

АРНІКИ КВІТКИ

Amicae flos

ARNICA FLOWER

Цілі або частково поламані, висушені квітучі кошики *Arnica montana* L.

Вміст: не менше 0.40 % м/м суми сесквітерпенових лактонів, у перерахунку на дигідрогеленаліну тиглат і суху сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має ароматний запах.

Розкритий кошик досягає близько 20 мм у діаметрі та близько 15 мм у глибину, має ніжку (2-3) см завдовжки. Обгортка складається із (18-24) видовже- но-ланцетних приквітків із загостреними верхівками, розташованих у (1-2) ряди: приквітків близько (8-10) мм завдовжки, зелені із жовтаво-зеленими зовнішніми волосками, що видимі під лупою. Ложе кошика близько 6 мм у діаметрі, опукле, стільни- кувате та вкрите волосками. Вздовж його периферії розташовані близько 20 несправжньоязичкових квіток (20-30) мм завдовжки; диск ложа несе велику кількість трубчастих квіток близько 15 мм завдовжки. Зав'язь (4-8) мм завдовжки, увінчана чубком із білуватих волосків (4-8 мм) завдовжки. Можуть бути наявними декілька коричневих сім'янок із чубком або без нього

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

A. Обгортка складається із видовжено-овальних приквітків із загостреними верхівками та війчастим краєм. Несправжньоязичкова квітка має чашечку, редуковану на чубок із тонких, блискучих, білуватих, шорстких волосків. Оранжево-жовтий віночок має (7-10) паралельних жилок і закінчується 3 невеликими лопатями. Тичинки недорозвинені, із вільними пиляками. Вузька коричнева зав'язь несе приймочку, розділену на 2 лопаті, спрямовані назовні. Трубчаста квітка актиноморфна. Зав'язь і чашечка такі самі, як і у несправжньоязичкових квіток. Короткий віночок має 5 відхилених трикутних лопатей; 5 фертильних тичинок зі склеєними пиляками.

B. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Розділяють кошик на окремі частини. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. Виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1391.-1): епідерма приквітків обгортки [L, M, O, Q] із продиговими апаратами [Lb, Oa, Qa] та волосками, більш численними на зовнішній (абаксі-

альній) поверхні. Трапляються декілька різних типів волосків: однорядні, багатоклітинні покривні волоски, довжина яких варіює від 50 мкм до 500 мкм, особливо численні вони вздовж країв приквітків, цілі [La] або фрагментовані [P]; ефіроолійні залозки із дворядно розташованими клітинами ніжки та голівки, близько 300 мкм завдовжки, численні на зовнішній поверхні приквітка [Qb]; залозисті головчасті волоски із багатоклітинною ніжкою та багатоклітинною кулястою голівкою, близько 80 мкм завдовжки, численні на внутрішній поверхні приквітка (вигляд зверху [Ob] або збоку [Ma]). Епідерма віночків [C, G, H, J] несправжньоязичкових квіток складається із сосочкоподібних або видовжених основних клітин, вкритих штрихуватою кутикулою [Ga], незначної кількості продигових апаратів і волосків різних типів: покривні волоски дуже загострені на кінцях, довжина їх може перевищувати 500 мкм, складаються вони із (1-3) проксимальних товстостінних і (2-4) дистальних тонкостінних [C, Hb] клітин; ефіроолійні залозки із дворядними багатоклітинними голівками (вигляд зверху [Gb] або збоку [Ja]); залозисті волоски із багатоклітинними ніжками та багатоклітинними кулястими голівками [K]. На кінчиках язичків заокруглені сосочко- подібні клітини [Na]. Фрагменти епідерми зав'язі [A, B, D], вкриті 2 типами волосків: ефіроолійними залозками із короткими ніжками та багатоклітинними кулястими голівками (вигляд зверху [Aa] або збоку [Da]); здвосними покривними волосками, що, звичайно, складаються із 2 подовжньо з'єднаних клітин із дрібно крапчастими оболонками (вигляд зверху [Ab] або збоку [Ba]); їх кінці гострі та, звичайно, роздвоєні. Епідерма чашечки складається із видовжених клітин, вкритих короткими, одноклітинними покривними волосками, які на верхівці закінчуються щетинкою [E]. Пилкові зерна близько 30 мкм у діаметрі, округлі, із шипуватою екзиною та 3 проростковими порами [F, N],

C. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні *Calendula officinalis* L. — *Heterotheca inuloides* Cass.

Результати: на хроматограмі випробуваного розчину мають виявлятися: у середній частині - флуоресціююча синя зона, відповідна зоні хлорогенової кислоти на хроматограмі розчину порівняння; над цією зоною - 3 флуоресціюючі жовтаво-коричневі або оранжево-жовті зони; над цими 3 зонами - зеленувато-жовта флуоресціююча зона, відповідна астрагаліну; зона, розташована нижче зони астрагаліну, відповідна ізокверцитрозиду; зона, розташована нижче цієї зони, відповідна лютеолін-7- глюкозиду. Також має виявлятися флуоресціююча зеленувато-синя зона нижче зони кофейної кислоти на хроматограмі розчину порівняння.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5.0 %.

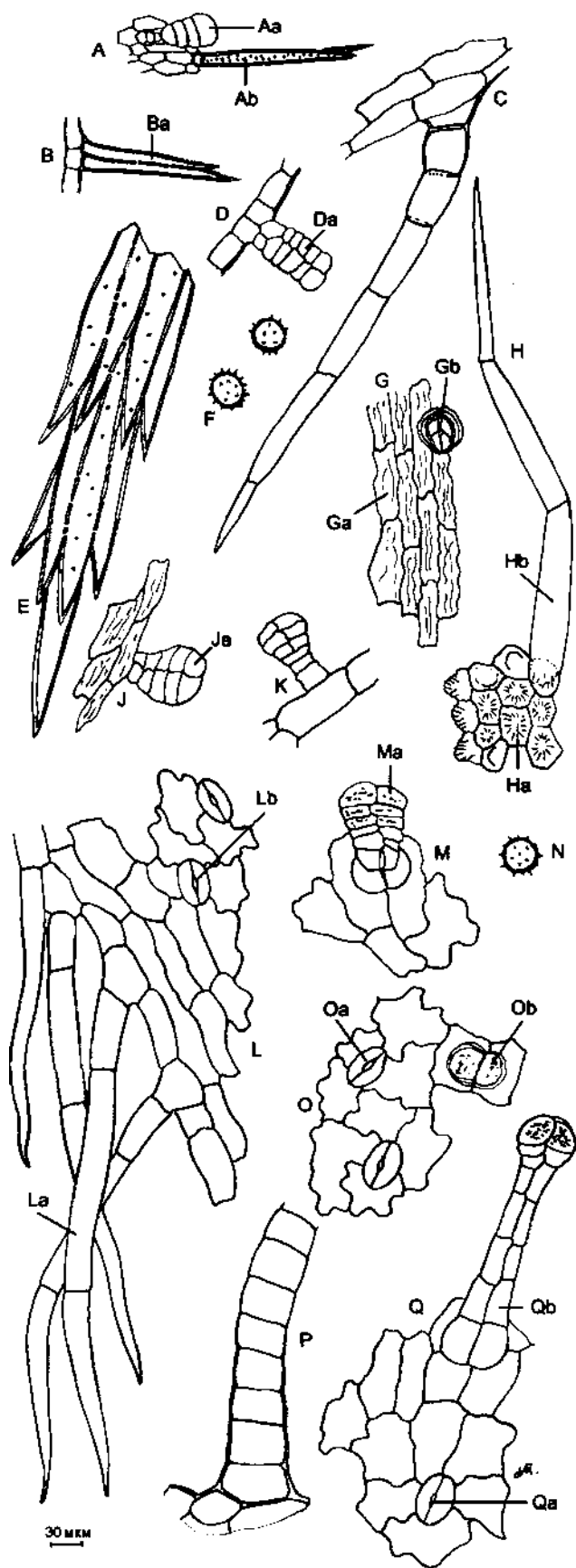


Рисунок 1391.-1. — Діагностичні структури арніки квіток (Ідентифікація В)

Calendula officinalis L. - *Heterotheca inuloides* Cass. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 2.00 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12) додають 10 мл метанолу Р, нагрівають, струшуючи, у водяній бані при температурі 60 °С протягом 5 хв, охолоджують і фільтрують.

Розчин порівняння. 2.0 мг кофейної кислоти Р, 2.0 мг хлорогенової кислоти Р і 5.0 мг рутину Р розчиняють у метанолі Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 30 мл.

Пластика: ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: мурашина кислота безводна Р - вода Р - метилетилкетон Р - етилацетат Р (10:10:30:50).

Об'єм проб: 15 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі протягом кількох хвилин.

Виявлення: обприскують розчином 10 г/л дифенілборної кислоти аміноетилового ефіру Р у метанолі Р, потім розчином 50 г/л макрогону 400Р у метанолі Р, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 5 хв, висушують на повітрі та переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння мають виявлятися: у нижній частині - оранжево-жовта флуоресціююча зона, відповідна рутину; у середній частині — флуоресціююча зона, відповідна хлорогеновій кислоті; у верхній частині — світло-блакитнувата флуоресціююча зона, відповідна кофейній кислоті. На хроматограмі випробовуваного розчину не має виявлятися флуоресціююча оранжево-жовта зона, відповідна зоні рутину на хроматограмі розчину порівняння; не має виявлятися зона нижче цієї зони.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 10.0 %. 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 10.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Рідинна хроматографія (2.2.29)

Розчин внутрішнього стандарту. 0.010 г (точна наважка) ФСЗ сантоніну безпосередньо перед застосуванням розчиняють у 10.0 мл метанолу Р.

Випробовуваний розчин. 1.00 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) помішують у круглодонну колбу місткістю 250 мл, додають 50 мл суміші рівних об'ємів метанолу Р і води Р і нагрівають зі зворотним холодильником у водяній бані при температурі (50-60) °С протягом 30 хв, часто струшуючи; охолоджують і фільтрують крізь паперовий фільтр.

Паперовий фільтр, розрізаний на частини, додають до залишку у круглодонну колбу, додають 50 мл суміші рівних об'ємів метанолу *P* і води *P* і нагрівають зі зворотним холодильником у водяній бані при температурі (50-60) °С протягом 30 хв, часто струшуючи. Повторюють цю процедуру двічі. До об'єднаного фільтрату додають 3.00 мл розчину внутрішнього стандарту та випарюють при зниженому тиску до об'єму 18 мл. Обполіскують круглодонну колбу водою *P* і доводять об'єм змивами до 20.0 мл. Одержаний розчин переносять у хроматографічну колонку близько 0.15 м завдовжки та з внутрішнім діаметром близько 30 мм, що містить 15 г кізельгору для хроматографії *P*, і витримують протягом 20 хв. Елюють за допомогою 200 мл суміші рівних об'ємів етилацетату *P* {метиленхлориду *P*, одержаний елюат упарюють насухо у кругл од онній колбі місткістю 250 мл, одержаний залишок розчиняють у 10.0 мл метанолу *P* і додають 10.0 мл води *P*, 7.0 г алюмінію оксиду нейтрального *P*, струшують протягом 120 с, центрифугують при 5000 *g* протягом 10 хв і фільтрують крізь паперовий фільтр. 10.0 мл одержаного фільтрату упарюють насухо, одержаний залишок розчиняють у 3.0 мл суміші рівних об'ємів метанолу *P* і води *P* і фільтрують.

Колонка:

—розмір: 0.12 м х 4 мм;

—нерухома фаза: силікагель для хроматографії, октадецилсилільний *P* (4 мкм).

Рухома фаза:

—рухома фаза А: вода *P*;

—рухома фаза В: метанол *P*;

Час (хв)	Рухома фаза А (% об/об)	Рухома фаза В (% об/об)
0-3	62	38
3-20	62->55	38->45
20-30	55	45
30-55	55->45	45->55
55-57	45->0	55->100
57-70	0	100
70-90	62	38

Швидкість рухомої фази: 1.2 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 225 нм.

Інжекції: 20 мкл.

Вміст суми сесквітерпенових лактонів, у перерахунку на дигідрогеленаліну тиглат, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{S_{LS} \times C \times V \times 1.187 \times 100}{S_s \times m \times 1000},$$

де:

S_{LS} — площа піків сесквітерпенових лактонів, що виходять після піка сантоніну, на хроматограмі випробовуваного розчину;

S_s — площа піка сантоніну на хроматограмі випробовуваного розчину; m — маса наважки сировини, у грамах;

C — концентрація сантоніну у розчині внутрішнього стандарту, що використовується для приготування випробовуваного розчину, у міліграмах на мілілітр;

V — об'єм розчину внутрішнього стандарту, що використовується для приготування випробовуваного розчину, у мілілітрах;

1.187 — коефіцієнт перерахунку сантоніну на дигідрогеленаліну тиглат.

АРНІКИ НАСТОЙКА

Amicae tinctura

ARNICA TINCTURE

Настойка, одержана із сировини, описаної у статті «Арніки квітки».

Вміст: не менше 0.04 % суми сесквітерпенових лактонів, у перерахунку на дигідрогеленаліну тиглат ($C_{20}H_{26}O_5$; М.м. 346.42).

ВИРОБНИЦТВО

Настойку виготовляють із 1 частини сировини та 10 частин етанолу ((60—70)% (об/об)) підходящим методом.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Рідина жовтаво-коричневого кольору.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні *Calendula officinalis* — *Heterotheca inuloides*.

На хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися:

- у середній частині синя флуоресціююча зона, відповідна зоні хлорогенової кислоти на хроматограмі розчину порівняння;
- над цією зоною 3 флуоресціюючі зони від жовтаво-коричневого до оранжево-жовтого кольору, над цими 3 зонами зеленувато-жовта флуоресціююча зона астрагаліну; безпосередньо нижче зони астрагаліну зона ізокверцитрину; безпосередньо нижче цієї зони зона лютеолін- 7-глюкозиду;
- флуоресціююча зеленувато-синя зона нижче зони кофейної кислоти на хроматограмі розчину порівняння.

ВИПРОБУВАННЯ

Calendula officinalis — *Heterotheca inuloides*. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. Випробовувана настойка.

Розчин порівняння. 2.0 мг кофейної кислоти Р, 2.0 мг хлорогенової кислоти Р і 5.0 мг рутину Р розчиняють у метанолі Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 30.0 мл.

Пластика. ТШХ пластика із шаром силікагелю Р ((5-40) мкм) (або ТШХ пластика із шаром силікагелю Р (2-10) мкм)).

Рухома фаза: мурашина кислота безводна Р - вода Р - метилетилкетон Р - етилацетат Р (10:10:30:50).

Об'єм проб: 30 мкл (або 8 мкл), смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см (або 8 см) від лінії старту.

Висушування: при температурі (80-105) °С.

Виявлення: гарячу пластинку обприскують розчином 10 г/л дифенілборної кислоти аміноетилового ефіру Р у метанолі Р, потім розчином 50 г/л макрогону 400Р у метанолі Р, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 5 хв, висушують на повітрі та переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння у нижній частині має виявлятися оранжево-жовта флуоресцююча зона (рутин), у середній частині має виявлятися флуоресцююча зона хлорогенової кислоти; у верхній частині має виявлятися світло- блакитнувата флуоресцююча зона (кофейна кислота). На хроматограмі випробовуваного розчину не має виявлятися флуоресцююча оранжево-жовта зона, відповідна рутину на хроматограмі розчину порівняння; не має виявлятися зона нижче зони рутину.

Етанол (2.9.10). Кінцева концентрація етанолу має бути не менше 90 % концентрації вихідного екстрагенту.

Метанол і 2-пропанол (2.9.11). Не більше 0.05 % (об/об) метанолу і не більше 0.05 % (об/об) 2-пропанолу.

Сухий залишок (2.8.16). Не менше 1.7 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Рідинна хроматографія (2.2.29).

Розчин внутрішнього стандарту. 0.010 г (точна наважка) ФСЗ сантоніну і 0.02 г бутіл 4-гідроксибензоату Р розчиняють безпосередньо перед використанням у 10.0 мл метанолу Р.

Випробовуваний розчин. 5.00 г настойки поміщають у круглодонну колбу, додають 2.00 мл розчину внут

рішнього стандарту і 3 г алюмінію оксиду безводного Р, струшують протягом 120 с і фільтрують крізь паперовий фільтр. Круглодонну колбу та фільтр обполіскують 5 мл суміші рівних об'ємів метанолу Р і води Р і фільтрують. Одержаний фільтрат упарюють насухо, залишок розчиняють у 2.0 мл суміші вода Р - метанол Р (20:80) і фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор 0.45 мкм).

Розчин порівняння. 0.02 г метил 4-гідроксибензоату Р і 0.02 г етил 4-гідроксибензоату Р розчиняють у метанолі Р і доводять тим самим розчинником до об'єму 10.0 мл.

Колонка:

—розмір: 0.12 м х 4 мм;

—нерухома фаза: силікагель для хроматографії, октадецилсилільний, ендкепований Р(5 мкм);

—температура: 20 °С.

Рухома фаза:

—рухома фаза А: вода Р;

—рухома фаза В: метанол Р;

Час (хв)	Рухома фаза А (% об/об)	Рухома фаза В (% об/об)
0-3	62	38
3-20	62 -> 55	38->45
20-30	55	45
30-55	55->45	45 ->55

Швидкість рухомої фази: 1.2мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 225 нм.

Інжекції: 20 мкл.

Відносне утримування до сантоніну (час утримування сантоніну — близько 9.5 хв): бутіл 4-гідрокси- бензоату — близько 4.6.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

—ступінь розділення', не менше 5 між піками метил 4-гідроксибензоату й етил 4-гідроксибензоату.

