

ЗВІРОБІЙ

Hyperici herba

ST. JOHN'S WORT

Цілі або фрагментовані, висушені квітучі верхівки *Hypericum perforatum* L., зібрані під час цвітіння.

Вміст: не менше 0.08 % суми гіперіцинів, у перерахунку на гіперіцин ($C_{30}H_{16}O_8$; *М.м.* 504.4) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Розгалужені, голі стебла мають 2 більш або менш виражених подовжніх ребра. Листки супротивні, сидячі, без прилистків, довгасто-овальні, (15- 30) мм завдовжки; по краях листка наявні залозки, що мають вигляд чорних крапок, по всій поверхні листків розсіяні численні дрібні видільні залозки, що чітко просвічуються у прохідному світлі. Квітки правильні, на верхівках стебел зібрані у щиткопо- дібні волоті. Вони мають 5 зелених, загострених чашолистків із чорними секреторними залозками вздовж країв; 5 оранжево-жовтих пелюсток також із чорними секреторними залозками вздовж країв; 3 пучки тичинок, кожний з яких складається із численних оранжево-жовтих тичинок, і 3 плодолистки, що увінчані червоними стовпчиками.

У сировині також можуть виявлятися: незрілі та зрілі плоди та насінини. Незрілі плоди зеленого або жовтавого кольору, насінини білуваті. Зрідка можуть бути наявними зрілі плоди: сухі тригнізді коробочки із численними насінинами. Коробочки коричневі, широко або вузько яйцеподібні, (5-10) мм завдовжки, із широко лінійними або крапкоподібними залозками та безладно смугастими каналами, що проводять секрет. Зрілі насінини (1-1.3) мм завдовжки, циліндричні або трикутні, коротко загострені на обох кінцях, коричневі або майже чорні, подовжньо дрібно пористі.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок зеленувато-жовтого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1438.-1): фрагменти епідерми листка [А, В] або стебла [Н] з продиховими апаратами (2.8.3) паразитного [Аб, На], анізоцитного [Ас, Вб, Нб] або аномоцитного [Ае] типів; фрагменти епідерми листка, часто, з прилеглою палісадною паренхімою [Ад, Вс]; багатокутні клітини верхньої епідерми з потовщеними та намистоподібними оболонками [Ва]; більш або менш звивистостінні, тонкостінні клітини нижньої епідерми [Аа]; фрагменти листка або чашолистка [Е] з крупними, червоного кольору олійними залозами [Еа] з прилеглою палісадною паренхімою [Еб] та дрібними судинами [Ес]; фрагменти епідерми пелюстки із видовжених клітин з прямими або звивистими антиклінальними оболонками [Д]; судини [Д] з сітчастими або пористими оболонками [Да] та групи товстостінних волокон [Дб]; фрагменти паренхіми серцевини стебла [К] із прямокутних клітин із здерев'янілими та пористими оболонками [Ка], деколи об'єднаних із судинами [Кб]; фрагменти пиляка [F], де виявляються: центральна частина, що складається із дрібних клітин з друзами кальцію оксалату [Fb], та клітини фіброзного шару [Fa]; фрагменти тичинкової нитки із видовжених, тонкостінних клітин зі складчастою кутикулою [С]; численні пилкові зерна з 3 проростковими порами та гладенькою екзиною, трапляються поодинокі [G] або в щільних групах.

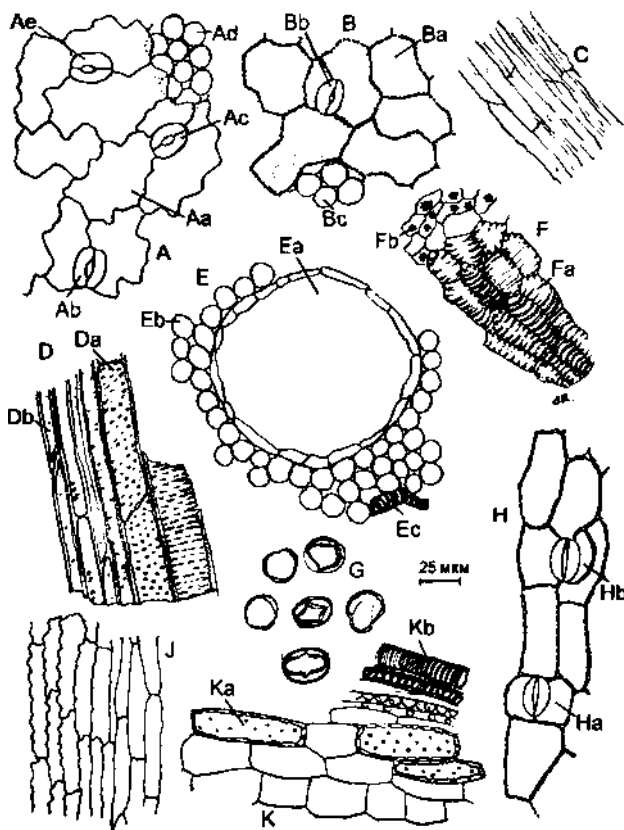


Рисунок 1438.-1 .Діагностичні структури звіробоя
(Ідентифікація В)

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 г здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) перемішують із 10 мл метанолу Р у водяній бані при температурі 60 °С протягом 10 хв і фільтрують.

Розчин порівняння. 5 мг рутину Р і 5 мг гіперозиду Р розчиняють у метанолі Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 5 мл.

Пластинка. ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза \ мурашина кислота безводна Р - вода Р - етилацетат Р (6:9:90).

Об'єм проб. 10 мкл випробовуваного розчину та 5 мкл розчину порівняння, смугами 10 мм.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см від лінії старту.

Висушування: при температурі (100- 105)°С протягом 10 хв.

