jest żółtawoszara lub szarawobrunatna z widocznymi nieregularnymi podłużnymi bruzdami i poprzecznymi przetchlinkami; niekiedy widoczne są nieliczne poprzeczne bruzdy i zapadnięte blizny po korzonkach lub wystające pozostałości po nich. Konsystencja korzenia jest twarda; przełam jest rogowaty, nieznacznie lśniący, czarny do brunatnawoczarnego.

Substancja roślinna połamana. Połamany korzeń występuje w postaci cienkich, poprzecznych, podłużnych lub skośnych plastrów o nieregularnym brzegu, średnicy 0,6–4 cm. Zewnętrzna powierzchnia jest żółtawoszara lub szarawobrunatna. Powierzchnia przecięcia jest czarna do brunatnawoczarniej o cienkiej jaśniejszej warstwie kory; jaśniej zabarwione drewno może być widoczne w środku lub w postaci promieniowych pasm na przekroju poprzecznym. W tkankach drewna niekiedy obecne są szczeliny lub luki. Konsystencja jest twarda; przełam rogowaty, nieznacznie lśniący, czarny do brunatnawoczarnego.

B. **Badanie mikroskopowe (2.8.23).** Proszek jest ciemnobrunatny do szarawobrunatnego. Obserwować pod mikroskopem używając roztworu wodzianu chloralu OD. Proszek wykazuje następujące cechy diagnostyczne (ryc. 2973.-1): liczne sklereidy, pojedyncze [B, D, E] lub w grupach po 2–5 [H], znacznie różniące się kształtem (prostokątne, niemal kwadratowe, okrągławe, trójkątne lub wrzecionowate), średnicy 20–130 μm i długości 45–250 μm o ścianach grubości 4–22 μm z koncentrycznymi prążkami, wyraźnymi jamkami i rozgałęzionymi kanałami; względnie szerokie światło sklereid jest niekiedy wypełnione czerwonawobrunatną treścią; liczne fragmenty komórek miękiszu [G] niekiedy zawierające okrągławe elementy zbliżone wyglądem do



Ryc. 2973.-1. Rysunek do badania B tożsamości sproszkowanej substancji roślinnej korzenia trędownika

jąder komórkowych; skupienia włókien drzewnych o nieznacznie zdrewniałych i skośnie jamkowanych ścianach [J], często z towarzyszącymi naczyniami; siateczkowate [F, K] lub brzeźnie jamkowane [C] naczynia średnicy 4–125 μm ; fragmenty żółtawobrunatnego korka, złożonego z niemal prostokątnych komórek o nieznacznie zgrubiałych ścianach (widok z powierzchni [A]).

C. **Wysokosprawna chromatografia cienkowarstwowa (2.8.25).** Przechowywać substancję roślinną w temp. -20°C przez co najmniej 24 h przed zmieleniem.

Roztwór badany. Do 1,5 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) dodać 5,0 mL etanolu (96%) OD i poddawać 10 min działaniu ultradźwięków. Odwirować i użyć nadsącza.

Roztwór porównawczy (a). Rozpuścić 2,0 mg harpagidu OD i 1,5 mg harpagozydu OD w metanolu OD i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 10,0 mL.

Roztwór porównawczy (b). Uzupełnić 2,5 mL roztworu porównawczego (a) metanolem OD do 10,0 mL.

Roztwór porównawczy (c). Rozpuścić 2 mg harpagidu OD i 4 mg katalpolu OD w metanolu OD i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 10 mL.

Markery intensywności (roztwory porównawcze (a) i (b)): harpagid oraz harpagozyd.

Płytki: płytka TLC z żelem krzemionkowym F_{254} OD (2–10 μm). **Faza ruchoma:** woda OD, bezwodny etanol OD, chlorek metylenu OD (13:90:140 V/V/V).

Naniesienie: 6 μL w postaci pasm 8 mm.

Rozwijanie: 70 mm od dolnej krawędzi płytki.

Suszenie: 5 min w strumieniu zimnego powietrza.

Detekcja: poddać działaniu odczynnika wanilinowego OD i ogrzewać 3 min w temp. 110°C ; odczytać w nadfiolecie przy 366 nm.

Przydatność układu: roztwór porównawczy (c):

- chromatogram wykazuje w dolnej 1/3 części chromatogramu pomarańczowe pasmo (harpagid) i bezpośrednio powyżej niebieskie pasmo (katalpol).

Wyniki: poniżej podano kolejność pasm obecnych na chromatogramach roztworu porównawczego (a) i roztworu badanego. Ponadto, na chromatogramie roztworu badanego mogą być obecne inne słabe pasma.

Górna część chromatogramu	
Harpagozyd : pomarańczowe pasmo	Pomarańczowe pasmo, słabe do równoważnego (harpagozyd) Zielone pasmo, słabe do równoważnego
Harpagid: pomarańczowe pasmo	Pomarańczowe pasmo, słabe do równoważnego (harpagid)
Roztwór porównawczy (a)	Roztwór badany

BADANIA

Strata masy po suszeniu (2.2.32): nie więcej niż 14,0%; 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 2,0%.