Вміст суми сесквітерпенових лактонів, у перерахунку на дигідрогеленаліну тиглат, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{F_1 \times C \times V \times 1.187}{F_2 \times m \times 10}$$

де:

F_1 — площа всіх піків, що виявляються між піками сантоніну та бутіл 4-гідроксибензоату на хроматограмі випробовуваного розчину;

F_2 — площа піка сантоніну на хроматограмі випробовуваного розчину;

m — маса наважки настойки, у грамах;

C — концентрація сантоніну у розчині внутрішнього стандарту, використаного для приготування випробовуваного розчину, у міліграмах на мілілітр;

- V — об'єм розчину внутрішнього стандарту, використаного для приготування випробовуваного розчину, у мілілітрах;
 1.187 — коефіцієнт перерахунку сантоніну на дигідрогеленаліну тиглат.

ВАЛЕРІАНИ КОРЕНІ

Valerianae radix

VALERIAN ROOT

Цілі або фрагментовані, висушені підземні частини *Valeriana officinalis* L. s. l., що включають кореневища, оточені коренями та столонами.

Вміст:

- *ефірна олія*: не менше 4 мл/кг, у перерахунку на суху сировину;
 — *сесквітерпенові кислоти*: не менше 0.17 % (м/м), у перерахунку на валеренову кислоту ($C_{15}H_{22}O_2$; М.м. 234.3,) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Кореневище жовтаво-сірого або блідо-коричнювато-сірого кольору, оберненоконічне або циліндричне, близько 50 мм завдовжки та 30 мм у діаметрі; основа видовжена або стиснута, звичайно повністю вкрита численними коренями. Верхівка звичайно має чашеподібний рубець від надземних частин; зрідка наявні основи стебел. Розрізані вздовж кореневища мають центральну порожнину із поперечними перегородками. Корені численні, майже циліндричні, такого самого кольору, що й кореневища, (1-3) мм у діаметрі та іноді понад 100 мм завдовжки. Від кореневища відходять кілька ниткоподібних ламких додаткових коренів. Злам рівний. Столони мають потовщенні вузли, розділені видовженими борозенчастими міжвузлями, кожне з них завдовжки (20-50) мм, із волокнистим зломом.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок блідо-жовтаво-сірого або блідо-сірувато-коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: клітини, що містять блідо-коричневу смолу або крапельки ефірної олії; групи дрібних, прямокутних склерейд із товстими оболонками і вузькими, борозенчасто розгалуженими порожнинами; зрідка групи крупних тонкостінних склерейд із основ стебел;

$$\frac{D_1 \times m_0 \times P \times 50}{D_0 \times m \times (100 - W)},$$

де:

Д — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 275нм,

здерев'янілі, сітчасто потовщені судини, поодинокі або у дрібних групах; тонкостінні, видовжені клітини із висного шару, деякі із кореневими волосками; зрідка фрагменти корка. Переглядають під мікроскопом, використовуючи розчин 50 % (об/об) гліцерину Р. У порошку виявляються численні крохмальні зерна, переважно із (4-6) компонентів, але зрідка відокремлені та формують прості зерна, округлі або неправильної форми, близько 15 мкм у діаметрі; більшість зерен мають переважно нечіткий або променистий центр крохмалеутворення.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 1 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) суспендують у 10 мл метанолу Р і обробляють ультразвуком протягом 10 хв. Надосадову рідину фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор 0.45 мкм). Фільтрат використовують як випробовуваний розчин.

Розчин порівняння. 5 мг ацетоксивалеренової кислоти Р і 5 мг валеренової кислоти Р розчиняють у 20 мл метанолу Р.

Пластика: ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р ((5-40) мкм) (або ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р (2-10) мкм)).

Рухома фаза: оцтова кислота льодяна Р - етилацетат Р - циклогексан Р (2:38:60).

Об'єм проб\ 20 мкл (або 5 мкл), смугами 10 мм (або 8 мм).

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см (або 6 см) від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують анісового альдегіду розчином Р і нагрівають при температурі (100- 105)°С протягом (5-10) хв: переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмі розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину також можуть виявлятися інші фіолетові зони.

Верхня частина пластинки	
валеренова кислота: фіолетова зона	фіолетова зона (валеренова кислота)
ацетоксивалеренова кислота: фіолетова зона	фіолетова зона (ацетоксивалеренова кислота)
	2 слабі або дуже слабкі фіолетові зони
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5 % основ стебел; не більше 2 % інших сторонніх домішок.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 12.0 %. 1.000 г добре гомогенізованої, 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 5.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія. Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 40.0 г свіжоздріб- неної на порошок сировини (500) (2.9.12), колбу місткістю 2000 мл, 500 мл води Р як дистиляційну рідину та 0.50 мл ксилолу Р у градуйованій трубці. Дистиляцію проводять зі швидкістю (3-4) мл/хв протягом 4 год.

Сесквітерпенові кислоти. Рідинна хроматографія (2.2.29).

Випробовуваний розчин. 1.50 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12) поміщають у круглодонну колбу місткістю 100 мл зі шліфом, додають 20 мл метанолу Р1, перемішують, нагрівають на водяній бані зі зворотним холодильником протягом 30 хв, охолоджують та фільтрують. Фільтр із залишком поміщають у круглодонну колбу місткістю 100 мл, додають 20 мл метанолу Р1, нагрівають на водяній бані зі зворотним холодильником протягом 15 хв, охолоджують і фільтрують. Об'єднують фільтрати та доводять об'єм розчину метанолом Р1 до 50.0 мл, обполіскуючи круглодонну колбу та фільтр.

Розчин порівняння. Кількість ФСЗ валеріани екстракту сухого, що відповідає 1.0 мг валеренової кислоти, розчиняють у метанолі Р1 і доводять тим самим розчинником до 10.0 мл. Обробляють ультразвуком протягом 10 хв, фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор 0.45 мкм).

Колонка:

—розмір: 0.25 м х 4.6 мм;

— нерухома фаза: силікагель для хроматографії, окта- децилсилільний Р (5 мкм).

Рухома фаза:

—рухома фаза А: ацетонітрил Р - розчин 5 г/л фосфорної кислоти Р (20:80),

—рухома фаза В: розчин 5 г/л фосфорної кислоти Р - ацетонітрил Р (20:80);

Час (хв)	Рухома фаза А (% об/об)	Рухома фаза В (% об/об)
0-5	55	45
5-18	55 → 20	45 → 80
1 18-22	20	80

Швидкість рухомої фази: 1.5 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 220 нм.

Інжекції: 20 мкл.

Ідентифікація піків: використовують хроматограму, що надається до ФСЗ валеріани сухого екстракту та хроматограму розчину порівняння для ідентифікації піків ацетоксивалеренової кислоти і валеренової кислоти.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

— відносна утримання до валеренової кислоти (час утримання валеренової кислоти — близько 19 хв): ацетоксивалеренової кислоти — близько 0.5.

Вміст сексвітерпенових кислот, у відсотках, у перерахунку на валеренову кислоту, обчислюють за формулою:

$$\frac{(A_1 + A_2) \times m_2 \times p \times 5}{A_3 \times m_1},$$

де:

A_1 — площа піка ацетоксивалеренової кислоти на хроматограмі випробовуваного розчину,

A_2 — площа піка валеренової кислоти на хроматограмі випробовуваного розчину,

A_3 — площа піка валеренової кислоти на хроматограмі розчину порівняння, m_1 — маса наважки сировини, використаної для приготування випробовуваного розчину, у грамах,

m_2 — маса наважки ФСЗ валеріани екстракту сухого, використаного для приготування розчину порівняння, у грамах, p — вміст валеренової кислоти у ФСЗ валеріани екстракту сухому, у відсотках.

ВАЛЕРІАНИ КОРЕНІ*

Valerianae radix

Цілі, фрагментовані або різані, висушені підземні частини *Valeriana officinalis* L. s.l., що включають кореневища, оточені коренями та столонами.

Вміст:

ціла сировина:

— ефірна олія: не менше 3 мл/кг, у перерахунку на суху сировину;

— сексвітерпенові кислоти: не менше 0.10 % (м/м), у перерахунку на валеренову кислоту ($C_{15}H_{22}O_2$; М.м. 234.3,) і суху сировину;

фрагментована або різана сировина:

— ефірна олія: не менше 2 мл/кг, у перерахунку на суху сировину;

— сексвітерпенові кислоти: не менше 0.07 % (м/м), у перерахунку на валеренову кислоту ($C_{15}H_{22}O_2$; М.м. 234.3,) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Кореневище жовтаво-сірого або світло-коричнювато-сірого кольору, оберненоконічне або циліндричне, близько 50 мм завдовжки та 30 мм у діаметрі; основа видовжена або стиснута, звичайно повністю вкрита численними коренями. Верхівка звичайно має чашеподібний рубець від надземних частин; зрідка наявні основи стебел. Кореневища у подовженому зрізі мають центральну порожнину із поперечними перегородками. Корені численні, майже циліндричні, такого самого кольору, що й кореневища, (1-3) мм у діаметрі та іноді більше 100 мм завдовжки. Від кореневища відходять кілька ниткоподібних ламких додаткових коренів. Злам рівний. Столони мають потовщені вузли, розділені видовженими борозенчастими міжвузлями, кожне з них завдовжки (20-50) мм, із волокнистим зломом.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок блідо-жовтаво-сірого або блідо-сірувато-коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури: клітини, що містять блідо-коричневу смолу або крапельки ефірної олії; групи дрібних, прямокутних склерейд із товстими оболонками і вузькими, борозенчасто розгалуженими порожнинами; зрідка групи крупних тонкостінних склерейд із основ стебел; здерев'янілі, сітчасто потовщені судини, поодинокі або у дрібних групах; тонкостінні, видовжені клітини із всисного шару, деякі із кореневими волосками; зрідка фрагменти корка. Переглядають під мікроскопом, використовуючи розчин 50 % (об/об) *гліцерину Р*. У порошок виявляються численні крохмальні зерна, переважно із (4-6) компонентів, але зрідка відокремлені та формують прості зерна, округлі або неправильної форми, близько 15 мкм у діаметрі; більшість зерен мають переважно нечіткий або променистий центр крохмалеутворення.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 1 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) суспендують у 10 мл *метанолу Р* і обробляють ультразвуком протягом 10 хв. Надсадову рідину фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор 0.45 мкм). Фільтрат використовують як випробовуваний розчин.

Розчин порівняння. До вмісту ампули *ФСЗДФУ валеріани екстракту* для ідентифікації додають 0.2 мл *метанолу Р*, ретельно перемішують та обробляють ультразвуком протягом 5 хв.

Пластика: ТШХ пластика із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: оцтова кислота льодяна Р - етилацетат Р - циклогексан Р(2:38:60).

Об'єм проб: 20 мкл, смугами 10 мм.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують *анісового альдегіду розчином Р* і нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв: переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмі розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину також можуть виявлятися інші слабкі фіолетові зони.

Верхня частина пластинки	
валеренова кислота: основна фіолетова зона	фіолетова зона (валеренова кислота)
ацетоксивалеренова кислота: основна фіолетова зона	фіолетова зона (ацетоксивалеренова кислота)
2 слабкі або дуже слабкі фіолетові зони	2 слабкі або дуже слабкі фіолетові зони
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5 % сторонніх органів рослини (залишків стебел і листків, у тому числі відділених при аналізі), а також старих відмерлих кореневищ; не більше 5 % сторонніх часток, у тому числі не більше 3 % домішок мінерального походження.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 15.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 14.0 %.

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 5.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія. Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 40.0 г свіжоздріб- неної на порошок сировини (500) (2.9.12), колбу місткістю 2000 мл, 500 мл *води Р* як дистиляційну рідину та 0.50 мл *кислоту Р* у градуйованій трубці. Дистиляцію проводять зі швидкістю (3-4)мл/хв протягом 4 год.

При визначенні вмісту ефірної олії допускається ви- користання аналогічних приладів із ціною поділки 0.02 мл.

Сесквітерпенові кислоти. Рідинна хроматографія (2.2.29).

Випробовуваний розчин. 1.50г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12) поміщають у круглодонну колбу місткістю 100 мл зі шліфом, додають 20 мл *метанолу Р1*, перемішують, нагрівають на водяній бані зі зворотним холодильником протягом 30 хв, охолоджують та фільтрують. Фільтр із залишком поміщають у круглодонну колбу місткістю 100 мл, додають 20 мл *метанолу Р1*, нагрівають на водяній бані зі зворотним холодильником протягом 15 хв, охолоджують і фільтрують. Об'єднують фільтрати та доводять об'єм розчину *метанолом Р1* до 50.0 мл, обполіскуючи круглодонну колбу та фільтр.

Розчин порівняння. Розчин готують безпосередньо перед використанням, захищаючи від яскравого світла.

30 мг *ФСЗДФУ дантрон* розчиняють у *метанолі Р1* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100.0 мл. 5.0 мл розчину доводять *метанолом Р1* до об'єму 50.0 мл.

Колонка:

—*розмір:* 0.25 м x 4.6 мм;

—*нерухома фаза:* силікагель для хроматографії, окта- децилсилільний Р (5 мкм).

Рухома фаза:

—*рухома фаза А:* ацетонітрил Р - розчин 5 г/л фосфорної кислоти Р (20:80);

—*рухома фаза В:* розчин 5 г/л фосфорної кислоти Р-

ацетонітрил Р(20:80).

Час (хв)	Рухома фаза А (% об/об)	Рухома фаза В (% об/об)
0-5	55	45
5-18	55 -> 20	45->80
18-20	20	80
20-22	20 -> 55	80->45

Швидкість рухомої фази: 1.5 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 220 нм.

Інжекції: 20 мкл.

Придатність хроматографічної системи:

—*відносні утримування* до дантрон: ацетоксивале- ренової кислоти — близько 0.7, валеренової кис- лоти— близько 1.2.

Вміст ацетоксивалеренової кислоти, у відсотках, обчислюють за формулою:

де:

A_1 — площа піка дантроні на хроматограмі розчину порівняння,

A_2 — площа піка ацетоксивалеренової кислоти на хроматограмі випробовуваного розчину,

A_3 — площа піка валеренової кислоти на хроматограмі випробовуваного розчину, m_1 — маса наважки ФСЗ ДФУ дантроні, використаного для приготування розчину порівняння, у грамах,

m_2 — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Випробування, що рекомендується.

Екстрактивні речовини. Не менше 25 %.

1 г (точна наважка) здрібненої на порошок сировини (250) (2.9.12) поміщають у конічну колбу, додають 50 мл етанолу (70 % , об/об) Р, закривають колбу пробкою, зважують (із похибкою ± 0.01 г), витримують протягом 1 год, кип'ятять зі зворотним холодильником протягом 2 год і охолоджують. Колбу закривають тією самою пробкою, зважують, доводять етанолом (70%, об/об) Р до початкової маси, перемішують і фільтрують. 25 мл одержаного фільтрату упарюють на водяній бані насухота сушать при температурі (100-105) °С до постійної маси.

Вміст екстрактивних речовин, у відсотках, у перерахунку на суху сировину, обчислюють за формулою:

$$m \times 200 \times 100$$

$$m_x \times (100 - W),$$

де:

m — маса сухого залишку, у грамах,

m_x — маса наважки сировини, у грамах,

W — втрата в масі при висушуванні, у відсотках.

ГВОЗДИКА

Caryophylli flos

CLOVE

Цілі квіткові пуп'янки *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. et L.M. Perry (син. *Eugenia caryophyllus* (Spreng.) Bullock et S.G.Harrison), висушені до червонувато-коричневого кольору.

Вміст не менше 150 мл/кг ефірної олії.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має характерний ароматний запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Квітковий пуп'янок червонувато-коричневого кольору, складається із фрагмента квітконіжки чотиригранної форми, гіпантію (10 -12) мм завдовжки та (2-3) мм у діаметрі, увінчаного чотирма лопатями чашолистків, які розходяться і оточують кулясту голівку (4 - 6) мм у діаметрі. Двогнізда зав'язь містить численні насінні зачатки, розташовані у верхній частині гіпантію. Голівка куляста, куполоподібна, утворена чотирма пелюстками, що черепичасто перекриваються, містить численні зігнуті тичинки та короткий прямий стовпчик із дископодібним нектарником біля основи. При надавлюванні гіпантію нігтем виділяється ефірна олія.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок темно-коричневого кольору, має запах і смак цілої сировини. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: фрагменти гіпантію, представлені епідермою та паренхімою, розташованою нижче, із великими ефіроолійними вмістищами; поодинокі або розташовані невеликими групами короткі волокна із потовщеними здерев'янілими оболонками та нечисленними порами; численні фрагменти паренхіми із друзами кальцію оксалату; численні трикутні пилкові зерна близько 15 мкм у діаметрі, із трьома порами в кутах. Крохмальні зерна відсутні.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.1г здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) струшують із 2 мл *метиленхлориду Р* протягом 15 хв, фільтрують і фільтрат обережно упарюють насухо на водяній бані. Одержаний залишок розчиняють у 2 мл *толуолу Р*.

Розчин порівняння. 20 мкл евгенолу *Р* розчиняють у 2 мл *толуолу Р*.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю GF₂₅₄*Р*.

Рухома фаза: *толуол Р*.

Об'єм проб: 10 мкл розчину порівняння та 20 мкл випробовуваного розчину, смугами 20 x 3 мм.

Відстань, що має пройти рухома фаза: у ненасиченій камері двічі по 10 см від лінії старту; пластинку витримують за межами камери протягом 5 хв між двома пробігами.