Виявлення: обробляють розчином 10 г/л дифеніл- борної кислоти аміноетилового ефіру Р у метанолі Р, потім розчином 50 г/л макрогелю 400 Р у метанолі Р і через 30 хв переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати' на хроматограмі розчину порівняння мають виявлятися: у нижній третині — зона рутину, вище неї — зона гіперозиду, обидві жовто-оранжевої флуоресценції. На хроматограмі випробовуваного

розчину мають виявлятися: у нижній третині — зони рутину та гіперозиду червонувато-оранжевої флуоресценції, у нижній частині верхньої третини — зона псевдогіперизину, вище неї — зона гіперизину, обидві червоної флуоресценції. Можуть виявлятися також інші зони жовтої або синьої флуоресценції.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 % стебел більше 5 мм у діаметрі, не більше 2 % інших сторонніх домішок.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 10.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С протягом 2 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 7.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Випробовуваний розчин. 0.800 г здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) поміщають у круглдонну колбу місткістю 100 мл, додають 60 мл суміші вода Р - тетрагідрофуран Р (20:80), перемішують за допомогою магнітної мішалки та кип'ятять у водяній бані при температурі 70 °С зі зворотним холодильником протягом 30 хв. Одержану суміш центрифугують при 700 г протягом 2 хв і надосадову рідину переносять у колбу місткістю 250 мл. Залишок за допомогою 60 мл суміші вода Р - тетрагідрофуран Р (20:80) кількісно переносять у ту саму круглдонну колбу місткістю 100 мл, знову нагрівають зі зворотним холодильником протягом 30 хв, центрифугують при 700 г протягом 2 хв, надосадову рідину об'єднують з екстрактом у колбі місткістю 250 мл і упарюють насухо. До одержаного залишку додають 15 мл метанолу Р і за допомогою ультразвуку переносять у мірну колбу місткістю 25 мл. Колбу місткістю 250 мл обполіскують метанолом Р, промивну рідину поміщають у ту саму мірну колбу місткістю 25.0 мл, доводять тим самим розчинником до об'єму 25.0 мл і знову центрифугують. 10 мл надосадової рідини фільтрують крізь шприцевий фільтр (0.2 мкм), відкидаючи перші 2 мл фільтрату. 5.0 мл одержаного фільтрату поміщають у мірну колбу і доводять метанолом Р до об'єму 25.0 мл.

Компенсаційна рідина: метанол Р.

Вимірюють оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину за довжини хвилі 590 нм відносно компенсаційного розчину.

Вміст суми гіперизинів, у перерахунку на гіперизин, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A \times 125}{m \times 870}$$

ле:

A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 590 нм, m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання гіперизину, що дорівнює 870.

ЗВІРОБОЮ ТРАВА⁴

Hyperici herba

Цілі або різані висушені квітучі верхівки *Hypericum perforatum* L. або *Hypericum maculatum* Crantz (*H. quadrangulum* auct. non L.), або суміші цих видів.

Вміст, не менше 1.2% флавоноїдів, у перерахунку на гіперозид ($C_{21}H_{20}O_{12}$; *М.м.* 464.4) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Верхні частини стебел із листками, квітками, пуп'янками та недозрілими плодами. Стебла порожнисті, циліндричні, до 30 см завдовжки, із двома (*H. perforatum*) або чотирма (*H. maculatum*) подовжніми ребрами, від зеленувато-жовтого до сірувато-зеленого, іноді рожевувато-фіолетового кольору. Листки супротивні, сидячі, довгасті або довгасто-овальні, цільнокраї, голі, до 3.5 см завдовжки, до 1.4 см завширшки, від сірувато-зеленого до темно-зеленого кольору. У *H. perforatum* листки із численними вмістищами у вигляді світлих крапок, що просвічуються, у *H. maculatum* вони наявні зрідка або відсутні. Квітки численні, близько (1-1.5) см діаметрі, зібрані у щиткоподібні волоті. Чашечка зрослолиста, глибоко п'ятироздільна, чашолистки ланцетні, тонко загострені (*H. perforatum*) або довгасто-овальні із притупленою верхівкою (*H. maculatum*). Віночок роздільнопелюстковий, у (2-3) рази довший за чашечку, п'ять пелюсток яскраво-жовтого або жовтого кольору із чорними крапками, що добре помітні під лупою. Тичинки численні, зрослися біля основи нитками у три пучки. Маточка із верхньою тригніздою завяззю та 3 відігнутими стовпчиками.

У сировині також можуть виявлятися: незрілі та зрілі плоди та насінини. Незрілі плоди зеленого або жовтавого кольору, насінини білуваті. Зрідка можуть бути наявними зрілі плоди: сухі тригнізди коробочки із численними насінинами. Коробочки коричневі або зеленувато-коричневі, широко або вузько яйцеподібні, (5-10) мм завдовжки, із широко лінійними або крапкоподібними залозками та безладно смугастими каналами, що проводять секрет. Зрілі насіни

ни (1 -1.3) мм завдовжки, циліндричні або трикутні, коротко загострені на обох кінцях, коричневі або майже чорні, подовжньо дрібно пористі.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок зеленувато-жовтого, жовтаво-зеленого або коричнево-зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: фрагменти верхньої епідерми із багатокутних основних клітин із потовщеними, намистоподібними оболонками; фрагменти нижньої епідерми із основних клітин із тонкими, більш-менш звивистими оболонками та продихових апаратів парацитного або аномоцитного типів (2.8.3); фрагменти листка або чашолистка, у мезофілі яких трапляються крупні, овальні або кулясті секреторні вмістища, заповнені червонувато-фіолетовим пігментом; тонкостінні видовжені клітини епідерми пелюсток із прямими або звивистими антиклінальними оболонками; фрагменти провідної тканини стебла зі спіральними або пористими судинами та товстостінними волонками; фрагменти прямокутної, здерев'янілої та пористої паренхіми; фіброзний шар пиляка; видовжені тонкостінні клітини тичинкової нитки зі складчастою кутикулою; поодинокі або згруповані численні пилкові зерна із 3 проростковими порами та гладенькою екзиною; друзи кальцію оксалату.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 г здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) перемішують із 10 мл *метанолу Р* у водяній бані при температурі 60 °С протягом 10 хв і фільтрують.

Розчин порівняння. 5 мг *ФСЗДФУ рутину* і 5 мг *ФСЗДФУ гіперозиду* розчиняють у *метанолі Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 5 мл.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: мурашина кислота безводна Р - вода Р - етилацетат Р (6:9:90).