ZAWARTOŚĆ

Chromatografia cieczowa (2.2.29).

Rozwór A: 50% (V/V) *metanol OD*.

Rozwór badany. Do 0,500 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) dodać 25,0 mL roztworu A. Zważyć, macerować 10 min w temperaturze pokojowej i poddawać 30 min działaniu ultradźwięków. Zważyć ponownie i uzupełnić ubytek rozpuszczalnika roztworem A. Dokładnie zmieszać. Przesączyć nadsącz przez sączonek membranowy (nominalna wielkość porów 0,45 µm). Użyć przesączu.

Roztwór porównawczy (a). Rozpuścić zawartość fiołki z harpagozydem CSP w roztworze A i uzupełnić roztworem A do 50,0 mL.

Roztwór porównawczy (b). Rozpuścić 10 mg kwasu *trans-cynamonowego OD* w roztworze A i uzupełnić roztworem A do 10 mL.

Roztwór porównawczy (c). Rozpuścić 1 mg harpagidu OD w 15 mL roztworu porównawczego (a), dodać 100 µL roztworu porównawczego (b) i uzupełnić roztworem A do 20 mL.

Kolumna:

- wymiary: długość 0,25 m, średnica wewnętrzna 4,0 mm;
- faza nieruchoma: żel krzemionkowy do chromatografii z grupami oktadecylosililowymi, związany na końcu OD1 (5 µm);
- temperatura: 25°C.

Faza ruchoma:

- faza ruchoma A: 0,03% (V/V) kwas fosforowy OD;
- faza ruchoma B: acetonitryl OD1;

Czas (min)	Faza ruchoma A (% V/V)	Faza ruchoma B (% V/V)
0	95	5
0 – 8	95 → 90	5 → 10
8 – 23	90 → 50	10 → 50
23 – 26	50	50

Szybkość przepływu: 1,0 mL/min.

Detekcja: spektrofotometr przy 210 nm.

Wprowadzenie: 10 µL roztworu badanego i roztworów porównawczych (a) i (c).

Identyfikacja pików: do identyfikacji pików harpagozydu użyć chromatogramu roztworu porównawczego (a).

Retencja względna w porównaniu z harpagozydem (czas retencji = ok. 21,6 min): harpagid = ok. 0,3; kwas cynamonowy = ok. 1,1.

Przydatność układu:

- **rozdzielczość:** nie mniej niż 5,0 pomiędzy pikami harpagozydu i kwasu cynamonowego na chromatogramie roztworu porównawczego (c).

Obliczyć procentową zawartość sumy harpagidu i harpagozydu, w przeliczeniu na harpagozyd, wg poniższego wzoru:

$$\frac{A_1 \times m_1}{A_2 \times m_2 \times 2000} + \frac{A_3 \times m_1 \times 4,6}{A_2 \times m_2 \times 2000}$$

A_1 = powierzchnia pików harpagozydu na chromatogramie roztworu badanego;

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

A_3 = powierzchnia pików harpagidu na chromatogramie roztworu badanego;

m_1 = masa harpagozydu zawartego w 1 fiołce harpagozydu CSP, użyta do przygotowania roztworu porównawczego (a), w miligramach;

m_2 = masa badanej substancji roślinnej użyta do przygotowania roztworu badanego, w gramach.

04/2022:1261

SENNAE FOLIOLI EXTRACTUM SICCUM NORMATUM

Wyciąg suchy standaryzowany z listka senesu

Senna leaflet dry extract, standardised; Séné (foliole de), extrait sec titré de

DEFINICJA

Wyciąg suchy standaryzowany otrzymany z *Listka senesu* (0206).

Zawartość: od 5,5% do 12,0% sumy glikozydów hydroksyantracenowych, w przeliczeniu na sennozyd B ($C_{42}H_{38}O_{26}$; m.c.z. 863) (wyszczególniony wyciąg). Oznaczona zawartość nie różni się od wartości podanej na etykiecie więcej niż ± 10%.

WYTWARZANIE

Wyciąg otrzymuje się z substancji roślinnej odpowiednią metodą używając metanolu (40–80% V/V) lub etanolu (40–80% V/V).

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: brunatnawy lub brunatny proszek.

TOŻSAMOŚĆ

Wysokosprawna chromatografia cienkowarstwowa (2.8.25). Przygotować roztwór badany i roztwory porównawcze chroniąc od jaskrawego światła.

Mieszanina rozpuszczalników: etanol (96%) OD, woda OD (50:50 V/V).

Roztwór badany. Do 75 mg wyciągu badanego dodać 5,0 mL mieszaniny rozpuszczalników. Poddawać 5 min działaniu ultra-