Висушування: на повітрі.

Виявлення А: переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 254 нм і визначають зони поглинання.

Результати А: у середній частині хроматограми випробовуваного розчину має виявлятися зона поглинання евгенолу, розташована на рівні зони поглинання на хроматограмі розчину порівняння та може бути наявна й слаба зона поглинання відповідна ацетилевгенолу, розташована нижче зони евгенолу.

Виявлення В: обприскують *анісового альдегіду розчином Р*, використовуючи 10 мл розчину на пластинку площею 200 мм² і переглядають при денному світлі після нагрівання при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв.

Результати В: на хроматограмах випробовуваного розчину та розчину порівняння має виявлятися зона насиченого коричнювато-фіолетового кольору, відповідна евгенолу. На хроматограмі випробовуваного розчину зона, відповідна ацетилевгенолу, набуває слабого фіолетово-синього кольору. На хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися й інші забарвлені зони, зокрема, слаба червона зона у нижній частині хроматограми та червонувато-фіолетова зона, відповідна каріофілену, у верхній частині хроматограми.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 6 % квітконіжок, черешків і плодів, не більше 2 % пошкоджених гвоздик; не більше 0.5 % інших сторонніх домішок.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 7.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять, як зазначено у статті (2.8.12), використовують колбу місткістю 250 мл, 100 мл *води Р* як дистиляційну рідину та 0.50 мл *кислоту Р* у градуйованій трубці. 5.0 г сировини розтирають із 5.0 г *діатоміту Р* до дрібного, гомогенного порошку та відразу проводять визначення, використовуючи 4.0 г суміші. Переганяють зі швидкістю (2.5- 3.5) мл/хв протягом 2 год.

ГВОЗДИЧНА ОЛІЯ

Caryophylli floris aetheroleum

CLOVE OIL

Ефірна олія, одержана з висушених квіткових пуп'янків *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. et L.M. Perry (син. *Eugenia caryophyllus* (Spreng.) Bullock, et S.G. Harrisson) методом перегонки з водяною парою.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Прозора рідина жовтого кольору, що під впливом повітря стає коричневою.

Розчинність. Змішується з метиленхлоридом Р, толуолом Р і жирними оліями.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Перша ідентифікація: В.

Друга ідентифікація: А.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 20 мкл субстанції розчиняють у 2.0 мл толуолу Р.

Розчин порівняння. 15 мкл евгенолу Р\ 15 *уні* ацетилевгенолу Р розчиняють у 2.0 мл толуолу Р.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р₂₅₄Р.

Рухома фаза: толуол Р.

Об'єм проб: 20 мкл випробовуваного розчину та 15 мкл розчину порівняння, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: у ненасиченій камері двічі по 10 см від лінії старту; пластинку витримують за межами камери протягом 5 хв між двома пробігами.

Висушування: на повітрі.

Виявлення А: переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 254 нм і визначають зони поглинання.

Результати А: у середній частині хроматограми випробовуваного розчину має виявлятися зона поглинання (евгенол), розташована на рівні зони поглинання на хроматограмі розчину порівняння; може бути наявна й слаба зона поглинання (ацетилевгенол) на рівні зони ацетилевгенолу на хроматограмі розчину порівняння.

Виявлення В: обприскують анісового альдегіду розчином Р і переглядають при денному світлі при нагріванні при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв.

Результати В: на хроматограмах випробовуваного розчину та розчину порівняння має виявлятися зона насиченого коричнювато-фіолетового кольору, відповідна евгенолу. На хроматограмі випробовуваного розчину має виявлятися зона, відповідна ацетилевгенолу, слабого фіолетово-синього кольору. На хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися інші забарвлені зони, зокрема слаба червона зона у нижній частині та червонувато-фіолетова зона (р-каріофілен) у верхній частині.

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні на хроматографічний профіль.

Результати: часи утримування трьох основних піків на хроматограмі випробовуваного розчину мають співпадати із часами утримування трьох основних піків на хроматограмі розчину порівняння.

ВИПРОБУВАННЯ

Відносна густина (2.2.5). Від 1.030 до 1.063.

Показник заломлення (2.2.6). Від 1.528 до 1.537.

Оптичне обертання (2.2.7). Від 0° до —2°.

Жирні олії й осмолювані ефірні олії (2.8.7). Субстанція має витримувати випробування на жирні олії й осмолювані ефірні олії.

Розчинність у спирті (2.8.10). 1.0 мл субстанції має розчинятися у 2.0 мл або більше етанолу (70 %, об/об) Р.

Хроматографічний профіль. Газова хроматографія (2.2.28): метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. 0.2 г субстанції розчиняють у 10 г гексану Р.

Розчин порівняння. 1 мг β -каріофілену Р, 80 мг евгенолу Р і 4 мг ацетилевгенолу Р розчиняють у 10 г гексану Р.

Колонка:

— матеріал: кварц,

— розмір: 60 м x 0.25 мм,

— нерухома фаза: макрогол 20000 Р.

Газ-носії: гелій для хроматографії Р.

Лінійна швидкість газу-носія: 1.5 мл/хв.

Поділ потоку: 1:100.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-8	60
	8-48	60 180
	48-53	180
Блок вводу проб		270
Детектор		270

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 1.0 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння. Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

— *ступінь розділення:* не менше 1.5 між піками евгенолу та ацетилевгенолу;

— *число теоретичних тарілок:* не менше 30000, розраховане для піка р-каріофілену при температурі 110 °C.

Ідентифікація компонентів: використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння, визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину.

Визначають вміст кожного із цих компонентів.

Вміст компонентів, у відсотках, має знаходитися у таких межах:

— *р-каріофілен:* від 5.0 % до 14.0 %,

— *евгенол:* від 75.0 % до 88.0 %,

— *ацетилевгенол:* від 4.0 % до 15.0 %.

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від нагрівання місці.

— проазулені, у перерахунку на хамазулен ($C_{14}H_{16}$; М.м. 184.3): не менше 0.02 %, у перерахунку на суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Листки зеленого або сірувато-зеленого кольору, слабо опушені на верхній поверхні та сильно опушені на нижній поверхні, двічі- та тричіперисто- розсічені на лінійні сегменти, із тонко загостреною білуватою верхівкою. Кошики зібрані у щиток на верхівці погони. Кожний кошик (3-5) мм у діаметрі, складається із ложа, звичайно із (4-5) несправжньоязичкових крайових квіток і (3-20) трубчастих серединних квіток. Обгортка складається із розташованих 3 рядами черепичастих, ланцетоподібних, опушених зелених приквітків із коричнюватим або білуватим плівчастим краєм. Ложе кошика дещо опукле та у пазухах лусок має несправжньоязичкові крайові квітки із трилопатеvim білуватим або червонуватим відгином і трубчасті серединні квітки із радіальним, п'ятилопатеvim, жовтавим або світло-коричнюватим віночком. Стебла опушені, зелені, частково коричневі або фіолетові, подовжньо борозенчасті, завтовшки до 3 мм, зі світлою серцевиною.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок зеленого або сіруватого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1382.-1): фрагменти епідерми стебла (вигляд зверху [К]), із клітин із гладенькою кутикулою та продихових апаратів аномоцитного типу (2.8.3); фрагменти епідерми листка та приквітка (вигляд зверху [В]) із клітин зі звивистими, нерівномірно потовщеними оболонками, тонко смугастою кутикулою та продихових апаратів аномоцитного типу (2.8.3); дуже рідко ефіроолійні залозки з короткою ніжкою та голівкою із 2 рядів по (3-5) клітин, оточених пухиреподібною кутикулою [Н]; однорядні, цілі або фрагментовані покривні волоски [А] із (4-6) дрібних, більш або менш ізодіаметричних клітин біля основи та товстостінної, часто дещо звивистої кінцевої клітини близько від 400 мкм до понад 1000 мкм завдовжки; фрагменти відгинів несправжньоязичкового віночка із сосочкоподібними клітинами епідерми [D]; фрагменти трубочок віночка із клітин зі звивистими оболонками, вкритих тонко смугастою кутикулою (вигляд зверху [F]); дрібноклітинна паренхіма трубочок віночка, що містить друзи кальцію оксалату [E]; групи здерев'янілих і пористих клітин приквітків [G]; кулясті пилкові зерна, близько 30 мкм у діаметрі, із 3 проростковими порами та шипуватою екзиною [C]; групи склеренхімних волокон і дрібних судин зі спіральним або кільчастим потовщенням із стебла [J],

ДЕРЕВ'Й

Millefolii herba

YARROW

Цілі або різані, висушені квітучі верхівки *Achillea millefolium* L.

Вміст:

— *ефірна олія*: не менше 2 мл/кг, у перерахунку на суху сировину;

С. До 2.0 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12) додають 25 мл *етилацетату Р*, струшують

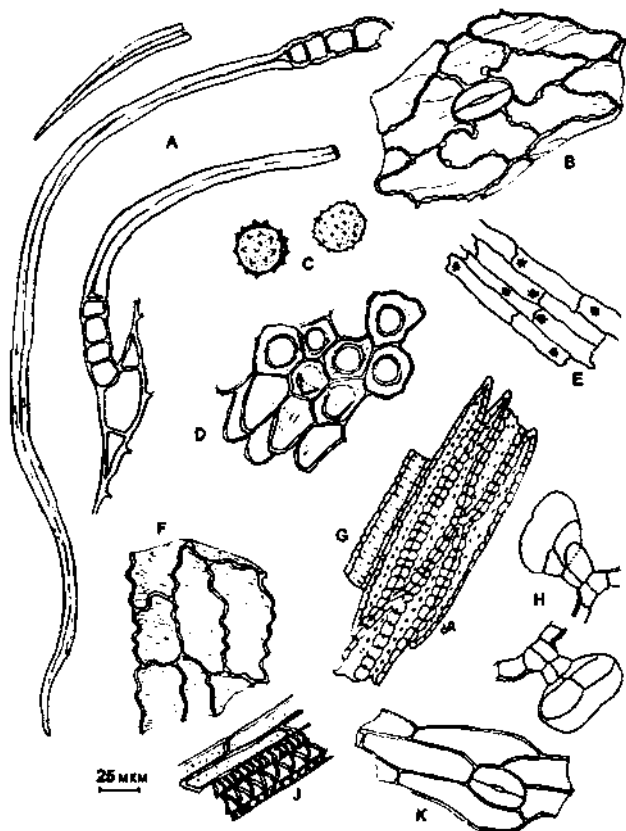


Рисунок 1382.-1. Діагностичні структури деревію
(Ідентифікація В)

протягом 5 хв, фільтрують і упарюють насухо на водяній бані. Одержаний залишок розчиняють у 0.5 мл *толуолу Р* (розчин А). До 0.1 мл розчину А додають 2.5 мл *диметиламінобензальдегідурозчину Р8*, нагрівають на водяній бані протягом 2 хв і охолоджують. До одержаного розчину додають 5 мл *петролейного ефіру Рі* енергійно струшують; водний шар має синє або зеленувато-синє забарвлення.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. Використовують розчин А, приготований для ідентифікації С.

Розчин порівняння. 10 мг *цинеолу Р* і 10 мг *гвайазулену Р* розчиняють у 20 мл *толуолу Р*.

Пластика: ТШХ пластинка із шаром *силікагелю Р*.

Рухома фаза: *етилацетат Р* - *толуол Р* (5:95).

Об'єм проб: 20 мкл, смугами.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують *анісового альдегіду розчином Р*, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв і переглядають при денному світлі.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння мають виявлятися: у верхній частині — червона зона (*гвайазулен*), у середній частині — синя

або сірувато-синя зона (*цинеол*). На хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися: фіолетова зона - дещо вище зони *гвайазулену* на хроматограмі розчину порівняння; нижче цієї зони — червонувато-фіолетова зона; нижче — одна або дві нечітко розділені зони сірувато-фіолетового або сіруватого кольору (що через кілька годин змінюють колір до зеленувато-сірого); червонувато-фіолетова зона — дещо вище зони *цинеолу* на хроматограмі розчину порівняння. Можуть виявлятися інші слабкі зони.

ВИПРОБУВАННЯ

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

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 12.0 %. 0.500 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С протягом 2 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 10.0 %.

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

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія. Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 20.0 г різаної сировини, круглодонну колбу місткістю 1000 мл, 500 мл суміші *вода Р* - *етиленгліколь Р* (1:9) як дистиляційну рідину та 0.20 мл *кислоту Р_у* градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год.

Припиняють охолодження наприкінці перегонки та продовжують перегонку, доки сині леткі компоненти сягнуть нижнього кінця конденсуючої системи. Відразу продовжують охолодження, щоб запобігти нагріванню конденсуючої системи. Перегонку припиняють через 5 хв. Замінюють круглодонну колбу місткістю 1000 мл на круглодонну колбу місткістю 250 мл, що містить суміш 0.4 мл *кислоту Р* і 50 мл *води Р*, та проводять перегонку протягом 15 хв. Через 10 хв визначають загальний об'єм. Для визначення контрольного об'єму використовують 0.2 мл *кислоту Р_у* градуйованій трубці та проводять перегонку суміші 0.4 мл *кислоту Р* і 50 мл *води Р* протягом 15 хв.

Проазулені. Запобігаючи перенесенню навіть якнайменшої кількості води, переносять синю ефіро-олійно-кислотну суміш, одержану у випробуванні на визначення кількісного вмісту ефірної олії, у мірну колбу місткістю 50 мл за допомогою невеликих порцій *кислоту Р*, обполіскуючи градуйовану трубку *кислотом Р*, і доводять об'єм розчину тим

Деревій

самим розчинником до 50.0 мл. Вимірюють оптичну густину (2.2.25) одержаного розчину за довжини хвилі 608 нм, використовуючи ксилол *P* як компенсаційну рідину.

Вміст проазуленів, у перерахунку на хамазулен, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A \times 2.1}{m}$$

де:

A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 608 нм, *m* — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання хамазулену, що дорівнює 23.8.

N

ДЕРЕВІЮ ТРАВА

Ідентифікацію допускається проводити за наведеними вище методиками із такими змінами.

А. Водний шар має забарвлення від синього до зеленуватого.

В. Випробовуваний розчин. До 0.1 мл розчину А, приготованого як зазначено в ідентифікації С, додають 0.4 мл толуолу *P* і перемішують.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися інші слабі зони.

Верхня частина пластинки	
гвайазулен: червона зона	фіолетова зона червонувато-фіолетова зона зона від сірувато-фіолетового до зеленувато-сірого кольору червонувато - фіолетова зона
цинеол: синя (сірувато-синя) зона	
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

При визначенні вмісту ефірної олії допускається використання аналогічних приладів із ціною поділки 0.02 мл.

При використанні сировини для виробництва готових лікарських засобів, у яких регламентовано вміст поліфенолів, допускається замість визначення вмісту проазуленів проводити визначення у сировині вмісту суми поліфенолів за наведеною нижче методикою.

Вміст: не менше 2 % суми поліфенолів, у перерахунку на пірогалол ($C_6H_6O_3$; М.м. 126.1) і суху сировину.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Сума поліфенолів

Випробовуваний розчин. 1000.0 мг здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) поміщають у круглодонну колбу місткістю 250 мл, додають 150 мл води *P*, нагрівають протягом 30 хв на водяній бані, охолоджують під проточною водою та кількісно переносять у мірну колбу місткістю 250 мл. Круглодонну колбу обполіскують водою *P*, промивні води переносять у мірну колбу та доводять об'єм розчину водою *P* до 250.0 мл. Дають осадити та рідину фільтрують крізь фільтрувальний папір діаметром 125 мм, відкидаючи перші 50 мл фільтрату.

5.0 мл одержаного фільтрату доводять водою *P* до об'єму 25.0 мл. До 2.0 мл одержаного розчину додають 1.0 мл фосфорномолібденово-вольфрамового реактиву *P*, 10.0 мл води *P*, перемішуючи після кожного додавання, та доводять натрію карбонату розчином *P* до об'єму 25.0 мл. Через 30 хв вимірюють оптичну густину (2.2.25) розчину за довжини хвилі 760 нм, використовуючи як компенсаційну рідину воду *P*.

Розчин порівняння. Безпосередньо перед випробуванням 50.0 мг ФСЗ ДФУпірогалолу розчиняють у воді *P* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100.0 мл. 5.0 мл одержаного розчину доводять водою *P* до об'єму 100.0 мл.

До 2.0 мл одержаного розчину додають 1.0 мл фосфорномолібденово-вольфрамового реактиву *P*, 10.0 мл води *P*, перемішуючи після кожного додавання, та доводять натрію карбонату розчином *P* до об'єму 25.0 мл. Через 30 хв вимірюють оптичну густину (2.2.25) розчину за довжини хвилі 760 нм, використовуючи як компенсаційну рідину воду *P*.

Вміст суми поліфенолів, у перерахунку на пірогалол, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{62.5 \times A_1 \times m_2 \times P}{A_0 \times m_1 \times 100},$$

де:

*A*₁ — оптична густина випробовуваного розчину, *A*₀ — оптична густина розчину порівняння,

*m*₁ — маса наважки випробовуваної сировини, у міліграмах,

*m*₂ — маса наважки ФСЗ ДФУ пірогалолу, у міліграмах,

P — вміст пірогалолу у ФСЗ ДФУ пірогалолу, у відсотках.

ЕВКАЛІПТА ЛИСТЯ

Eucalypti folium

EUCALYPTUS LEAF

Цілі або різані, висушені листки старих пагонів *Eucalyptus globulus* Labill.