Об'єм проб: 10 мкл випробовуваного розчину та 5 мкл розчину порівняння, смугами 10 мм.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см від лінії старту.

Висушування: при температурі (100-105)°С протягом 10 хв.

Виявлення: обприскують розчином 10 г/л *дифеніл-борної кислоти аміноетилового ефіру Р* у *метанолі Р*, потім розчином 50 г/л *макроголу 400 Р* у *метанолі Р* і через 30 хв переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння мають виявлятися: у нижній третині — зона рутину, вище неї — зона гіперозиду, обидві жовто-оранжевої флуоресценції. На хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися: у нижній третині — зони рутину та гіперозиду червонувато-оранжевої флуо

Зірчастий аніс

ресценції, у нижній частині верхньої третини — зона псевдогіперіцину, вище неї — зона гіперіцину, обидві червоної флуоресценції. Можуть виявлятися також інші зони жовтої або синьої флуоресценції.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 50 % стебел, у тому числі відділених при аналізі; не більше 2 % сторонніх часток, у тому числі не більше 1 % домішок мінерального походження.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 13.0 %. 1.000 г здрібноної на порошок сировини (500) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 7.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Вихідний розчин. 0.300 г здрібноної на порошок сировини (500) (2.9.12) поміщають у круглодонну колбу місткістю 100 мл, додають 1 мл розчину 5 г/л гексаметилентетраміну *P*, 20 мл ацетону *P* і 2 мл хлористоводневої кислоти *PI*, кип'яють зі зворотним холодильником протягом 30 хв і фільтрують крізь тампон із вати у колбу місткістю 100 мл. Тампон із вати додають до залишку у круглодонну колбу та екстрагують 2 порціями, по 20 мл кожна, ацетону *P*, кожний раз проводячи кип'ятіння зі зворотним холодильником протягом 10 хв, охолоджують до кімнатної температури, фільтрують кожний витяг крізь тампон із вати у колбу. Одержані охолоджені об'єднані ацетонові витяги фільтрують крізь паперовий фільтр у мірну колбу, доводять об'єм розчину ацетоном *P* до 100 мл, обполіскуючи колбу та паперовий фільтр. 20.0 мл одержаного розчину поміщають у ділильну лійку, додають 20 мл води *P* і струшують суміш із 15 мл етилацетату *P*, а потім із 3 порціями, по 10 мл кожна, етилацетату *P*. Одержані етилацетатні витяги об'єднують у ділильній лійці, промивають 2 порціями, по 50 мл кожна, води *P*, фільтрують над 10 г натрію сульфату безводного *P* у мірну колбу та доводять об'єм розчину етилацетатом *i** до 50.0 мл.

Випробовуваний розчин. До 10.0 мл вихідного розчину додають 1 мл алюмінію хлориду реактиву *P* і доводять розчином 5 % (об/об) оцтової кислоти льодяної *P* у метанолі *P* до об'єму 25.0 мл.

Компенсаційний розчин. 10.0 мл вихідного розчину доводять розчином 5 % (об/об) оцтової кислоти льодяної *P* у метанолі *Я* до об'єму 25.0 мл.

Оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину вимірюють через 30 хв після приготування за довжини хвилі 425 нм відносно компенсаційного розчину.

Вміст флавоноїдів, у перерахунку на гіперозид, у відсотках, обчислюють за формулою:

де:

A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 425 нм, *m* — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання гіперозиду, що дорівнює 500.

КАСІЇ ВУЗЬКОЛИСТОЇ ПЛОДИ

Sennae fructus angustifoliae

SENNA PODS, TINNEVELLY

Висушені плоди (боби) *Cassia angustifolia* Vahl.

Вміст: не менше 2.2 % гідроксіантраценових глікозидів, у перерахунку на сенозид В ($C_{42}H_{38}O_{20}$; *М.м.* 863) і суху сировину.

ВЛАСТИВОСТІ Сировина

має слабкий запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Боби плоскі, майже ниркоподібної форми, жовтаво-коричневого або коричневого кольору із темно-коричневими плямами проти насінин, звичайно (35-60) мм завдовжки та (14-18) мм завширшки. На одному кінці наявний рубчик від стовпчика, на протилежному — коротка плодоніжка. Боби містять 5-8 плоских, оберненойцеподібних насінин, зеленого або блідо-коричневого кольору, із переривчастими, звивистими поперечними складками на насінній шкірці.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідратурозчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури: фрагменти екзокарпія із багатокутних клітин, незначної кількості конічних бородавчастих волосків і зрідка продихових апаратів аномоцитного або паразитного типу (2.8.3); волокна 2 перехресних шарів, оточених оболочкою із призматичними кристалами кальцію оксалату; характерні палисадні клітини насінної шкірки та стратифіковані клітини

Касії вузьколистій плоди

ендосперму; друзи та призматичні кристали кальцію оксалату.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 0.5 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) додають 5 мл суміші рівних об'ємів етанолу (96 %) Р і води Р, нагрівають до кипіння, центрифугують і використовують надосадову рідину.

Розчин порівняння. 10 мг ФСЗ касії екстракту розчиняють в 1 мл суміші рівних об'ємів етанолу (96%) Р і води Р (залишається невелика кількість нерозчинених частинок).

Пластинка: ТЛХХ пластинка із шаром силікагелю GP.

Рухома фаза: оцтова кислота льодяна Р - вода Р - етилацетат Р - пропанол Р (1:30:40:40).

Об'єм проб: 10 мкл, смугами розміром 20 мм х 2 мм.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують розчином 20 % (об/об) азотної кислоти Р, нагрівають при температурі 120 °С протягом 10 хв; охолоджують і обприскують розчином 50 г/л калію гідроксиду Р в етанолі (50%, об/об) Р до виявлення зон.

Результати: на хроматограмі випробованого розчину мають виявлятися основні зони (сенозиди В, А, D і С у порядку зростання значень R_F) на рівні основних зон на хроматограмі розчину порівняння, відповідні їм за розміром і забарвленням; між зонами, що відповідають сенозидам D і С, може виявлятися червона зона реїн-8-глюкозиду; зони, відповідні сенозидам D і С, слабші на хроматограмі випробованого розчину.

В. 25 мг здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) поміщають у конічну колбу та додають 50 мл води Р і 2 мл хлористоводневої кислоти Р. Нагрівають у водяній бані протягом 15 хв, охолоджують і струшують з 40 мл ефіру Р, відділяють ефірний шар, сушать над натрію сульфатом безводним Р, 5 мл розчину упарюють насухо та до охолодженого залишку додають 5 мл аміаку розчину розведеного РІ; з'являється жовте або оранжеве забарвлення. Нагрівають на водяній бані протягом 2 хв; з'являється червонувато-фіолетове забарвлення.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 1 %.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 12.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С протягом 2 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 9.0 %.

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 2.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Випробування проводять у захищеному від яскравого світла місці.

0.150 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) поміщають у колбу місткістю 100 мл, додають 30.0 мл води Р, перемішують, зважують і поміщають у водяну баню, нагрівають зі зворотним холодильником протягом 15 хв, охолоджують, зважують, доводять водою Р до вихідної маси. Центрифугують, 20.0 мл надосадової рідини переносять у ділильну лійку місткістю 150 мл, додають 0.1 мл хлористоводневої кислоти розведеної Р і струшують із

3 порціями, по 15 мл кожна, хлороформу Р, після розшарування хлороформний шар відкидають. Додають 0.10 г натрію гідрокарбонату Р, струшують протягом 3 хв, центрифугують, 10.0 мл надосадової рідини переносять у круглодонну колбу місткістю 100 мл із притертою скляною пробкою, додають 20 мл заліза (III) хлориду розчину РІ, перемішують, поміщають колбу у водяну баню таким чином, щоб рівень води у водяній бані був вищий за рівень рідини у колбі, нагрівають зі зворотним холодильником протягом 20 хв, додають 1 мл хлористоводневої кислоти Р і нагрівають протягом наступних 20 хв при енергійному струшуванні до розчинення осаду. Охолоджують і переносять суміш у ділильну лійку та струшують із 3 порціями, по 25 мл кожна, ефіру Р, що попередньо використовували для обполіскування колби.

3 ефірні шари об'єднують і промивають 2 порціями, по 15 мл кожна, води Р. Ефірний шар переносять у мірну колбу та доводять об'єм ефіром Р до 100.0 мл. 10.0 мл обережно упарюють насухо та розчиняють залишок у 10.0 мл розчину 5 г/л магнію ацетату Р у метанолі Р.

Оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину вимірюють за довжини хвилі 515 нм, використовуючи метанол Р як компенсаційну рідину.

Вміст гідроксіантраценових глікозидів, у перерахунку на сенозид В, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A \times 1.25}{m},$$

де:

А — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 515 нм; m — маса наважки випробованої сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання сенозиду В, що дорівнює 240.

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від вологи місці.

Для ідентифікації С як ФСЗ касії екстракту рекомендується використовувати ФСЗ ДФУ касії екстракт. При цьому на хроматографічну пластинку наносять 15 мкл розчину порівняння.

КАСІЇ ГОСТРОЛИСТОЇ ПЛОДИ

Sennae fructus acutifoliae

SENNA PODS, ALEXANDRIAN

Висушені плоди (боби) *Cassia senna* L. (*C. acutifolia* Delile).

Вміст: не менше 3.4 % гідроксіантраценових глікозидів, у перерахунку на сенозид В ($C_{42}H_{38}O_{20}$; *М. м.* 863) і суху сировину.

ВЛАСТИВОСТІ Сировина

має слабкий запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Боби плоскі, ниркоподібної форми, зеленого або зеленувато-коричневого кольору із коричневими плямами проти насінин, звичайно (40-50) мм завдовжки та не менше 20 мм завширшки. На одному кінці наявний рубчик від стовпчика, на протилежному — коротка плодоніжка. Боби містять (6-7) плоских, оберненойцеподібних насінин, зеленого або блідо-коричневого кольору, із безперервною сіткою виступаючих складок на насінній шкірці.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2. 9.12). Порошок коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідратурозчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: фрагменти екзокарпія із багатокутних клітин, незначної кількості конічних бородавчастих волосків і зрідка продихових апаратів аноміцитарного або паразитного типів (2.8.3); волокна у 2 перехресних шарах, оточених обкладкою із призматичними кристалами кальцію оксалату; характерні палисадні клітини насінної шкірки та стратифіковані клітини ендосперму; друзи та призматичні кристали кальцію оксалату.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 0.5 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) додають 5 мл суміші рівних об'ємів *етанолу (96 %)Р* і *води Р*, нагрівають до кипіння, центрифугують і використовують надосадову рідину.

Розчин порівняння. 10 мг ФСЗ касії екстракту розчиняють в 1 мл суміші, рівних об'ємів *етанолу (96%) Р* і *води Р* (залишається невелика кількість нерозчинених частинок).

Пластинка'. ТШХ пластинка із шаром силікагелю GP.

Рухома фаза: *оцтова кислота льодяна Р* - *вода Р* - *етилацетат Р* - *пропанол Р* (1:30:40:40).

Об'єм проб'. 10 мкл, смугами розміром 20 мм x 2 мм.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення', обприскують розчином 20 % (об/об) *азотної кислоти Р* і нагрівають при температурі 120 °С протягом 10 хв; охолоджують і обприскують розчином 50 г/л *калію гідроксиду Р* в *етанолі* ("50 %, об/об) Рдо виявлення зон.

Результати: на хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися основні зони (сенозиди В, А, D і С у порядку зростання значень R_F) на рівні основних зон на хроматограмі розчину порівняння, відповідні їм за розміром і забарвленням; між зонами, що відповідають сенозидам D і С, може виявлятися червона зона *реін-8-глюкозиду*; зони, відповідні сенозидам D і С, слабші на хроматограмі випробовуваного розчину.