Вміст:

— *ціла сировина*: не менше 20 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на безводну сировину;

— *різана сировина*: не менше 15 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на безводну сировину.

ВЛАСТИВОСТИ

Сировина має ароматний запах цинеолу.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Листки переважно сірувато-зелені, відносно товсті, видовжені, еліптичні або дещо серпоподібні, звичайно до 25 см завдовжки, до 5 см завширшки. Черешок скручений, дуже зморшкуватий, (2 -3) **см**. іноді 5 см завдовжки. Шкірясті, жорсткі **пластинки** цільні, голі, із жовтаво-зеленою середньою **жилкою**. Бічні жилки з'єднуються біля краю **пластинки** у неперервну лінію. Край пластинки **цільний** і дещо потовщений. На обох поверхнях **виявляються** дрібні, безладно розташовані, **бородавчасті** темно-коричневі плями. У прохідному **світлі** **можуть** бути видимі дрібні ефіроолійні **вмістища**.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок сірувато-зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1320.-1): фрагменти гладенької пластинки (вигляд зверху [А, L] або у поперечному зрізі [F, H]) із дрібних, товстостінних основних клітин епідерми, вкритих товстою кутикулою [Fa, Ha], численних продихових апаратів аномоцитного типу (2.8.3), понад 80 мкм у діаметрі [Aa, La], зрідка груп коричневих клітин корка, 300 мкм у діаметрі, коричнювато-чорних у центрі, та прилеглої палісадної паренхіми [Ab, Fb]; фрагменти білатерального мезофілу (вигляд зверху [G]) із (2-3) шарів палісадної паренхіми [Ga] на кожному боці та декількох шарів губчастої паренхіми у центрі [Gb] із видовжених клітин із друзами кальцію оксалату [Gc, K], розташованих так само як і палісадні клітини; крупні схизогенні ефіроолійні вмістища, цілі [E] або, звичайно, розірвані, з прилеглою палісадною паренхімою [Ea]; фрагменти судин [J] і товстостінних, дещо жолобчастих волокон [C] із кристаломислою обкладкою [Ca, Ja]; клітини кристаломислої обкладки містять призматичні кристали кальцію оксалату [D].

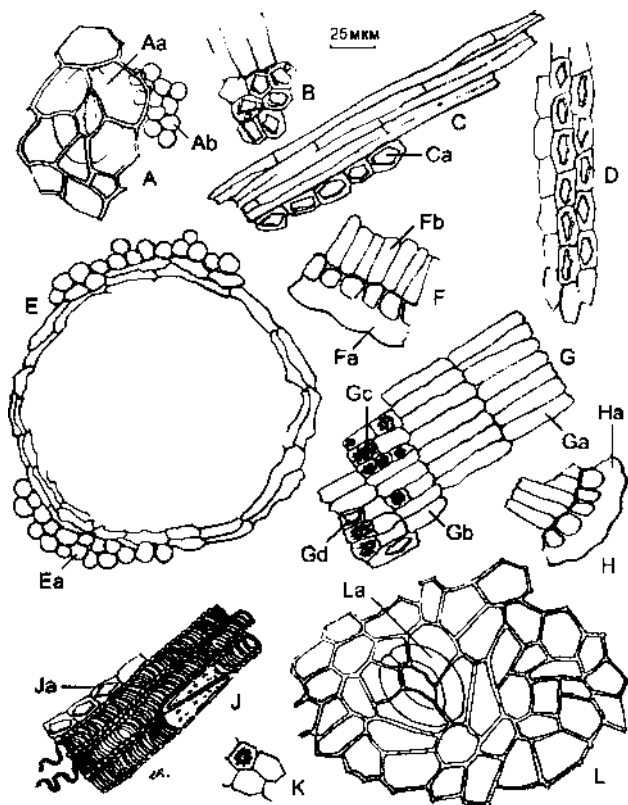


Рисунок 1320.-1. — Діагностичні структури евкаліпта листя (Ідентифікація В)

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 г свіжоздрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) струшують із 5 мл *толуолу Z⁵* протягом (2-3) хв і фільтрують над близько 2 г натрію сульфату безводного Р.

Розчин порівняння. 50 мкл *цинеолу Р* розчиняють у *толуолі Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 5 мл.

Пластинка: ТШХпластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: етилацетат Р - толуол Р (10:90). Об'єм проб: 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обробляють *анісового альдегіду розчином Р* і нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (10-15) хв; переглядають при денному світлі.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння у середній частині має виявлятися зона, відповідна *цинеолу*. На хроматограмі випробовуваного розчину має виявлятися основна зона на рівні зони *цинеолу* на хроматограмі розчину порівняння, відповідна їй за забарвленням. Також має виявлятися інтенсивна фіолетова зона (вуглеводні) близько фронту розчинника. Можуть виявлятися також інші, менш інтенсивні зони.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 % почорнілих і побурілих листків, не більше 5 % стебел і не більше 2 % інших сторонніх домішок. Сировина не має містити серцеподібних або овальних сидячих листків молодих пагонів із численними вмістищами на обох поверхнях листової пластинки, що видимі як плями у прохідному світлі. Визначення проводять із 30 г сировини.

Вода (2.2.13). Не більше 100 мл/кг. Визначення проводять із 20.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12).

Загальна зола (2.4.16). Не більше 6.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 10.0 г свіжорізаної сировини, круглодонну колбу місткістю 500 мл, 200 мл *води Р* і 100 мл *гліцерину Р* як дистиляційну рідину та 0.5 мл *ксилолу Р* у градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год.

ЕВКАЛІПТА ПРУТОВИДНОГО ЛИСТЯ⁴

Eucalyptis viminalis folium

Цілі або різані, висушені листки старих і молодих пагонів культивованого дерева *Eucalyptus viminalis* Labill., зібрані пізно восени, взимку або рано навесні.

Вміст:

- ціла сировина: не менше 10 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на чужу сировину;
- різана сировина: не менше 8 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на чужу сировину.

ВЛАСТИВОСТИ

Сировина має ароматний запах, який підсилюється при її розтиранні.

Сировина має пряно-гіркий смак.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Пластинка листків від світло-зеленого до сірувато-зеленого кольору, іноді з фіолетовим відтінком і слабим сизуватим нальотом, гола, з численними цяточками (вмістищами ефірної олії, що просвічуються у прохідному світлі), з цільним, рівним або хвилястим краєм. Листки старих пагонів черешкові, (4-27) см завдовжки, (0.5-5) см завширшки, із щільною пластинкою від вузько-ланцетної до серповидно-зігнутої форми, із гострокінцевою верхівкою. Листки молодих пагонів сидячі або з короткими черешками, (3.5-11) см завдовжки, (0.7-4) см завширшки, із пластинкою видовжено-яйцеподібної форми, із загостреною верхівкою та округлою основою; трапляються листки із пластинкою, що має форму від видовжено-яйцеподібної до ланцетної.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок світло-зеленого або сірувато-зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: фрагменти епідерми пластинки листка (вигляд зверху) із багатокутних клітин зі світло-сірими горбочками у центрі та численними продиховими апаратами аномоцитного типу (2.8.3); фрагменти пластинки листка (у поперечному зрізі) із більш-менш рівнобічними клітинами епідерми, зовнішні оболонки яких дуже потовщені та вкриті товстим шаром кутикули; фрагменти ізобілатерального мезофілу із (2-3), рідше 4 шарами палісадної хлоренхіми та губчастою хлоренхімою, клітини якої орієнтовані так само, як і клітини палісади та містять друзи кальцію оксалату; фрагменти середньої жилки, провідні тканини якої оточені обкладкою із призматичними кристалами

кальцію оксалату в її клітинах; фрагменти мезофілу із ефіроолійними вмістищами, переважно розірваними.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 г свіжоздрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) струшують із 5 мл *толуолу Р* протягом (2 -3) хв і фільтрують над близько 2 г натрію сульфату безводного Р.

Розчин порівняння. 50 мкл *ФСЗДФУ цинеолу* розчиняють у *толуолі Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 5 мл.

Пластинка: ТШХпластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: етилацетат Р - *толуол Р* (10:90).

Об'єм проб: 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують *анісового альдегіду розчином Рі* нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв: переглядають при денному світлі.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння у середній частині має виявлятися зона, відповідна цинеолу. На хроматограмі випробовуваного розчину має виявлятися основна зона на рівні зони цинеолу на хроматограмі розчину порівняння, відповідна їй за забарвленням. Також має виявлятися інтенсивна фіолетова зона (вуглеводні) близько фронту розчинника. Можуть виявлятися також інші, менш інтенсивні зони.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 % потемнілих і побурілих листків, не більше 2 % інших частин евкаліпта (гілочок, пуп'янків, плодів) і 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 14.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (1000) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 5.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 10.0 г свіжорізаної сировини, круглодонну колбу місткістю 500 мл і 300 мл *води Р* як дистильційну рідину. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 1 год без *ксилолу Р* у градуйованій трубці.

ЕВКАЛІПТОВА ОЛІЯ

Eucalypti aetheroleum

EUCALYPTUS OIL

Ефірна олія, одержана зі свіжого листа або свіжих верхівкових пагонів різних видів *Eucalyptus* із високим вмістом 1,8-цинеолу методом перегонки з водяною парою та ректифікацією. Переважно використовують такі види: *Eucalyptus globulus* Labill., *Eucalyptus polybractea* R.T. Baker і *Eucalyptus smithii* R.T. Baker.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Безбарвна або блідо-жовтого кольору рідина.

Запах. Нагадує запах 1,8-цинеолу.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Перша ідентифікація'. В.

Друга ідентифікація: А.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.1г субстанції розчиняють у толуолі Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Розчин порівняння. 20 мкл *а-терпеніолу Р* та 50 мкл *цинеолу Р* розчиняють у толуолі Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 5 мл.

Пластика: ТШХ пластика із шаром силікагелю Р ((5-40) мкм) (або ТШХ пластика із шаром силікагелю Р (2-10) мкм)).

Рухома фаза: етилацетат Р - толуол Р (10:90).

Об'єм проб: 10 мкл (або 2 мкл), смугами 10 мм (або 6 мм).

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см (або 5 см) від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують *анісового альдегіду розчином Р* та нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 5-10 хв. Переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші слабкі зони, близько фронту розчинника і на рівні *а-терпеніолу*.

Верхня частина пластинки	
1,8 цинеол: фіолетово-коричнева зона	інтенсивна фіолетово-коричнева зона (1,8- цинеол)
а-терпінол: фіолетово-коричнева зона	
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні на хроматографічний профіль.

Результати: часи утримування характерних піків *а-пінену*, *р-пінену*, *а-феландрену*, *лимонену* та *1,8-цинеолу* на хроматограмі випробовуваного розчину мають співпадати із часами утримування відповідних піків на хроматограмі розчину порівняння (а). На хроматограмі випробовуваного розчину можуть бути присутні піки *сабінену* та *камфори*.

ВИПРОБУВАННЯ

Відносна густина (2.2.5). Від 0.906 до 0.927.

Показник заломлення (2.2.6). Від 1.458 до 1.470.

Оптичне обертання (2.2.7). Від 0° до +10°.

Розчинність у спирті (2.8.10). Субстанція розчинна у 5 об'ємах етанолу (70 %, об/об) Р.

Аньдегіди. 10 мл субстанції поміщують у пробірку заввишки 150 мм у діаметрі 25 мм із притертою скляною пробкою, додають 5 мл *толуолу Р* і 4 мл *гідроксиламіну розчину спиртового Р*, енергійно струшують і відразу титрують 0.5 *Мрозчином калію гідроксиду в етанолі (60 %, об/об)* до переходу забарвлення від червоного до жовтого. Продовжують титрувати при струшуванні; кінцева точка титрування досягається, коли чисте жовте забарвлення зберігається у нижньому шарі після енергійного струшування протягом 2 хв та розділення шарів. Титрування проводять протягом близько 15 хв. Повторюють титрування, використовуючи інші 10 мл субстанції та відтитровану рідину від першого визначення, в яку додано 0.5 *Мрозчину калію гідроксиду в етанолі (60 %, об/об)* як розчин порівняння для визначення кінцевої точки титрування. У другому титруванні має бути витрачено не більше 2.0 мл 0.5 *Мрозчину калію гідроксиду в етанолі (60 %, об/об)*.

Хроматографічний профіль. Газова хроматографія (2.2.28): метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. 200 мкл випробовуваної субстанції розчиняють у *гептані Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10.0 мл.

Розчин порівняння (а). 10 мкл *а-пінену Р*, 5 мкл *β-пінену Р*, 5 мкл *сабінену Р*, 5 мкл *а-феландрену Р*,

10 мкл лимонену Р, 50 мкл цинеолу Рі 5 мг камфори Р розчиняють у гептані Рі доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10.0 мл.

Розчин порівняння (Б). 5 мкл лимонену Р розчиняють у гептані Рі доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 50.0 мл. 0.5 мл одержаного розчину розводять гептаном Р до об'єму 5.0 мл.

Колонка:

—матеріал: кварц,
—розмір: 60 м х 0.25 мм,
—нерухома фаза: макрогол 20000 Р (товщина шару 0.25 мкм).

Газ-носії: гелій для хроматографії Р.

Лінійна швидкість газу-носія: 1.5 мл/хв.

Поділ потоку: 1:50.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-5	60
	5-33	60 -> 200
	33-38	200
Блок вводу проб		220
Детектор		220

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 1 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння (а). Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (а):

—ступінь розділення: не менше 1.5 між піками лимонену та цинеолу.

Ідентифікація компонентів: використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння (а), визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину.

Визначають відсотковий вміст кожного із цих компонентів.

Вміст компонентів, у відсотках, має знаходитися у таких межах:

—а-пінен: від 0.05 % до 10.0 %,
—р-пінен: від 0.05 % до 1.5 %,
—сабінен: не більше 0.3%,
—а-феландрен: від 0.05% до 1.5%,
—лимонен: від 0.05% до 15.0%,
—1,8-цинеол: не менше 70.0 %,
—камфора: не більше 0.1 %,
—не враховують: піки, площа яких менше площі основного піка на хроматограмі розчину порівняння (Б)(0.05%).

ЗБЕРІГАННЯ

При температурі не вищій 25 °С.

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

ЗІРЧАСТИЙ АНІС

Anisi stellati fructus

STAR ANISE

Сухий апокарпний плід — багатолістянка (збірна лістянка) *Illicium verum* Hooker fil.

Вміст:

- не менше 70 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на безводну сировину,
- не менше 86.0 % *транс-шетола* в ефірній олії.

ВЛАСТИВОСТІ

Плодики — лістянки коричневого кольору. Сировина має запах анетолу.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Плід звичайно складається із 8 розвинених, однонасі́нних лістянок, кожна із них (12-22) мм завдовжки та (6-12) мм заввишки, розташовані вони радіально навколо короткої, центральної, притупленої на кінці колонки. У деяких плодів 1 або 2 лістянки можуть бути відсутніми, але місце їх прикріплення чітко видиме. Кожна лістянка човникоподібна або черевикоподібна, зі спинною поверхнею сірувато-коричневого кольору і шорсткою структурою та бічними поверхнями із рубцями від сусідніх лістянок. Одна або більше лістянок розкриті вздовж черевного шва, тому в них видима одна лінзоподібна, блискуча, червонувато-коричнева насінина близько 8 мм у діаметрі. Структури на спинній поверхні не видимі із черевної поверхні. Деякі лістянки (1-3) можуть бути недорозвиненими. Можуть бути наявними ізольовані лістянки, плодоніжки та насінини.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок червонувато-коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлю-*

ральгідрату розчин Р. У порошку виявляються такі діагностичні структури: фрагменти екзокарпія коричневого кольору із багатокутних клітин (вигляд зверху) із дуже складчастою кутикулою та зрідка із продихових апаратів аномоцитного типу (2.8.3); фрагменти ендокарпія із видовжених палісадопо- дібних клітин; фрагменти мезокарпія із крупних паренхімних клітин, судин, олієвмісних клітин та груп кам'янистих клітин; фрагменти насінної шкірки із палісадоподібних, склерифікованих, густо пористих клітин жовтого кольору, близько 200 мкм завдовжки; фрагменти колонки і плодоніжки із кам'янистих клітин близько 400 мкм завдовжки та 150 мкм завширшки, зірчастої форми, із дуже та безладно потовщеними оболонками; ромбоподібні або прямокутні кристали кальцію оксалату.

С. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні В для *Psidium anisatum* (= *I. religiosum*) та інших відомих видів *Psidium* spp.

Результати', нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. Крім того, на хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші менш інтенсивні зони.

Верхня частина пластинки	
кофейна кислота: : блакитна флуоресціююча і зона	коричнювато-жовта флуоресціююча зона
I кверцитрин: ¹ коричнювато-жовта флуоресціююча зона	
гіперозид: коричнювато- жовта флуоресціююча зона хлорогенова кислота: блакитна флуоресціююча I зона	зеленувата флуоресціююча зона коричнювато-жовта флуоресціююча зона
рутин: коричнювато- жовта флуоресціююча зона	зелена флуоресціююча зона коричнювато-жовта флуоресціююча зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Пісієнт *anisatum* (= *I. religiosum*) та інші відомі види *Psidium* spp.

А. Фальсифікація *Psidium anisatum* або іншими відомими видами *Psidium* spp. виявляється за наявністю плодів, що складаються переважно із більш ніж

8 листянок; плодів, кожен із яких менший 2.5 см або більший 3.5 см; листянок із загостреним швом, із потовщенням, спрямованим до сусідньої листянки, або зі структурами спинної поверхні, видимими через черевну поверхню; листянок дещо хвилястих, що закінчуються тонким дзьобиком або невеликим вентрально зігнутим крючком; листянок збоку прямокутних; плодоніжок більше 5 см завдовжки; без-насінних плодів; насінин або дуже сплюснених або майже кулястих.

В. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 2.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 10 мл метанолу Р, нагрівають зі зворотним холодильником у водяній бані при температурі 60 °С протягом 5 хв, охолоджують і фільтрують.

Розчин порівняння. 1 мг кофейної кислоти Р, 1 мг хлорогенової кислоти Р, 2.5 мг кверцитрину Р, 2.5 мг рутину Р і 2.5 мг гіперозиду Р розчиняють у 10 мл метанолу Р.

Пластинка'. ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р ((2-10) мкм).

Рухома фаза: мурашина кислота безводна Р - оцтова кислота льодяна Р - вода Р - етилацетат Р (11:11:26:100).

Об'єм проб: 5 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 6 см від лінії старту.

Висушування: у потоці теплого повітря.

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

Результати: на хроматограмі випробовуваного розчину не має виявлятися коричнювато-жовта флуоресціююча зона на рівні або над зоною, відповідною кверцитрину, на хроматограмі розчину порівняння. Не має виявлятися жовта флуоресціююча зона на рівні або над зоною, відповідною кофейній кислоті, на хроматограмі розчину порівняння. Не має виявлятися коричнювато-жовта флуоресціююча зона безпосередньо над зоною, відповідною гіперозиду, на хроматограмі розчину порівняння.

Вода (2.2.13). Не більше 100 мл/кг. Визначають методом дистиляції із 20.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12).

Загальна зола (2.4.16). Не більше 4.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія. Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують круглодонну колбу

Золотушник

місткістю 250 мл і 100 мл *води Р* як дистиляційну рідину. 50.0 г сировини безпосередньо перед випробуванням подрібнюють на грубий порошок (1400) (2.9.12) і перемішують. 10.0 г цієї суміші подрібнюють на дрібніший порошок (710) (2.9.12). Використовують 2.50г одержаного порошку та 0.50 мл *ксилолу Р* у градуйованій трубці. Дистиляцію проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год.

транс-Анетол. Газова хроматографія (2.2.28): метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. Суміш ефірної олії і *ксилолу Р*, одержану при кількісному визначенні ефірної олії, доводять *ксилолом PRO* об'єму 5.0 мл, обполіскуючи апарат.

Розчин порівняння. До 1.0 мл *ксилолу Р* додають 20 мкл естраголу *Р*, 20 мг *а-терпінеолу Р* і 60 мкл *анетолу Р*.

Колонка:

- матеріал: кварц;
- *розмір*: 30 м х 0.25 мм;
- нерухома фаза: макрогол 20000 *Р*.

Газ-носії: гелій для хроматографії *Р*.

Лінійна швидкість газу-носія: 1.0 мл/хв.

Поділ потоку: 1:100.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-5	60
	5-80	60->210
	80-95	210
Блок вводу проб		200
Детектор		220

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 1 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

- *ступінь розділення*: не менше 5 між піками естраголу та *а-терпінеолу*.

Використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння, визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину.

Визначають вміст *транс-анетолу*, у відсотках.

Не враховують пік розчинника або піки, площа яких менша 0.05 % площі основного піка на хроматограмі випробовуваного розчину.

Сировина має пряний та пекучий смак.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Кореневище сплюснуте із боків, на верхній стороні несе короткі, сплюснуті, оберненояцепо- дібні висхідні пагони, що зрідка мають сплюснутий рубець на верхівці; цілі кореневища близько (5-10) см завдовжки, (1.5-3) см або 4 см завширшки та (1-1.5) см завтовшки, іноді розщеплені уздовж. Очищене кореневище зі світло-коричневою зовнішньою поверхнею із подовжніми смугами та зрідка вільними волокнами; зовнішня поверхня неочищеного кореневища від блідо- до темно-коричневого кольору та більш або менш вкрита корком із помітними, вузькими, подовжніми та поперечними складками; корок легко відшаровується від бічної поверхні, але утримується між пагонами. Злам рівний, крохмалистий, із волокнами, що стирчать. На поперечному зрізі виявляється тонка кора, відділена ендодермою від значно ширшого центрального циліндра; у ньому виявляються численні, безладно розташовані судинно-волокнисті пучки та численні, безладно розташовані смолівмісні клітини зі вмістом жовтого кольору. Неочищене кореневище, крім того, має зовнішній шар темно-коричневого корка.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок блідо-жовтого або коричнюватого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1522.-1): групи крупних, тонкостінних, септованих волокон, одна стінка яких часто зубчаста [С, D, G]; фрагменти [К], у складі яких наявні судини із сітчастим потовщенням [Ка], які часто супроводжуються вузькими, тонкостінними клітинами, що містять коричневий пігмент [КЬ], і крохмаловмісна паренхіма [Кс]; численні сітчасті судини, досить крупні, ізольовані [Н, Ц]; численні тонкостінні клітини основної паренхіми [J, M], деякі із них містять смоли коричневого кольору [Ja]; фрагменти коричневого корка, що, звичайно, видимий при перегляді зверху

[F], але зрідка у поперечному розрізі [E]. Переглядають під мікроскопом, використовуючи розчин 50 % (об/об) *гліцерину Р*. У порошку виявляються численні крохмальні зерна, прості, сплюснуті, видовженої або овальної, або неправильної форми, близько 50 мкм завдовжки та 25 мкм завширшки, із невеликими крапочками центрів крохмалеутворення у гострому кінці; іноді крохмальні зерна

зі слабкою поперечною шаруватістю і можуть бути вільними [А], зібраними разом [В] або включеними у клітини паренхіми [Кс].

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 1.0 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12) додають 5 мл *метанолу Р*, струшують протягом 15 хв і фільтрують.

ІМБИР

Zingiberis rhizoma

GINGER

Цілі або різані, висушені кореневища *Zingiber officinale* Roscoe із повністю видаленим корком або із корком, видаленим лише із широких плоских поверхонь.

Вміст: не менше 15 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на безводну сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має характерний ароматний запах.

ВИПРОБУВАННЯ

Вода (2.2.13). Не більше 100 мл/кг. Визначення проводять методом дистиляції із 20.0 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12).

Загальна зола (2.4.16). Не більше 6.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 20.0 г свіжоздрібненої на грубий порошок сировини, круглодонну колбу місткістю 1000 мл, 10 крапель *вазелинового масла Р* або іншого протиспінювача, 500 мл *води Р* як дистиляційну рідину та 0.5 мл *ксилолу Р* у градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 4 год.

Рисунок 1522.-1. - *Діагностичні структури імбиря*
(Ідентифікація В)

Розчин порівняння. 10 мкл *цитралю Р* і 10 мг *резорцину Р* розчиняють у 10 мл *метанолу Р*. Розчин готують безпосередньо перед використанням.

Пластика: ТШХ пластика із шаром силікагелю *Р*.

Рухома фаза: *гексан Р* - *ефір Р* (40:60).

Об'єм проб'. 20 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту у ненасиченій камері.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують розчином 10 г/л *ваніліну Р* у *сірчаній кислоті Р* і переглядають при денному світлі після нагрівання при температурі (100- 105) °С протягом 10 хв.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння мають виявлятися: у нижній половині — зона інтенсивного червоного забарвлення (*резорцин*), у верхній половині — дві фіолетові зони (*цитраль*). На хроматограмі випробуваного розчину мають виявлятися: нижче зони, відповідної *резорцину* на хроматограмі розчину порівняння, дві зони інтенсивного фіолетового забарвлення (*гінгероли*), у середній частині між зонами, відповідними *резорцину* і *цитралю* на хроматограмі розчину порівняння, дві зони менш інтенсивного фіолетового забарвлення (*шогаоли*). Можуть виявлятися також інші зони.

КОРИЧНИК

Cinnamomi cortex

CINNAMON

Висушена, звільнена від зовнішнього корка та прилеглої паренхіми кора пагонів, що вирости на обрізаному стовбурі *Cinnamomum verum* J. Presl.

Ди/см: не менше 12 мл/кг ефірної олії.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має характерний ароматний запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

A. Кора — це ущільнена суміш поодиноких або здвоєних трубочок близько (0.2 - 0.8) мм завтовшки. Зовнішня поверхня гладенька, жовтаво-коричневого кольору із невиразними рубцями від листків і пазушних бруньок і тонкими, білуватими, звивистими подовжніми смугами. Внутрішня поверхня дещо темніша та подовжньо смугаста. Злам рівний і волокнистий.

B. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок жовтавого або червонувато-коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хюральгідратурозчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 0387.-1): округлі склерейди із пористими, борозенчастими, помірно потовщеними оболонками, окремі [E, F] або у групах [C]; численні безбарвні поодинокі волокна, часто цілі [A] або фрагментовані [D] із вузькою порожниною та потовщеними, здерев'янілими оболонками із поодинокими порами; дрібні голчасті кристали кальцію оксалату в паренхімних клітинах [H]; дуже численні крапельки олії [B]. Фрагменти корка [G] відсутні або трапляються дуже рідко. Переглядають під мікроскопом використовуючи розчин 50 % (об/об) *гліцерину Р*. У порошку виявляються численні крохмальні зерна [H].

C. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.1г здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) струшують із 2 мл *метиленхюриду Р* протягом 15 хв і фільтрують. Одержаний фільтрат обережно упарюють майже насухо на водяній бані. Залишок розчиняють у 0.4 мл *толуолу Р*.

Розчин порівняння. 50 мкл *коричного альдегіду Р* і 10 мкл *евгенолу Р* розчиняють у *толуолі Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю GF₂₅₄ *Р*.

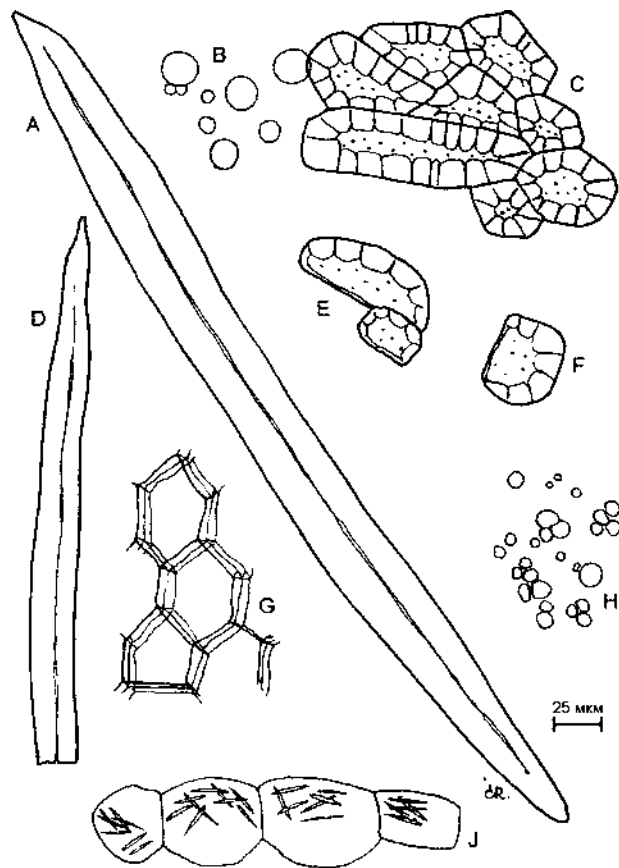


Рисунок 0387.-1. — Діагностичні структури кориці
(Ідентифікація B)

Рухома фаза\ метиленхлорид *Р*.

Об'єм проб: 10 мкл, смугами 20 мм x 3 мм.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення A: переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 254 нм і відмічають зони поглинання, потім переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм і відмічають флуоресцюючі зони.

Результати A: на хроматограмах випробовуваного розчину і розчину порівняння в УФ-світлі за довжини хвилі 254 нм виявляються: зона поглинання, відповідна коричню альдегіду, у середній частині та дещо вище неї слабша зона поглинання, відповідна евгенолу. На хроматограмі випробовуваного розчину в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм виявляється зона блакитної флуоресценції, відповідна о-метоксикоричню альдегіду, дещо нижче зони, відповідної коричню альдегіду.

Виявлення B\ обприскують флороглюцину розчином *Р*.

Результати B: зона, відповідна коричню альдегіду, має жовтаво-коричнє забарвлення; зона, відповідна о-метоксикоричню альдегіду, має фіолетове забарвлення.

Коричника настойка

ВИПРОБУВАННЯ

Загальна зола (2.4.16). Не більше 6.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 20.0 г свіжоздрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12), колбу місткістю 500 мл, 200 мл 0.1 М розчину хлористоводневої кислоти як дистиляційну рідину та 0.50 мл ксилолу Р_у градуйованій трубці. Дистиляцію проводять зі швидкістю (2.5-3.5) мл/хв протягом 3 год.

КОРИЧНИКА НАСТОЙКА

Cinnamomi corticis tinctura

CINNAMON TINCTURE

Настойка, одержана із сировини, описаної у статті «Коричник».

ВИРОБНИЦТВО

Настойку виготовляють із 1 частини сировини та 5 частин етанолу (70 %, об/об) підходящим методом.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Прозора рідина, коричнювато-червоного кольору, із характерним запахом.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 10 мл випробовуваної настойки, 10 мл натрію хлориду розчину насиченого Р і 5 мл толуолу Р поміщають у колбу із притертою пробкою, струшують протягом 2 хв і центрифугують протягом 10 хв; використовують органічний шар.

Розчин порівняння. 5 мкл евгенолу Р, 25 мкл транс-коричного альдегіду Р і 5 мкл транс-2-метоксикоричного альдегіду Р розчиняють у толуолі Р і доводять тим самим розчинником до об'єму 10 мл.

Пластика: ТШХ пластика із шаром силікагелю GР.

Рухома фаза: метиленхлорид Р.

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: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину.

Верхня частина пластинки	
транс-2-метоксикоричний альдегід: блакитна флуоресціююча зона	блакитна флуоресціююча зона (транс-2-метоксикоричний альдегід) зеленувата флуоресціююча зона (над лінією старту)
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

Виявлення В: обприскують розчином 200 г/л фосфорномолібденової кислоти Р в етанолі (96 %) Р, переглядають при денному світлі після нагрівання при температурі (100-105) °С протягом (5 -10) хв.

Результати В: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися інші зони.

Верхня частина пластинки	
	1 синя зона (терпенвуглеводні)
евгенол: синя зона	синя зона (евгенол)
транс-коричний альдегід: синя зона	синя зона (транс-коричний альдегід)
транс-2-метоксикоричний альдегід: оранжево-коричнева зона (колір поступово зникає)	слаба оранжево-коричнева зона (транс-2-метоксикоричний альдегід)
	2 або 3 сині зони вище лінії старту
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Етанол (2.9.10). Від 64 %, об/об до 70 %, об/об.

Метанол і 2-пропанол (2.9. II). Не більше 0.05 % (об/об) метанолу, не більше 0.05 % (об/об) 2-пропанолу.

Сухий залишок (2.8.16). Не менше 1.5 % (м/м). Визначення проводять із 5.0 г.

КОРИЧНИКА КИТАЙСЬКОГО ОЛІЯ

Cinnamomi cassiae aetheroleum

CASSIA OIL

Ефірна олія, одержана із листя та молодих гілок *Cinnamomum cassia* Blume (*C. aromaticum* Nees) методом перегонки з водяною парою.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Прозора, рухома рідина жовтого або червонувато-коричневого кольору. Олія має характерний запах коричного альдегіду.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Перша ідентифікація'. **В.**

Друга ідентифікація'. **А.**

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 мл субстанції розчиняють в ацетоні *P* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Розчин порівняння. 50 мкл *транс-коричного альдегіду P*, 10 мкл *евгенолу P* і 50 мг кумарину *Z* розчиняють в ацетоні *P* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Пластика'. ТШХ-пластика із шаром силікагелю *P*.

Рухома фаза: метанол *P* - толуол *P* (10:90).

Об'єм проб'. 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза'. 15 см від лінії старту.

Висушування'. на повітрі.

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

Результати А: на хроматограмі випробовуваного розчину має виявлятися зона синьої флуоресценції на рівні зони такого самого забарвлення на хроматограмі розчину порівняння (кумарин).

Виявлення В: обприскують анісового альдегіду розчином *P* і переглядають при денному світлі після нагрівання при температурі (100-105)°C протягом (5-10) хв.

Результати В: на хроматограмі розчину порівняння у її верхній частині має виявлятися фіолетова зона (евгенол) і вище неї — зеленувато-синя зона (*транс-коричний альдегід*). На хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися: зона на рівні

зони *транс-коричного альдегіду* на хроматограмі розчину порівняння, відповідна їй за забарвленням, і може виявлятися дуже слаба зона, відповідна евгенолу. Можуть виявлятися інші слабкі зони.

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні на хроматографічний профіль.

Результати: часи утримування основних піків на хроматограмі випробовуваного розчину мають співпадати із часами утримування основних піків на хроматограмі розчину порівняння. Пік, відповідний евгенолу, може бути відсутнім на хроматограмі випробовуваного розчину.

ВИПРОБУВАННЯ

Відносна густина (2.2.5). Від 1.052 до 1.070.

Показник заломлення (2.2.6). Від 1.600 до 1.614.

Оптичне обертання (2.2.7). Від -1° до $+1^\circ$.

Хроматографічний профіль. Газова хроматографія (2.2.28) : метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. Випробовувана субстанція.