D. 25 мг здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) поміщають у конічну колбу та додають 50 мл *води Р* і 2 мл *хлористоводневої кислоти Р*. Нагрівають у водяній бані протягом 15 хв, охолоджують і струшують із 40 мл *ефіру Р*, *відділяють* ефірний шар, сушать над *натрію сульфатом безводним Р*, 5 мл розчину упарюють насухо та до охолодженого залишку додають 5 мл *аміаку розчину розведеного РI*; має з'являється жовте або оранжеве забарвлення. Нагрівають на водяній бані протягом 2 хв; з'являється червонувато-фіолетове забарвлення.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 1 %.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 12.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С протягом 2 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 9.0 %

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 2.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Випробування проводять у захищеному від яскравого світла місці.

0Л50 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) поміщають у колбу місткістю 100 мл, додають 30.0 мл води Р, перемішують, зважують і поміщають у водяну баню, нагрівають зі зворотним холодильником протягом 15 хв, охолоджують, зважують і доводять водою Р до вихідної маси. Центрифугують, 20.0 мл надосадової рідини переносять у ділильну ліжку місткістю 150 мл, додають 0.1 мл хлористоводневої кислоти розведеної Р і струшують із

3 порціями, по 15 мл кожна, хлороформу Р, після розшарування хлороформний шар відкидають. Додають 0.10 г натрію гідрокарбонату Р, струшують протягом 3 хв, центрифугують, 10.0 мл надосадової рідини переносять у круглодонну колбу місткістю 100 мл із притертою скляною пробкою, додають 20 мл заліза (III) хлориду розчину Р1, перемішують, поміщають колбу у водяну баню таким чином, щоб рівень води у водяній бані був вищий за рівень рідини у колбі, нагрівають зі зворотним холодильником протягом 20 хв, додають 1 мл хлористоводневої кислоти Р і нагрівають протягом наступних 20 хв при енергійному струшуванні до розчинення осаду. Охолоджують, переносять суміш у ділильну ліжку та струшують із

3 порціями, по 25 мл кожна, ефіру Р, що попередньо використовували для обполіскування колби.

3 ефірні шари об'єднують і промивають 2 порціями, по 15 мл кожна, води Р. Ефірні шари переносять у мірну колбу та доводять об'єм ефіром Р до 100.0 мл.

10.0 мл обережно упарюють насухо та розчиняють залишок у 10.0 мл розчину 5 г/л магнію ацетату Р у метанолі Р.

Оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину вимірюють за довжини хвилі 515 нм, використовуючи метанол Р як компенсаційну рідину.

Вміст гідроксіантраценових глікозидів, у перерахунку на сенозид В, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A \times 1.25}{m},$$

де:

A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 515 нм; m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання сенозиду В, що дорівнює 240.

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від вологи місці.

Для ідентифікації С як ФСЗ касії екстракту рекомендується використовувати ФСЗ ДФУ касії екстракт. При цьому на хроматографічну пластинку наносять 15 мкл розчину порівняння.

КАСІЇ ЛИСТЯ

Sennae folium

SENNA LEAF

Висушені листочки *Cassia senna* L. (*C. acutifolia* Delile), що відома як олександрійська або африканська сена, або *Cassia angustifolia* Vahl., що відома як індійська сена, або суміш обох видів.

Вміст: не менше 2.5 % гідроксіантраценових глікозидів, у перерахунку на сенозид В ($C_{42}H_{38}O_{20}$; М.м. 863) і суху сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має слабкий характерний запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Листочки *C. senna* сірувато-зеленого або коричнево-зеленого кольору, тонкі, крихкі, ланцетоподібні, із загостреною верхівкою й асиметричною основою, звичайно (15-40) мм завдовжки та (5-15) мм завширшки, максимальну ширину мають дещо нижче центру; пластинка слабо хвиляста, вкрита на обох поверхнях тонкими, короткими волосками. Жилкування перисте, видиме переважно на нижній поверхні, із бічними жилками, що відходять від середньої жилки під кутом 60° і при з'єднанні утворюють біля краю складку.

Продиховий індекс (2.8.3): 10-12.5-15.

Листочки *C. angustifolia* жовтаво-зеленого або коричнево-зеленого кольору, довгасті та ланцетоподібні, із дещо асиметричною основою, звичайно (20-50) мм завдовжки та (7-20) мм завширшки у центрі. Обидві поверхні гладенькі, із дуже невеликою кількістю коротких волосків із поперечними або косими лініями.

Продиховий індекс (2.8.3): 14-17.5-20.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок світло-зеленого або зеленувато-жовтого кольору. Переглядають, під мікроскопом, вико

ристовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: епідерма із багатокутних клітин і продихових апаратів парацитного типу (2.8.3); одноклітинні покривні волоски конічної форми, із бородавчастими оболонками, ізольовані або прикріплені до фрагментів епідерми; волокна із кристалоносною обкладкою із призматичними кристалами кальцію оксалату; друзи кальцію оксалату ізольовані або у фрагментах паренхіми.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 0.5 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) додають 5 мл суміші рівних об'ємів *етанолу (96%) Рі води Р*, нагрівають до кипіння, центрифугують і використовують надосадову рідину.

Розчин порівняння. 10 мг ФСЗ касії екстракту розчиняють в 1 мл суміші рівних об'ємів *етанолу (96%) Р* і *води Р* (залишається невелика кількість нерозчинених частинок).

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю GP.

Рухома фаза: *оцтова кислота льодяна Р - вода Р - етилацетат Р- пропанол Р(1:30:40:40)*.

Об'єм проб: 10 мкл, смугами, розміром 20 мм х 2 мм.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують розчином 20 % (об/об) *азотної кислоти Рі* нагрівають при температурі 120 °С протягом 10 хв, охолоджують і обприскують розчином 50 г/л *калію гідрооксиду Р* в *етанолі (50%, об/об) Р* до виявлення зон.

Результати: на хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися основні зони (сенозиди В, А, D і С у порядку зростання значень R_f) на рівні основних зон на хроматограмі розчину порівняння, відповідні їм за розміром і забарвленням. Між зонами, що відповідають сенозидам D і С, може виявлятися червона зона, відповідна реїн-8-глюкозиду.

В. Близько 25 мг здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) поміщають у конічну колбу, додають 50 мл *води Рі* 2 мл *хлористоводневої кислоти Р*, нагрівають у водяній бані протягом 15 хв, охолоджують і струшують із 40 мл *ефіру Р*, відділяють ефірний шар, сушать над *натрію сульфатом безводним Р*, 5 мл упарюють насухо, до охолодженого осаду додають 5 мл *аміаку розчину розведеного РІ*; з'являється жовте або оранжеве забарвлення. Нагрівають на водяній бані протягом 2 хв; з'являється червонувато-фіолетове забарвлення.

ВИПРОБОВУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 % сторонніх органів рослини і не більше 1 % сторонніх часток.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 12.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С протягом 2 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 12.0 %.

Зола, не розчинна у *хлористоводневій кислоті (2.8.1)*. Не більше 2.5 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Випробування проводять у захищеному від яскравого світла місці.

0.150 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) поміщають у колбу місткістю 100 мл, додають 30.0 мл *води Р*, перемішують, зважують і поміщають у водяну баню, нагрівають зі зворотним холодильником протягом 15 хв, охолоджують, зважують і доводять *водою Р* до вихідної маси. Центрифугують і переносять 20.0 мл надосадової рідини у ділильну лійку місткістю 150 мл, додають 0.1 мл *хлористоводневої кислоти розведеної Р* і струшують із 3 порціями, по 15 мл кожна, *хлороформу Р*, після розшарування хлороформний шар відкидають. Додають 0.10 г *натрію гідрокарбонату Р*, струшують протягом 3 хв, центрифугують, 10.0 мл надосадової рідини переносять у круглдонну колбу місткістю 100 мл із притертою скляною пробкою, додають 20 мл *заліза(III) хлориду розчину РІ*, перемішують, поміщають колбу у водяну баню таким чином, щоб рівень води у водяній бані був вищий за рівень рідини у колбі, нагрівають зі зворотним холодильником протягом 20 хв; додають 1 мл *хлористоводневої кислоти Р*, нагрівають протягом наступних 20 хв при енергійному струшуванні до розчинення осаду. Охолоджують, переносять суміш у ділильну лійку та струшують із 3 порціями, по 25 мл кожна, *ефіру Р*, що попередньо використовували для обполіскування колби.

3 ефірні шари об'єднують і промивають 2 порціями, по 15 мл кожна, *води Р*. Ефірний шар переносять у мірну колбу та доводять об'єм *ефіром Р* до 100.0 мл.

10.0 мл обережно упарюють насухо, розчиняють залишок у 10.0 мл розчину 5 г/л *магнію ацетату Р* у *метанолі Р*.

Оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину вимірюють за довжини хвилі 515 нм, використовуючи *метанол Р* як компенсаційну рідину.

Вміст гідроксіантраценових глікозидів, у перерахунку на сенозид В, у відсотках, обчислюють за формулою:

КРУШИНИ КОРА

Frangulae cortex

де:

A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 515 нм; m — маса наважки випробовуваної сировини у грамах.

Використовують питомий показник поглинання сенозиду В, що дорівнює 240.

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від вологи місці. _____ N

Для ідентифікації С як ФСЗ касії екстракту рекомендується використовувати ФСЗ ДФУ касії екстракт. При цьому на хроматографічну пластинку наносять 15 мкл розчину порівняння.

FRANGULABARK

Ціла або фрагментована, висушена кора стебел і гілок *Rhamnusfrangula* L. (*Frangula alnus* Miller).

Вміст: не менше 7.0 % глюкофрангулінів, у перерахунку на глюкофрангулін А ($C_{27}H_{30}O_{14}$; *М.м.* 578.5) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. У корі трапляються згорнуті, майже плоскі або трубчасті фрагменти або поодинокі, або здвоєні гофровані шматочки, звичайно, (0.5-2) мм завтовшки та різної довжини та ширини. Зовнішня поверхня сірувато-коричневого або темно-коричневого кольору, подовжньо зморшкувата, із численними сіруватими, поперечно видовженими сочевичками; якщо зовнішні шари видалені, виявляється шар темно- червоного кольору. Внутрішня поверхня оранжево- коричневого або червонувато-коричневого кольору, гладенька та дрібно подовжньо смугаста; червоніє при взаємодії з лугами. Злам рівний, у внутрішній частині волокнистий.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок жовтавого або червонувато-коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 0025. -1): численні, флоемні волокна (у тангентальному [D] або у поздовжньому [K] зрізі), дещо здерев'янілі, у групах [Da, Ka], оточені кристалонесними обкладками із призматичними кристалами кальцію оксалату [Db, Kb], деколи оточуючими серцевинні промені [Dc]; червонувато-коричневі фрагменти корка [H]; фрагменти флоемної паренхіми (у поздовжньому зрізі [G]) із друзами кальцію оксалату [A, E] або у тангентальному зрізі [C], оточуючі серцевинні промені [Ca], та клітини із друзами кальцію оксалату [Cб]; зрідка фрагменти коленхіми [F]; окремі друзи [B] та призматичні кристали [J] кальцію оксалату.

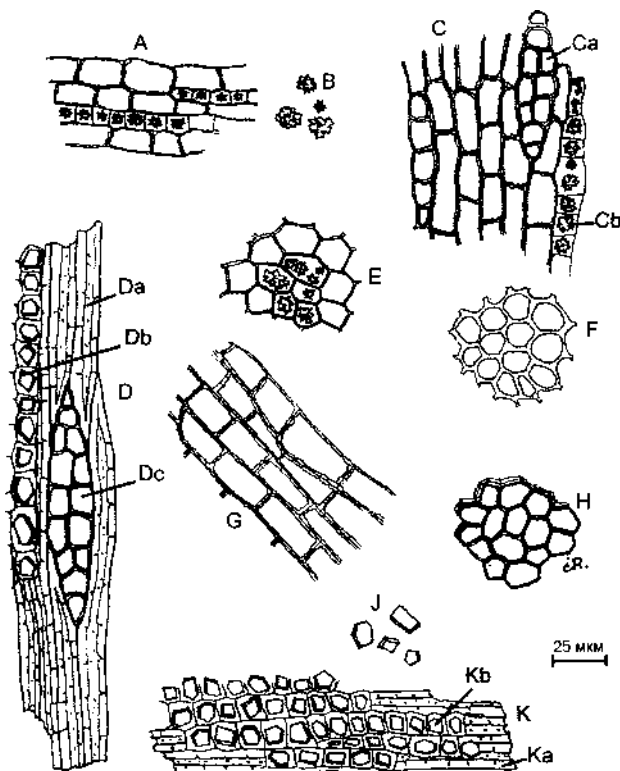


Рисунок 0025.-1. — Діагностичні структури крушини кори (Ідентифікація В)