Розчин порівняння. 100 мкл *транс-коричного альдегіду P*, 10 мкл *цинамліацетату P*, 10 мкл *евгенолу P*, 20 мг кумарину *P* і 10 мкл *транс-2-метоксикоричного альдегіду P* розчиняють в 1 мл ацетону *P*.

Колонка:

— *матеріал:* кварц,

— *розмір:* 60 м х 0.25 мм,

— *нерухома фаза:* зшитий макрогол 20000 *P*.

Газ-носії: гелій для хроматографії *P*.

Лінійна швидкість газу-носія: 1.5 мл/хв.

Поділ потоку: 1:100.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-10 10-75 75-160	60 60->190 190
Блок вводу проб		200
Детектор		240

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 0.2 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння. Залежно від умов проведення випробування та стану колонки, пік кумарину може виходити перед або після піка *транс-2-метоксикоричного альдегіду*. Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

Коричника цейлонського кори олія

— ступінь розділення: не менше 1.5 між піками /я/ > аяс-2-метоксикоричного альдегіду та кумарину.

Ідентифікація компонентів', використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння, визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину.

Визначають вміст кожного із цих компонентів, у відсотках.

Вміст компонентів, у відсотках, має знаходитися у таких межах:

- *транс-коричний альдегід*', від 70 % до 90 %,
- *цинамілацетат*: від 1.0 % до 6.0 %,
- *евгенол*: не більше 0.5 %,
- *транс-2-метоксикоричний альдегід*: від 3.0 % до 15 %,
- *кумарин*-, від 1.5 % до 4.0 %,

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від нагрівання місці.

Випробовуваний розчин. 1 мл субстанції розчиняють в ацетоні Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Розчин порівняння. 50 мкл *транс-коричного альдегіду* Р, 10 мкл *евгенолу* Р, 10 мкл *ліналолу* Р і 10 мкл *Р-каріофілену* Р розчиняють в етанолі (96 %) Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Пластика: ТШХ-пластика із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: метанол Р - толуол Р (10:90).

Об'єм проб: 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують анісового альдегіду розчином Р, нагрівають при температурі (100-105)°С протягом (5-10) хв і переглядають при денному світлі.

Результати: на хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися зони на рівні зон на хроматограмі розчину порівняння, відповідні їм за забарвленням.

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні на хроматографічний профіль.

Результати: часи утримування основних піків на хроматограмі випробовуваного розчину мають співпадати із часами утримування основних піків на хроматограмі розчину порівняння. Піки, відповідні сафролу, кумарину та цинеолу, можуть бути відсутніми на хроматограмі випробовуваного розчину.

КОРИЧНИКА ЦЕЙЛОНСЬКОГО КОРИ ОЛІЯ

Cinnamomi zeylanici corticis aetheroleum

CINNAMON BARK OIL, CEYLON

Ефірна олія, одержана із кори гілок *Cinnamomum verum* J. Presl. методом перегонки з водяною парою.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Прозора, рухома рідина світло-жовтого кольору, що протягом часу стає червонуватою.

Олія має характерний запах коричного альдегіду.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Перша ідентифікація: В.

Друга ідентифікація. А.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

ВИПРОБУВАННЯ

Відносна густина (2.2.5). Від 1.000 до 1.030.

Показник заломлення (2.2.6). Від 1.572 до 1.591.

Оптичне обертання (2.2.7). Від -2° до +1°.

Хроматографічний профіль. Газова хроматографія (2.2.28) : метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. Випробовувана субстанція.

Розчин порівняння. Юмкл *цинеолу* Р, Юмкл *ліналолу* Р, 10 мкл *р-каріофілену* Р, 10 мкл *сафролу* Р, 100 мкл *транс-коричного альдегіду* Р, 10 мкл *евгенолу* Р, 20 мг *кумарину* Р, 10 мкл *транс-2-метоксикоричного альдегіду* Р і 10 мкл *бензилбензоату* Р розчиняють в 1 мл *ацетону* Р.

Колонка:

— *матеріал*: кварц,

— *розмір*: 60 м x 0.25 мм,

— *нерухома фаза*: зшитий макрогол 20000 Р.

Газ-носії: гелій для хроматографії Р.

Лінійна швидкість газу-носія: 1.5 мл/хв.

Поділ потоку: 1:100.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-10 10-75 75 - 200	60 60 -> 190 190
Блок вводу проб		200
Детектор		240

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 0.2 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння. Залежно від умов проведення випробування та стану колонки, пік кумарину може виходити перед або після піка /транс-2-метоксикоричного альдегіду. Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи', розчин порівняння:

— ступінь розділення: не менше 1.5 між піками ліналолу та (3-каріофілену).

Ідентифікація компонентів', використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння, визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину.

Визначають вміст кожного із цих компонентів, у відсотках.

Вміст компонентів, у відсотках, має знаходитися у таких межах:

- цинеол: не більше 3.0 %,
- ліналол: від 1.0 % до 6.0 %,
- (3-каріофілен: від 1.0 % до 4.0 %,
- сафрол: не більше 0.5 %,
- транс-коричний альдегід: від 55 % до 75 %,
- евгенол: не більше 7.5 %,
- кумарин: не більше 0.5 %,
- транс-2-метоксикоричний альдегід: від 0.1 % до 1.0%,
- бензилбензоат: не більше 1.0 %.

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від нагрівання місці.

КОРИЧНИКА ЦЕЙЛОНСЬКОГО ЛИСТЯ ОЛІЯ

Cinnamomi zeylanici folii aetheroleum

CINNAMON LEAF OIL, CEYLON

Ефірна олія, одержана із листя *Cinnamomum verum* S. Presl. методом перегонки з водяною парою.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Прозора, рухома рідина червонувато-коричневого або темно-коричневого кольору.

Олія має характерний запах евгенолу.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Перша ідентифікація: В.

Друга ідентифікація: А.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 1 мл субстанції розчиняють в ацетоні Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Розчин порівняння. 50 мкл транс-коричного альдегіду Р, 10 мкл евгенолу Р, 10 мкл ліналолу Р і 10 мкл (3-каріофілену Р розчиняють в етанолі (96%) Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Пластика: ТПХпластика із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: метанол Р - толуол Р (10:90).

Об'єм проб: 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують анісового альдегіду розчином Р і переглядають при денному світлі після нагрівання при температурі (100-105) °C протягом (5-10) хв.

Результати: на хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися зони на рівні зон на хроматограмі розчину порівняння, відповідні їм за забарвленням. Зона, відповідна транс-коричному альдегіду, може бути дуже слабою або відсутньою.

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні на хроматографічний профіль.

Результати: часи утримування характерних піків на хроматограмі випробовуваного розчину мають співпадати із часами утримування характерних пі-

Коріандр

ків на хроматограмі розчину порівняння. Піки, що відповідають цинеолу, сафролу, *транс*-коричному альдегіду, цинамілацетату та кумарину, можуть бути відсутніми на хроматограмі випробовуваного розчину.

ВИПРОБУВАННЯ

Відносна густина (2.2.5). Від 1.030 до 1.059.

Показник заломлення (2.2.6). Від 1.527 до 1.540.

Оптичне обертання (2.2.7). Від -2.5° до $+2.0^{\circ}$.

Хроматографічний профіль. Газова хроматографія (2.2.28) : метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. Випробовувана субстанція.

Розчин порівняння. 10 мкл цинеолу Р, 10 мкл ліналолу Р, 10 мкл (3-каріофілену Р, 10 мкл сафролу Р, 10 мкл *транс*-коричного альдегіду Р, 10 мкл цинамілацетату Р, 100 мкл евгенолу Р, 10 мг кумарину Р розчиняють в 1 мл ацетону Р.

Колонка:

- матеріал: кварц,
- розмір: 60 м x 0.25 мм,
- нерухома фаза: макрогол 20000 Р.

Газ-носії: гелій для хроматографії Р.

Лінійна швидкість газу-носія: 1.5 мл/хв.

Поділ потоку: 1:100.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-10	45
	10-78	45 -> 180
	78-88	180
Блок вводу проб		200
Детектор		240

Детектор: полуменевіо-іонізаційний.

Інжекції: 0.2 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння. Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

—*ступінь розділення:* не менше 1.5 між піками ліналолу і р-каріофілену.

Використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння, визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину.

Визначають вміст кожного із цих компонентів, у відсотках.

Вміст компонентів, у відсотках, має знаходитися у таких межах:

- цинеол:* не більше 1.0 %,
- ліналол:* від 1.5 % до 3.5 %,
- (3-*каріофілен:* від 1.5 % до 7.0 %,
- сафрол:* не більше 3.0 %,
- транс*-коричний альдегід: не більше 3.0 %,
- цинамілацетат:* не більше 2.0 %,
- евгенол:* від 70 % до 85 %,
- кумарин:* не більше 1.0 %.

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від нагрівання місці.

КОРИАНДР

Coriandri fructus

CORIANDER

Висушені вислоплідники (плоди) *Coriandrum sativum* L.

Вміст: не менше 3 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Плід коричневого або світло-коричневого кольору, більш-менш кулястої форми, близько (1.5-5) мм у діаметрі, або овальної форми, (2-6) мм завдовжки. Плід — цілий вислоплідник, складається із, звичайно, щільно з'єднаних мерикарпіїв (півплодиків). Вислоплідник (плід) голий, із 10 звивистими, дещо підвищеними первинними ребрами та 8 прямими, більш виступаючими вторинними ребрами. Мери-карпії увігнуті на внутрішній поверхні. Стилоподій увінчує верхівку та невеликий фрагмент плодоніжки може бути наявним.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1304.-1): численні крапельки олії [В]; фрагменти ендосперму [А] із дрібних, товстостінних, правильної форми клітин із мікророзетками [Аа] та мікрокристаллами кальцію оксалату та крапельками олії [Аб]; фрагменти ендокарпія (вигляд зверху [С, І] або у поперечному зрізі [Н]) із дуже вузьких, розташованих у паркетному порядку клітин [Са, На], що завжди супроводжуються шаром тонкостінних [Сб, Нб] або товстостінних [Ja] прямокутних скле

реїд мезокарпія; фрагменти склеренхімного шару мезокарпія [G] із коротких, дуже товстостінних, пористих, веретеноподібних клітин, що залягають шарами, сусідні шари їх розташовані під прямим кутом один відносно іншого; фрагменти паренхіми мезокарпія (у поперечному зрізі [E]) із дрібних, товстостінних клітин [Ea], решток секреторних каналів [Eb] і склерейд [Ec]; фрагменти ектокарпія (вигляд зверху [F]) із тонкостінних, багатограничних клітин, деякі із них містять дрібні призматичні кристали кальцію оксалату [Fa]; зрідка фрагменти секреторних каналів із коричневих клітин (вигляд зверху [D]); зрідка фрагменти провідних пучків [K].

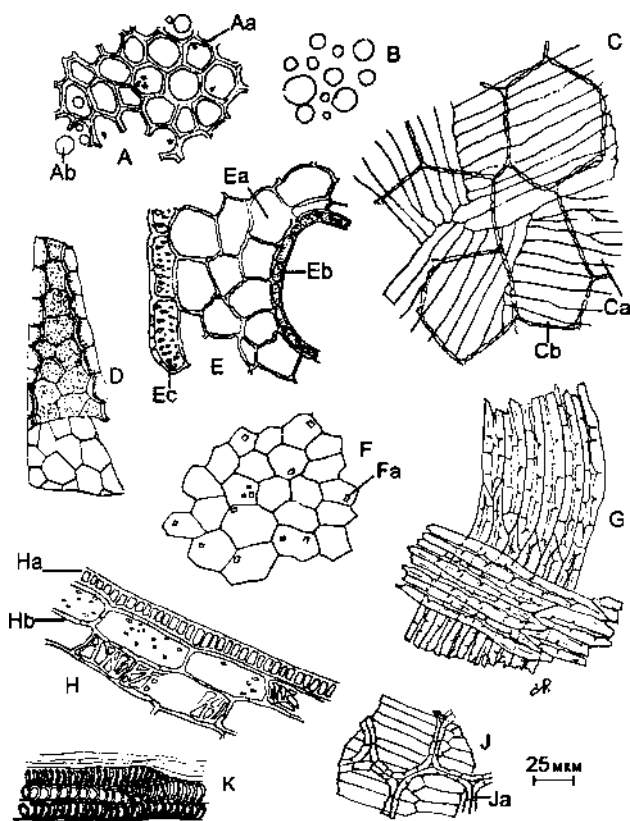


Рисунок 1304.-1. Діагностичні структури коріандру (Ідентифікація В)

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 г свіжоздрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) струшують із 5 мл *гексану Р* протягом (2 -3) хв і фільтрують над 2 г *натрію сульфата безводного Р*.

Розчин порівняння. 15 мкл *ліналолу Р* 25 мкл *маслинової олії Р* розчиняють у 5 мл *гексану Р* безпосередньо перед використанням.

Пластинка. ТШХпластинка із шаром силікагелю *Р*.

Рухома фаза: етилацетат *Р*- толуол *Р* (5:95).

Об'єм проб: 20 мкл випробовуваного розчину, 10 мкл розчину порівняння, смугами.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують *анісового альдегіду розчином Р* і переглядають при денному світлі після нагрівання при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння в нижній половині має виявлятися фіолетова або сірувато-фіолетова зона (ліналол), у верхній половині — синювато-фіолетова зона (тригліцериди). На хроматограмі випробовуваного розчину мають виявлятися зони на рівні зон на хроматограмі розчину порівняння, відповідні їм за забарвленням; декілька зон фіолетово-сірого або коричнюватого кольору, включаючи зону, відповідну гераніолу мають виявлятися між лінією старту і зоною ліналолу на хроматограмі розчину порівняння; також можуть виявлятися декілька слабих фіолетово-сірих зон між зонами тригліцеридів і ліналолу на хроматограмі розчину порівняння.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Сировина має витримувати випробовування. Не має бути плодів, пошкоджених комахами.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 10.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі близько 105 °С протягом 2 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 8.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують круглодонну колбу місткістю 500 мл, 200 мл *води Р* як дистильційну рідину і 0.5 мл *кислоту Р* у градуйованій трубці. Сировину подрібнюють на грубий порошок безпосередньо перед використанням. Визначення проводять із 30.0 г порошку. Перегонку проводять зі швидкістю (2 - 3) мл/хв протягом 2 год.

Допускається використання сировини із таким нормуванням.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 % пошкоджених, недорозвинених плодів; не більше 1 % ефіроолійної домішки (западного насіння та плодів інших видів); 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 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі близько 105 °С.

КУРКУМА ЯВАНСЬКА

Curcumae xanthorrhizae rhizoma

TURMERIC, JAVANESE

Висушені, розрізані на тонкі шматочки кореневища *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. (*C. xanthorrhiza* D. Dietrich).

Вміст:

— *ефірна олія*: не менше 50 мл/кг, у перерахунку на безводну сировину;

— *похідні дицинамоїлметану*: не менше 1.0 %, у перерахунку на *куркумін* ($C_{21}H_{20}O_6$; *М.м.* 368.4) і безводну сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має ароматний запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Сировина складається зі шматочків оранжево-жовтого або жовтаво-коричневого, або сірувато-коричневого кольору, переважно очищених, (1.5-6) мм завтовшки та (15 -50) мм, іноді до 70 мм, у діаметрі. Зрідка наявні фрагменти корка коричнювато-сірого кольору. Поперечний зріз жовтого кольору із темними плямами у світлішій серцевині. Злам рівний, дрібнозернистий.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок червонувато-коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: фрагменти безбарвної паренхіми із секреторними клітинами оранжево-жовтого або жовтаво-коричневого кольору; фрагменти сітчастих та інших судин; зрідка фрагменти корка й епідерми та фрагменти товстостінних одноклітинних гострих волосків. Переглядають під мікроскопом, використовуючи розчин 50 % (об/об) *гліцерину Р*. У порошку виявляються численні, багаточарові крохмальні зерна, яйцеподібної або неправильної форми, близько (30-50) мкм завдовжки та (10-30) мкм завширшки, із ексцентричним центром крохмалеутворення та помітною концентричною шаруватістю.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27) як зазначено у випробуванні *Curcuma domestica* із такими змінами.

Виявлення: обприскують свіжоприготованим розчином 0.4 г/л *дихлорхінонхлоріміду Р* у *2-пропанолі Р*, пластинку витримують у парі аміаку до забарвлення зони тимолу у синювато-фіолетовий колір.

Лаванди квітки

Результати: на хроматограмі розчину порівняння мають виявлятися: майже у середній частині — синювато-фіолетова зона (тимол), у нижній частині — жовта зона (флуоресцеїн). На хроматограмі випробуваного розчину мають виявлятися: синя зона (ксанторизол) дещо вище зони тимолу на хроматограмі розчину порівняння та дві зони жовтаво-коричневого або коричневого кольору (куркумін і деметоксикуркумін) між зонами, відповідними тимолу та флуоресцеїну на хроматограмі розчину порівняння.

ВИПРОБУВАННЯ

Curcuma domestica. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 г свіжоздрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) струшують із 5 мл метанолу *P* протягом 30 хв і фільтрують.

Розчин порівняння. 5 мг флуоресцеїну *P* і 10 мг тимолу *P* розчиняють у 10 мл метанолу *P*.

Пластика: ТШХ пластинка із шаром силікагелю *P*.

Рухома фаза: оцтова кислота льодяна *P* - толуол *P* (20:80).

Об'єм проб: 10 мкл, смугами.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують сумішшю сірчана кислота *P*-оцтовий ангідрид *P* (1:9) і переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати: на хроматограмі випробуваного розчину не має виявлятися зона жовтаво-червоної флуоресценції (бісдеметоксикуркумін) дещо вище зони зеленувато-синьої флуоресценції, відповідної флуоресцеїну на хроматограмі розчину порівняння.