А. Хроматограму, одержану у випробуванні А «Інші види *Rhamnus*», антрони», переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати, на хроматограмі випробовуваного розчину у нижній третині мають виявлятися дві оранжево-коричневі зони (глюкофрангуліни) і у верхній третині (2-4) червоні зони (франгуліни, зони не завжди чітко розділені, над ними виявляється зона, що відповідає франгула-емодину).

В. До 50 мг здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) додають 25 мл *хлористоводневої кислоти розведеної Р* і нагрівають суміш на водяній бані протягом 15 хв, охолоджують, струшують із 20 мл *ефіру Р*

і відкидають водний шар. Ефірний шар струшують із 10 мл *аміаку розчину розведеного Р1*. Водний шар набуває червонувато-фіолетового забарвлення.

ВИПРОБУВАННЯ

Інші види *Rhamnus*; антрони. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 0.5 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) додають 5 мл *етанолу (70 %, об/об) Р*, нагрівають до кипіння, охолоджують і центрифугують. Надосадовий розчин відразу декантують і використовують його протягом наступних 30 хв.

Розчин порівняння. 20 мг *барбалоїну Р* розчиняють в *етанолі (70 %, об/об) Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Пластинки: ТШХ пластинки із шаром силікагелю Р (2 пластинки).

Рухома фаза: вода Р - метанол Р - етилацетат Р (13:17:100).

А. *Об'єм проб*: 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі протягом 5 хв.

Виявлення: обприскують розчином 50 г/л *калію гідроксиду Р* в *етанолі (50 %, об/об) Р*, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 15 хв і переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння у центральній частині має виявлятися коричнево-жовта зона, відповідна барбалоїну. На хроматограмі випробовуваного розчину не мають виявлятися зони інтенсивної жовтої флуоресценції та зона оранжевої або червонуватої флуоресценції на рівні зони барбалоїну на хроматограмі розчину порівняння.

В. *Об'єм проб*: 10 мкл випробовуваного розчину, смугою.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі протягом 5 хв.

Виявлення: відразу обприскують розчином 5 г/л *нітротетразолієвого синього Р* у *метанолі Р* і відразу переглядають.

Результати: на хроматограмі не мають виявлятися фіолетові або сірувато-сині зони.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 1 %.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 10.0 % 1.000 г здрібненої на порошок сировини

Кульбаби лікарської корені

(355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С протягом 2 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 6.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Випробовування проводять у захищеному від яскравого світла місці.

У попередньо зважену круглодонну колбу із притертою скляною пробкою зважують 0.250 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12). У колбу додають 25.0 мл розчину 70 % (об/об) метанолу *P*; перемішують, зважують, нагрівають у водяній бані зі зворотним холодильником протягом 15 хв, охолоджують, зважують і доводять розчином 70 % (об/об) метанолу *P* до вихідної маси та фільтрують. 5.0 мл одержаного фільтрату переносять у ділильну лійку, додають 50 мл води і⁵ і 0.1 мл хлористоводневої кислоти *P*, струшують із 5 порціями, по 20 мл кожна, петролейного ефіру *P*, витримують до розшарування та переносять водний шар у мірну колбу місткістю 100 мл. Ефірні шари об'єднують і промивають 2 порціями, по 15 мл кожна, води *P*. Промивну рідину використовують для промивання ділильної лійки та додають до водного розчину у мірну колбу. Додають

5 мл розчину 50 г/л натрію карбонату *P*, доводять об'єм розчину водою *P* до 100.0 мл. Шар петролейного ефіру відкидають. 40.0 мл водного розчину переносять у круглодонну колбу із притертою скляною пробкою місткістю 200 мл, додають 20 мл розчину 200 г/л заліза(III) хлориду *P* і нагрівають зі зворотним холодильником у водяній бані із рівнем води вищим за рівень рідини у колбі протягом 20 хв. Додають 2 мл хлористоводневої кислоти *P* і продовжують нагрівати протягом ще 20 хв при енергійному струшуванні до розчинення осаду. Одержану суміш охолоджують, переносять у ділильну лійку та струшують із 3 порціями, по 25 мл кожна, ефіру *P*, що попередньо використаний для промивання круглодонної колби. Ефірні витяги об'єднують і промивають 2 порціями, по 15 мл кожна, води *P*. Ефірний шар переносять у мірну колбу та доводять ефіром *P* до об'єму 100.0 мл.

20.0 мл розчину обережно упарюють насухо та розчиняють залишок у 10.0 мл розчину 5 г/л магнію ацетату *P* у метанолі *P*.

Оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину вимірюють за довжини хвилі 515 нм, використовуючи метанол *P* як компенсаційну рідину.

Вміст глюкофрангулінів, у відсотках, у перерахунку на глюкофрангулін А, обчислюють за формулою:

Використовують питомий показник поглинання глюкофрангуліну А, що дорівнює 204.

N

Допускається використання сировини із таким нормуванням.

Вміст: не менше 6.0 % глюкофрангулінів, у перерахунку на глюкофрангулін А (C₂₇H₃₀O₁₄; М.м. 578.5) і суху сировину.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 1 % шматочків кори, вкритих кущистими лишайниками; не більше 1 % шматочків кори із залишками деревини; не більше 3 % шматочків кори завтовшки понад 2 мм; не більше 1 % сторонніх часток, у тому числі не більше 0.5 % домішок мінерального походження.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 15.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

РЕВІНЬ

Rhei radix

RHUBARB

Сировина складається із цілих або різаних, висушених підземних частин *Rheum palmatum* L. або *Rheum officinale* Baillon, або гібридів цих двох видів, або їх суміші. Підземні частини часто відокремлені; стебло та більшість кори з корінцями вилучені.