Вода (2.2.13). Не більше 120 мл/кг. Використовують 20.0 г здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12).

Загальна зола (2.4.16). Не більше 8.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія. Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують круглодонну колбу місткістю 500 мл, 200 мл води *P* як дистиляційну рідину та 0.5 мл ксилолу *Pu* градуйованій трубці. Сировину подрібнюють на порошок (500) (2.9.12) і 5.0 г відразу використовують для визначення. Дистиляцію проводять зі швидкістю (3-4) мл/хв протягом 3 год.

Похідні дицинамоїлметану. До 0.100 г здрібненої на порошок сировини (180) (2.9.12) додають 60 мл оцтової кислоти льодяної *P* і нагрівають у водяній бані при температурі 90 °С протягом 60 хв. Додають 2.0 г борної кислоти *P* і 2.0 г щавлевої кислоти *Pi* нагрівають у водяній бані при температурі 90 °С протягом 10 хв. Охолоджують, доводять оцтовою кислотою льодяною *P* до об'єму 100.0 мл і струшують. 5.0 мл прозорої надосадової рідини доводять оцтовою кислотою льодяною *P* до об'єму 50.0 мл. Вимірюють оптичну густину (2.2.25) одержаного розчину за довжини хвилі 530 нм, використовуючи як компенсаційну рідину оцтову кислоту льодяну *P*.

Вміст похідних дицинамоїлметану, у перерахунку на куркумін, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A \times 0,426}{m},$$

де:

A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 530 нм, *m* — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання куркуміну, що дорівнює 2350.

ЛАВАНДИ КВІТКИ

Lavandulae flos

LAVENDER FLOWER

Висушені квітки *Lavandula angustifolia* P. Mill. (*L. officinalis* Chaix).

Вміст: не менше 13 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на безводну сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має сильний ароматний запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Перша ідентифікація: А,В,Д.

Друга ідентифікація: А,В,С.

А. Квітка має коротку квітконіжку та складається із синювато-сірої, трубчастої чашечки, розділеної на дистальному кінці на 4 дуже коротких зубчики та коротку округлу лопать, синього двогубого віночка із двороздільною верхньою губою та трилопатевою

нижньою губою та 4 двосильними тичинками з яйцеподібними пиляками.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок синювато-сірого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1534.-1): покривні волоски розгалужені на одному або більше рівнях [С, L]; ефіроолійні залозки із короткими ніжками та вісьмиклітинними голівками *Lamiaceae* типу (вигляд збоку [Н], вигляд зверху [М]); залозисті волоски із одноклітинними [О] або багатоклітинними [К] ніжками та одноклітинними голівками; залозисті волоски із довгими нерівними ніжками та одноклітинними голівками, відділеними від ніжки проміжною клітиною із гладенькою кутикулою; деякі із цих волосків мають розетку із дрібних кулястих горбочків, розташованих нижче проміжної клітини ніжки [G]; фрагменти сосочкоподібної епідерми внутрішньої поверхні пелюсток (вигляд зверху [J], вигляд збоку [P]); фрагменти епідерми чашечки із клітин зі звивистими оболонками та призматичними кристалами кальцію оксалату [Q]; кулясті пилкові зерна близько 45 мкм у діаметрі, із 5 щілиноподібними порами та 6 стрічкоподібними борозенками, що розходяться радіально від полюсів [A, D, E, F]; зрідка фрагменти епідерми листка з продиховими апаратами, переважно діацитного типу (2.8.3) [B]; фрагменти провідної тканини зі спіральними судинами та паренхімою, в деяких клітинах якої містяться дрібні друзи кальцію оксалату [N],

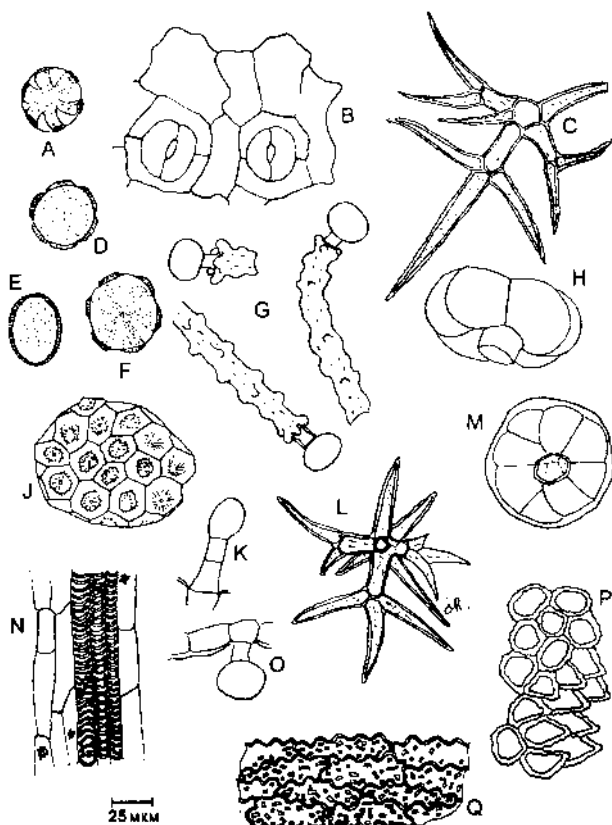


Рисунок 1534.-1.- Діагностичні структури лаванди квіток (Ідентифікація В)

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 0.5 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 5 мл *гексану Р*, струшують протягом 5 хв і фільтрують.

Розчин порівняння. 10 мкл ліналолу *Рі* 10 мкл ліналілацетату *Р* розчиняють у 5 мл *гексану Р*.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю *Р*.

Рухома фаза: етилацетат *Р*- толуол *Р* (5:95).

Об'єм проб'. 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують *анісового альдегіду розчином Р*, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв і переглядають при денному світлі.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння у нижній третині виявляється сірувато-синя зона (ліналол) та сірувато-синя зона у середній третині (ліналілацетат). На хроматограмі випробовуваного розчину виявляються зони, відповідні ліналолу та ліналілацетату, та посередині між цими зонами червонувато-фіолетова зона (епоксидигідрокаріо- філен). Також виявляються інші зони.

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні на інші види та різновиди лаванди.

Результати: 5 основних піків на хроматограмі розчину порівняння подібні за часом утримування до відповідних піків на хроматограмі випробовуваного розчину. Серед них переважають піки ліналолу та ліналілацетату.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 % стебел і не більше 2 % інших сторонніх домішок.

Інші види та різновиди лаванди. Газова хроматографія (2.2.28) : метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. 0.2 мл суміші ефірної олії і ксилолу *Р*, одержаної при кількісному визначенні, доводять *гексаном* Ядо 5 мл, додають 1 г *натрію сульфату безводного Р*, струшують та використовують надосадову рідину.

Розчин порівняння. 0.1 г лимонену *Р*, 0.2 г цинеолу *Р*, 0.05 г камфори *Р*, 0.4 г ліналолу *Р*, 0.6 г ліналілацетату *Р* і 0.2 г *α-терпінеолу Р* розчиняють у 100 мл *гексану Р*.

Колонка:

—матеріал: кварц,

—розмір: 60 м x 0.25 мм,

—нерухома фаза: макрогол 20000 *Р*.

Газ-носії: гелій для хроматографії *Р*.

Швидкість газу-носія: 1.5 мл/хв.

Поділ потоку: 1:100.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-15 15-70	70 0 4' 0 0 0
Блок вводу проб		220
Детектор		220

Детектор: полуменеві-іонізаційний.

Інжекції: однаковий об'єм кожного розчину.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння. Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

—ступінь розділення: не менше 1.5 між піками лимонену та цинеолу;

—число теоретичних тарілок: не менше 30000, розраховане для піка лимонену при температурі 110 °C.

Використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння, визначають положення 6 компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину. Не враховують піки гексану та ксилолу.

Нормування:

—камфора: не більше 1 %.

Вода (2.2.13). Не більше 100 мл/кг. Визначення проводять із 20.0 г сировини.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 9.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 20.0 г сировини, круглодонну колбу місткістю 1000 мл, 500 мл води. Як дистиляційну рідину та 0.5 мл ксилолу R_u градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год.

ЛАВАНДОВА ОЛІЯ

Lavandulae aetheroleum

LAVENDER OIL

Ефірна олія, одержана із квітучих верхівок *Lavandula angustifolia* Mill. (*Lavandula officinalis* Chaix) методом перегонки з водяною парою.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Прозора, безбарвна або блідо-жовтого кольору рідина.

Запах. Олія має складний запах, який нагадує запах ліналілацетату.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Перша ідентифікація: В.

Друга ідентифікація: А.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 20 мкл субстанції розчиняють в 1 мл толуолу Р.

Розчин порівняння. 10 мкл ліналолу Р, 10 мкл цинеолу Р і 10 мкл ліналілацетату Р розчиняють в 1 мл толуолу Р.

Пластика: ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р ((5-40) мкм) (або ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р (2-10) мкм)).

Рухома фаза: етилацетат Р - толуол Р (5:95).

Об'єм проб: 10 мкл (або 2 мкл), смугами 10 мм (або 5 мм)

Відстань, яку має пройти рухома фаза: 10 см (або 7 см) від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують анісового альдегіду розчином Р, нагрівають при температурі (100-105) °C протягом (5-10) хв і відразу переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися інші зони фіолетово-червоного або зеленувато-коричневого забарвлення вище зони ліналілацетату, безпосередньо близько фронту розчинника.

Верхня частина пластинки	
	фіолетово-червона або зеленувато-коричнева зона
ліналілацетат: фіолетова або коричнева зона	фіолетова або коричнева зона (ліналіл ацетат) фіолетово-червона зона
1,8-цинеол: фіолетово-коричнева зона ліналол: фіолетова або коричнева зона	можлива наявність слабкої фіолетово-коричневої зони (1,8- цинеол) фіолетова або коричнева зона (ліналол) слаба жовтаво-коричнева зона декілька нерозділених зон
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні на хроматографічний профіль.

Результати: часи утримування характерних піків на хроматограмі випробовуваного розчину мають співпадати із часами утримування характерних піків на хроматограмі розчину порівняння (а).

ВИПРОБУВАННЯ

Відносна густина (2.2.5). Від 0.878 до 0.892.

Показник заломлення (2.2.6). Від 1.455 до 1.466.

Оптичне обертання (2.2.7). Від -12.5° до -6.0° .

Кислотне число (2.5.1). Не більше 1.0.5.0 г субстанції розчиняють у 50 мл зазначеної суміші розчинників.

Хроматографічний профіль. Газова хроматографія (2.2.28) : метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. 200 мкл випробовуваної субстанції розчиняють у гептані Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10.0 мл.

Розчин порівняння (а). 5 мкл лимонену Р, 5 мкл цинеолу Р, 5 мкл 3-октанону Р, 5 мг камфори Р, 40 мкл ліналолу Р, 50 мкл ліналілацетату Р, 10 мкл терпінен-4-олу Р, 5 мкл лавандулілацетату Р, 5 мкл лавандулолу Р і 5 мг а-терпінеола Р розчиняють у гептані Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10.0 мл.

Розчин порівняння (Б). 5 мг лимонену Р розчиняють у гептані Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 50.0 мл. 0.5 мл одержаного розчину доводять гептаном Р до об'єму 5.0 мл.

Колонка'.

—матеріал: кварц,

—розмір: 60 м x 0.25 мм,

—нерухома фаза: макрогол 20000 Р (товщина шару 0.25 мкм).

Газ-носії: гелій для хроматографії Р.

Лінійна швидкість газу-носія: 1.5 мл/хв.

Поділ потоку: 1:50.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-15 15-70	70 70 -> 180
Блок вводу проб		220
Детектор		220

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 1 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння (а). Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (а):

—ступінь розділення: не менше 1.4 між піками терпінен-4-олу та лавандулілацетату.

Використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння (а), визначають положення компонентів розчину порівняння (а) на хроматограмі випробовуваного розчину.

Визначають вміст кожного з цих компонентів, у відсотках.

Вміст компонентів, у відсотках, має знаходитися у таких межах:

—лимонен: не більше 1.0 %,

—1,8-цинеол: не більше 2.5 %,

—3-октанон: від 0.1 % до 5.0 %,

—камфора: не більше 1.2 %,

—ліналол: від 20.0 % до 45.0 %,

—ліналілацетат: від 25.0 % до 47.0 %,

—терпінен-4-ол: від 0.1 % до 8.0 %,

—лавандулілацетат: не менше 0.2 %,

—лавандулол: не менше 0.1 %,

—а-терпінеола: не більше 2.0 %,

—не враховують: піки, площа яких становить менше площі основного піка на хроматограмі розчину порівняння (Б) (0.05%).

Хіральна чистота. Газова хроматографія (2.2.28).

Випробовуваний розчин. 0.02 г субстанції розчиняють у пентані Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Розчин порівняння. 10 мкл ліналолу Р (суміш (і?)-ліналолу і (S)-ліналолу) розчиняють у пентані Р, додають 5 мг борнеолу Р і 10 мкл ліналілацетату Р (суміш (і?)-ліналілацетату і (S)-ліналілацетату) і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Ламінарії слані*

Колонка'.

—матеріал: кварц,

—розмір: 25 м x 0.25 мм,

—нерухома фаза: β -циклодекстрин модифікований для хіральної хроматографії Р (товщина шару 0.25 мкм).

Газ-носії: гелій для хроматографії Р.

Лінійна швидкість газу-носія: 1.3 мл/хв.

Поділ потоку. 1:30.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-65	50 180
Блок вводу проб		230
Детектор		230

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції. 1 мкл.

Порядок виходу піків'. (У?)-ліналол, (S)-ліналол, борнеол, (Л)-ліналілацетат, (S)-ліналілацетат; залежно від умов проведення випробування та стану колонки, пік борнеолу може виходити перед або після піка (і)-ліналолу. Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

—ступінь розділення: не менше 5.5 між піками (і?)-ліналолу і (S)-ліналолу, не менше 2.9 між піками (і)-ліналолу та борнеолу, не менше 2.0 між піками (і?)-ліналілацетату і (і)-ліналілацетату.

Вміст (Л)-енантіомерів, у відсотках, обчислюють за формулою:

де:

A_S — площа піка (і)-енантіомера, A_R — площа піка (і?)-енантіомера.

Нормування:

—(S)-ліналол: не більше 12 %,

—(S)-ліналілацетат: не більше 1 %.

ЗБЕРІГАННЯ

При температурі не вищій 25 °C.

ЛЮБИСТКУ КОРЕНІ

Levistici radix

LOVAGEROOT

Цілі або різані, висушені кореневища та корені *Levisticum officinale* Koch.

Вміст: не менше 4.0 мл/кг ефірної олії для цілої сировини та не менше 3.0 мл/кг для різаної сировини, у перерахунку на суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Кореневище та крупні корені часто подовжньо тріщинуваті. Кореневище коротке, до 5 см у діаметрі, світло-сірувато-коричневого або жовтаво-коричневого кольору, нерозгалужене або із декількома горбочками; корені мало розгалужені, такого ж кольору як і кореневище; вони, звичайно, 1.5 см завтовшки та близько 25 см завдовжки; злам, звичайно, гладенький, виявляється дуже широка жовтаво-біла кора та вузька коричнювато-жовта деревина.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок коричнювато-жовтого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: клітини корка, багатокутні або округлі (вигляд зверху), із коричневим вмістом; чисельні клітини паренхіми, переважно округлі та тонкостінні, але деякі із товстішими оболонками; групи дрібних, сітчасто потовщених судин, оточених дрібноклітинною, нездерев'янілою паренхімою; фрагменти крупніших судин із сітчастим потовщенням, до 125 мкм у діаметрі; фрагменти секреторних каналів до 180 мкм завширшки. Переглядають під мікроскопом, використовуючи розчин 50 % (об/об) *гліцерину Р*. У порошку виявляються крохмальні зерна, прості, округлі або яйцеподібні до 12 мкм та численні крупніші складні крохмальні зерна, переважно із декількох компонентів.

С. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні *Angelica* та *Ligusticum*, описані у Європейській Фармакопеї.

Результати А: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші слабкі флуоресціюючі зони.

Верхня частина пластинки	
(Z)- лігустилід: синювато- біла флуоресціююча зона	синювато-біла флуоресціююча зона
остол: синя флуоресціююча зона імператорин: білувата флуоресціююча зона	слаба білувата флуоресціююча зона
	слаба білувата флуоресціююча зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

Результати В: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші слабкі зони поглинання.

Верхня частина пластинки	
(Z)- лігустилід: синювата флуоресціююча зона	синювата флуоресціююча зона
остол: зона поглинання імператорин: зона поглинання	слаба зона поглинання
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

Результати С: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші слабкі зони.

Верхня частина пластинки	
(Z)- лігустилід: сіра зона	2 помітні червонуваті зони сіра зона
остол: фіолетова зона імператорин: сіра зона	
	2 пурпурові зони чітка коричнева зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Види *Angelica* та *Ligusticum*, описані в Європейській Фармакопеї. Тонкошарова хроматографія {2.2.27}.

Випробовуваний розчин. До 1 г свіжоздрібненої на порошок сировини (355) {2.9.12} додають 4 мл *гентану* Р, обробляють ультразвуком протягом 5 хв, центрифугують і використовують надосадову рідину.

Розчин порівняння. Імг імператорину Р, Імг (Z)-Аіеустиліду Я та 1 мг остолу ^розчиняють у 10 мл метанолу Р.