Вміст: не менше 2.2 % гідроксиантраценових похідних, у перерахунку на реїн ($C_{15}H_{10}O_6$; *Мм.* 284.2) і суху сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має характерний, духм'яний запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

A. Зовнішній вигляд різноманітний: дископодібні шматочки до 10 см у діаметрі та від 1 см до 5 см завтовшки; циліндричні шматочки; овальні або плоско-опуклі шматочки. Поверхня має рожевуватий відтінок і звичайно покрита шаром коричнювато-жовтого порошку; виявляється, особливо після зволоження, сіточка темніших ліній. Ця структура спричинює крапчастий (мармуровий) зовнішній вигляд сировини. Злам зернистий. На поперечному зрізі кореневища виявляється вузька зовнішня зона радіальних коричнювато-червоних ліній. Ці серцевинні промені перехрещуються перпендикулярно з темним камбіальним кільцем. В середині цієї зони наявне кільце дрібних зірчато- крапчастих аномальних провідних пучків. Корінь виявляє більш радіальну структуру.

B. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок від оранжевого до коричнювато-жовтого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури: крупні друзи кальцію оксалату, розмір яких досягає понад 100 мкм, і їх фрагменти; сітчасто потовщені нездерев'янілі судини розміром до 175 мкм. Численні групи округлих або багатокутних паренхімних тонкостінних клітин. Склерейди та волокна відсутні. Переглядають під мікроскопом, використовуючи розчин 50 % (об/об) *гліцерину Р*. У порошок виявляються прості, округлі або складні (від 2 до 4 компонентів) крохмальні зерна із зірчастим центром крохмалеутворення.

C. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 50 мг здрібненої на порошок сировини (*ІЩ* (2.9.12) нагрівають у водяній бані із сумішшю 1 мл *хлористоводневої кислоти Р* та 30 мл *води Р* протягом 15 хв, охолоджують і струшують рідину з 25 мл *ефіру Р*. Ефірний шар сушать над *натрію сульфатом безводним Р*, фільтрують і упарюють насухо. Залишок розчиняють у 0.5 мл *ефіру Р*.

Розчин порівняння. 5 мг *емодину Р* розчиняють у 5 мл *ефіру Р*.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром *силікагелю Р*.

Рухома фаза: *мурашина кислота безводна Р* - *етил-ацетат Р*- *петролейний ефір Р* (1:25:75).

Об'єм проб: 20 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення А: переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати А: на хроматограмі розчину порівняння у центральній частині виявляється оранжева флуоресціююча зона (емодин). На хроматограмі випро

бовуваного розчину виявляються: зона, відповідна емодину; над зоною емодину — дві зони однакової флуоресценції (фісціон і хризофанол, у порядку зростання R_f); нижче зони емодину — також дві зони однакової флуоресценції (реїн та алое-емодин, у порядку зменшення R_f).

Виявлення В: обприскують розчином 100 г/л калію гідроксиду P у метанолі P .

Результати В: усі зони змінюють забарвлення з червоного на фіолетове.

А. До 50 мг здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) додають 25 мл хлористоводневої кислоти розведеної P , нагрівають суміш на водяній бані протягом 15 хв, охолоджують, струшують із 20 мл ефіру P і відкидають водний шар. Ефірний шар струшують із 10 мл аміаку розчину розведеного PI . Водний шар змінює забарвлення з червоного на фіолетове.

ВИПРОБУВАННЯ

Rheum raponticum. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 0.2 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) додають 2 мл метанолу P , кип'ятять зі зворотним холодильником протягом 5 хв, охолоджують і фільтрують. Фільтрат використовують як випробовуваний розчин.

Розчин порівняння. 10 мг рапонтицину P розчиняють у 10 мл метанолу P .

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю GP .

Рухома фаза: метанол P - метиленхлорид P (20:80).

Об'єм проб: 20 мкл, смугами 20 мм х 3 мм.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 12 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують фосфорномолібденової кислоти розчином P .

Результати: на хроматограмі випробовуваного розчину не має виявлятися синя зона біля лінії старту (рапонтицин), відповідна зоні на хроматограмі розчину порівняння.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 12.0%. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 12.0 %.

Зола, не розчинна в хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 2.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять у захищеному від яскравого світла місці.

0.100 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) поміщають у колбу місткістю 100 мл, додають 30.0 мл води P , перемішують і зважують, нагрівають у водяній бані зі зворотним холодильником протягом 15 хв. Охолоджують, додають 50 мг натрію гідрокарбонату P , зважують і доводять водою P до початкової маси. Центрифугують, 10.0 мл рідини переносять у круглодонну колбу зі шліфом місткістю 100 мл, додають 20 мл заліза (III) хлориду розчину PI , перемішують, нагрівають на водяній бані зі зворотним холодильником протягом 20 хв, додають 1 мл хлористоводневої кислоти P , потім нагрівають протягом 20 хв, постійно струшуючи. Охолоджують, переносять у ділільну лійку і струшують із трьома порціями, по 25 мл кожна, ефіру P , яким попередньо обполіскують колбу. Ефірні витяги об'єднують, промивають двома порціями, по 15 мл кожна, води P , ефірні витяги фільтрують крізь тампон із вати у мірну колбу та доводять об'єм розчину ефіром P до 100.0 мл. 10.0 мл одержаного розчину обережно упарюють насухо на водяній бані, залишок розчиняють у 10.0 мл розчину 5 г/л магнію ацетату P у метанолі P . Вимірюють оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину за довжини хвилі 515 нм, використовуючи метанол P як компенсаційну рідину.

Вміст реїну, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A \times 0.64}{m},$$

де:

A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 515 нм, m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання реїну, що дорівнює 468, розрахований на основі питомого показника поглинання барбалоїну.