Пластинка: ТШХпластинка із шаром силікагелю F₂₅₄ Р ((2-10) мкм).

Рухома фаза\ оцтова кислота льодяна Р - етилацетат Р - толуол Р (1:10:90).

Об'єм проб: 4 мкл, смугами 8 мм.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 6 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

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

Результати А: на хроматограмі випробовуваного розчину не має виявлятися синя флуоресціююча зона дещо нижче або вище зони, відповідної імператорину на хроматограмі розчину порівняння.

Виявлення В: переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 254 нм.

Результати В: на хроматограмі випробовуваного розчину не має виявлятися зона на рівні або дещо нижче зони, відповідної імператорину на хроматограмі розчину порівняння.

Виявлення С: обробляють розчином *сірчана кислота Р*-заморожений *метанол Р*(20:180); нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 5 хв і переглядають при денному світлі.

Результати С: на хроматограмі випробовуваного розчину не має виявлятися пурпурова зона між 2 червонуватими зонами у верхній частині хроматограми та зоною (^-лігустиліду на хроматограмі розчину порівняння; на хроматограмі випробовуваного розчину не має виявлятися пурпурова зона між зонами (2)-лігустиліду та остолу на хроматограмі розчину порівняння.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 %. Визначення проводять із 50 г сировини.

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 8.0 %.

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

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують колбу місткістю 2 л, 10 крапель *ва-зелінового масла Р*, 500 мл *води Р* як дистиляційну рідину та 0.50 мл *ксилолу Р* у градуйованій трубці. Сировину подрібнюють на порошок (500) (2.9.12), відразу використовують 40.0 г порошку для визначення. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 4 год.

$$\frac{A_1 \times m_2 \times p \times 8}{A_2 \times m_1},$$

де:

A_1 — площа піка олеуропеїну на хроматограмі випробовуваного розчину,

A_2 — площа піка олеуропеїну на хроматограмі розчину порівняння, m_1 — маса наважки сировини, використаної для приготування випробовуваного розчину, у грамах,

m_2 — маса наважки ФСЗ олеуропеїну, використаного для приготування розчину порівняння, у грамах,

p — вміст олеуропеїну у ФСЗ олеуропеїну, у відсотках.

МАТЕРИНКА

Origanum herba

OREGANO

Висушені, відділені від стебел листки та квітки *Origanum onites* L. або *Origanum vulgare* L. subsp. *hirtum* (Link) Ietsw., або суміш обох видів.

Вміст:

— ефірна олія: не менше 25 мл/кг, у перерахунку на безводну сировину;

— сума карвакролу та тимолу (обидва $C_{10}H_{14}O$; М.м. 150.2): не менше 60 % у ефірній олії.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. *O. onites*. Листки жовтаво-зелені, звичайно (4-22) мм завдовжки та (3-14) мм завширшки, довго- або короткочерешкові, або сидячі. Пластинка яй

цеподібної, еліптичної або яйцеподібно-ланцетної форми. Краї її цільні або зубчасті, верхівка загострена або тупа. Жилки жовтаві та помітні на адаксіальній поверхні. Квітки поодинокі або у відламаних частинах щитка. Чашечка дорівнює приквітку за розміром і непомітна. Віночок білий, на верхівці суцвіть або поодиноких квіток, або непомітний. Приквітки розташовані черепитчасто і такого ж кольору як і листки. Сировина містить частини стебел жовтавого або жовтаво-коричневого кольору.

O. vulgare (subsp. *hirtum*). Листки зелені, звичайно (3-28) мм завдовжки та (2.5-19) мм завширшки, черешкові або сидячі. Пластинка яйцеподібною або яйцеподібно-еліптичної форми. Краї її цільні або зубчасті, верхівка загострена або тупа. Квітки трапляються лише у відламаних частинах щитків. Приквітки зеленувато-жовті та розташовані черепитчасто. Чашечка дорівнює віночку за розміром і непомітна. Віночок білий, на верхівці суцвіть, ледь помітний або непомітний.

В. Сировину подрібнюють на порошок (710) (2.9.12). Порошок зеленого (*O. vulgare*) або жовтаво-зеленого (*O. onites*) кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи хлоральгідрату розчин Р (Рисунок 1880.-1).

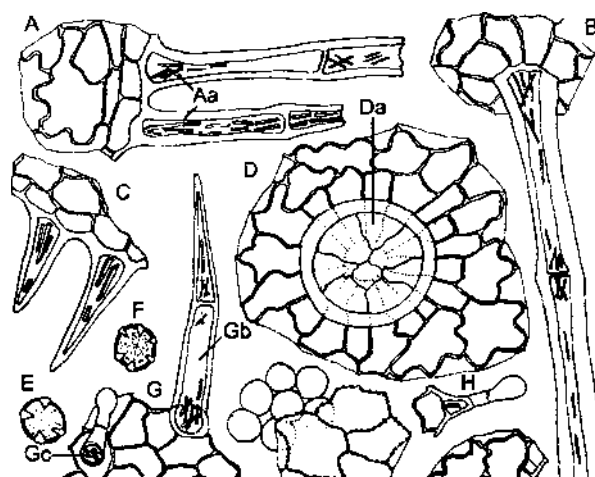


Рисунок 1880.-1 .-Діагностичні структури материнки (Ідентифікація В)

У порошку *O. onites* виявляються: фрагменти епідерми листка [А, D, G] із основних клітин зі звивистими оболонками, продигових апаратів діадитного типу (2.8.3) [Ga], покривних і залозистих волосків; ефіро

олійні залозки lamіaceous типу із (8-16) секреторних клітин (вигляд зверху [Da]); залозисті волоски із одноклітинною голівкою та одно- [Gc], дво- [H] або триклітинною ніжкою; покривні волоски гладенькі, товстостінні; деякі багатоклітинні [B, Gb], часто поламані [Aa] та містять призматичні кристали кальцію оксалату, тоді як інші, що трапляються рідше, одноклітинні та конічні [C]; рубці від покривних і залозистих волосків наявні на епідермах [Gd, Ge]; пилкові зерна з гладенькою екзиною трапляються часто [E, F],

У порошку *O. vulgare* subsp. *hirtum* виявляються: фрагменти верхньої епідерми із основних клітин зі звивистими, намистоподібними оболонками з прилеглою палісадною паренхімою [J]; фрагменти нижньої епідерми [N] із основних клітин із гонко та нерівномірно потовщеними оболонками, продихових апаратів діадитного типу (2.8.3) [Na], покривних і залозистих волосків; ефіроолійні залозки lamіaceous типу із 12 секреторних клітин (вигляд зверху [Nb]); зрідка залозисті волоски із одноклітинною голівкою [Nc] та дво- або триклітинною ніжкою; покривні волоски мають товсті, бородавчасті оболонки та тонкі голчасті кристали кальцію оксалату; деякі конічні, багатоклітинні та зубчасті [L, M], тоді як інші, що трапляються рідше, одноклітинні [K]; зрідка трапляються пилкові зерна з гладенькою екзиною [E, F],

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 1.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 5 мл метиленхлориду Р, струшують протягом 3 хв і фільтрують над 2 г натрію сульфату безводного Р.

Розчин порівняння. 1 мг тимолу Р і 10 мкл карвакро- лу Р розчиняють у 10 мл метиленхлориду Р.

Пластика: ТШХ пластика із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: метиленхлорид Р.

Об'єм проб: 20 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують анісового альдегіду розчином Р, використовуючи 10 мл на пластинку площею 200 мм², і нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 10 хв.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину у нижній третині та верхній частині можуть виявлятися також інші зони.

Верхня частина пластинки	
	синювато-пурпурова зона
тимол: рожева зона карвакрол: блідо- фіолетова зона	бліда зелена зона рожева зона (тимол) блідо- фіолетова зона (карвакрол)
	блідо-пурпурова зона сіра зона блідо-зелена зона синювато-пурпурова зона інтенсивна коричнева зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Вода (2.2.13). Не більше 120 мл/кг. Визначення проводять із 20.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12).

Загальна зола (2.4.16). Не більше 15.0 %.

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 4.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія (2.8.12). Використовують 30.0 г сировини, круглодонну колбу місткістю 1000 мл і 400 мл води Р як дистиляційну рідину. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год без ксилолу Р у градуйованій трубці.

Карвакрол і тимол. Газова хроматографія (2.2.28): метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. Ефірну олію, одержану при визначенні кількісного вмісту ефірної олії, фільтрують над невеликою кількістю натрію сульфату безводного Р і доводять об'єм гептаном Р до 5.0 мл, обполіскуючи прилад і натрію сульфат безводний.

Розчин порівняння. 0.20 г тимолу Р і 50 мг карвакро- лу Р розчиняють у гептані Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 5.0 мл.

Колонка:

—матеріал: кварц,

—розмір: 60 м x 0.25 мм;

—нерухома фаза: макрогол 20000 Р (товщина шару 0.25 мкм).

Газ-носії: азот для хроматографії Рабо гелій для хроматографії Р.

Швидкість газу-носія: 1.5 мл/хв.

Події потоку. 1:100.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
колонка	0-45	40 -> 250
блок вводу проб		190
детектор		210

Детектор\ полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 0.2 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння. Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

—ступінь розділення: не менше 1.5 між піками тимолу та карвакролу.

Використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння, визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину.

Обчислюють вміст суми карвакролу та тимолу, у відсотках.

МАТЕРИНКИ ТРАВА⁴

Origanum vulgare herba

Ціла або різана, висушена трава *Origanum vulgare* L., зібрана у фазу цвітіння.

Вміст:

- сума флавоноїдів: не менше 1.5 % у перерахунку на лютеолін 7-глюкозид ($C_{23}H_{24}O_{10}$; М.м. 460) і суху сировину;
- ефірна олія: не менше 1 мл/кг, у перерахунку на суху сировину для цілої сировини та не менше 0.8 мл/кг, у перерахунку на суху сировину для різаної сировини.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Цілі або частково здрібнені, олистяні квітконосні пагони із чотиригранними зеленими або пурпуровими, м'яко опушеними або майже голими стеблами до 20 см завдовжки. Листки (20-40) мм завдовжки, супротивні, із опушеними черешками та довгасто-яйцеподібною пластинкою із дрібнозубчастим або майже цільним краєм і загостреною

або тупою верхівкою. Квітки у пазушних півзонтиках, зібраних у розлогі, багатоквіткові, щиткопо- дібні волоті. Приквітки довші за чашечку, довгасті або обернено-яйцеподібно-еліптичні, гострі, зеленувато-пурпурові або темно-пурпурові. Чашечка не відрізняється за забарвленням від приквітків, дзвоникувата, із трикутно-ланцетоподібними зубцями, гола або із рідкими волосками. Віночок двогубий, від коричнювато-пурпурового до коричнювато- рожевого кольору, (3-6) мм завдовжки, його трубка дещо довша за чашечку.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок від зеленого до сірувато-зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються: численні грубо бородавчасті покривні волоски, що складаються із (1-7) клітин, які містять призматичні кристали кальцію оксалату; фрагменти верхньої епідерми із клітин зі слабо звивистими оболонками; фрагменти нижньої епідерми із клітин із більш звивистими оболонками та численних продихових апаратів діацитного типу (2.8.3); фрагменти пластинки листка із характерними для *Bamiaceae* 8-клітинними ефіроолійними залозками із розеткою клітин епідерми у місці їх прикріплення; залозисті волоски із одноклітинною ніжкою та овальною одноклітинною голівкою; кулясті пилкові зерна із гладенькою екзиною.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 1.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 5 мл метиленхлориду Р, струшують протягом 3 хв і фільтрують над 2 г натрію сульфату безводного Р.

Розчин порівняння. 1 мг ФСЗ ДФУ тимолу розчиняють у 10 мл метиленхлориду Р.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силикагелю Р.

Рухома фаза: метиленхлорид Р.

Об'єм проб: 20 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують анісового альдегіду розчином Р, використовуючи 10 мл на пластинку площею 200 мм², нагрівають при температурі (100-105) °C протягом 10 хв і переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші зони.

Верхня частина пластинки	
тимол: рожева зона	фіолетова зона
	інтенсивна фіолетова або коричнево-фіолетова зона
	рожево-фіолетова зона
	слаба синьо-фіолетова зона синьо-фіолетова зона
	сіра або світло-зелена зона інтенсивна коричнево-фіолетова зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні Домішки (2.8.2). Не більше 7 % почорнілих і побурілих частин рослини; не більше 40 % шматочків стебел і бічних гілочок, 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 здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 15.0 %.

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 4.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Сума флавоноїдів (2.2.25).

Вихідний розчин 1.0.200 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) поміщають у колбу місткістю 200 мл, додають 40 мл *етанолу (60 %, об/об) Р*, нагрівають у водяній бані при температурі 60 °С протягом 10 хв, обережно струшуючи, охолоджують і фільтрують крізь тампон із вати у мірну колбу місткістю 100 мл. Поміщають тампон із вати із залишком сировини у ту саму колбу місткістю 200 мл, додають 40 мл *етанолу (60 %, об/об) Р*, знову нагрівають у водяній бані при температурі 60 °С протягом 10 хв, обережно струшуючи, охолоджують і фільтрують у ту саму мірну колбу місткістю 100 мл. Колбу місткістю 200 мл і фільтр обполіскують *етанолом (60 %, об/об) Р*, промивну рідину переносять у ту саму мірну колбу місткістю 100 мл, доводять об'єм суміші *етанолом (60 %, об/об) Р* до 100 мл і фільтрують.

Випробовуваний розчин. 5.0 мл вихідного розчину 1 поміщають у круглодонну колбу та упарюють на

сухо під зниженим тиском. Одержаний залишок за допомогою 8 мл суміші *метанол Р - оцтова кислота безводна 7^а (10:100)* переносять у мірну колбу місткістю 25 мл. Круглодонну колбу обполіскують 3 мл суміші *метанол Р - оцтова кислота безводна Р (10:100)*

1 промивну рідину поміщають у ту саму мірну колбу місткістю 25 мл. До одержаного розчину додають 10.0 мл розчину, що містить 25.0 г/л *борної кислоти Р*, 20.0 г/л *цавлевої кислоти Р* у *мурашиній кислоті безводній Р*, і доводять об'єм розчину *оцтовою кислотою безводною Р* до 25.0 мл.

Компенсаційний розчин 1. 5.0 мл вихідного розчину 1 поміщають у круглодонну колбу та упарюють насухо під зниженим тиском. Одержаний залишок за допомогою 8 мл суміші *метанол Р - оцтова кислота безводна Р (10:100)* переносять у мірну колбу місткістю 25 мл. Обполіскують круглодонну колбу 3 мл суміші *метанол Р - оцтова кислота безводна Р (10:100)* і промивну рідину поміщають у ту саму мірну колбу місткістю 25 мл. До одержаного розчину додають 10.0 мл *мурашиної кислоти безводної Р* і доводять об'єм розчину *оцтовою кислотою безводною Р* до 25.0 мл.

Вихідний розчин 2.0.015 г (точна наважка) *ФСЗ ДФУ лютеолін 7-глюкозиду* або 0.010 г (точна наважка) *ФСЗ ДФУ лютеоліну* поміщають у мірну колбу місткістю 100 мл, розчиняють у 70 мл *метанолу Р*, доводять об'єм розчину тим самим розчинником до позначки і перемішують.

Розчин порівняння. 1.0 мл вихідного розчину 2 переносять у мірну колбу місткістю 25 мл, додають 10.0 мл розчину, що містить 25.0 г/л *борної кислоти Р*, 20.0 г/л *цавлевої кислоти Р* у *мурашиній кислоті безводній Р*, і доводять об'єм розчину *оцтовою кислотою безводною Р* до 25.0 мл.

Компенсаційний розчин 2. 1.0 мл вихідного розчину 2 переносять у мірну колбу місткістю 25 мл, додають 10.0 мл *мурашиної кислоти безводної Р* і доводять об'єм розчину *оцтовою кислотою безводною Р* до 25.0 мл

Оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину вимірюють через 30 хв після приготування за довжини хвилі 410 нм відносно компенсаційного розчину 1.

Паралельно вимірюють оптичну густину розчину порівняння відносно компенсаційного розчину 2.

Вміст суми флавоноїдів, у перерахунку на лютеолін 7-глюкозид і суху сировину, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_0 \times 20 \times P}{A_0 \times m \times (100 - W)},$$

де:

A_x — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 410 нм,

A_0 — оптична густина розчину порівняння за довжини хвилі 410 нм,

P_0 — маса наважки *ФСЗДФУ* лютеолін 7-глюкозиду, у грамах,
 m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах,
 P — вміст лютеолін 7-глюкозиду у *ФСЗДФУ* лютеолін 7-глюкозиду, у відсотках,
 W — втрата в масі при висушуванні сировини, у відсотках,
або за формулою:

$$A \times m_0 \times 20 \times P \times 1.63 \\ A \times m \times (100 - W) \cdot$$

де:
 A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 410 нм,
 $4>$ — оптична густина розчину порівняння за довжини хвилі 410 нм,
 m_0 — маса наважки *ФСЗДФУ* лютеоліну, у грамах,
 m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах,
 1.63 — коефіцієнт перерахунку лютеоліну на лютеолін-7-глюкозид,
 P — вміст лютеоліну у *ФСЗДФУ* лютеоліну, у відсотках,
 W — втрата в масі при висушуванні сировини, у відсотках.

Ефірна олія (2.8.12). Використовують 30.0 г сировини, круглодонну колбу місткістю 1000 мл і 400 мл води Ряк дистиляційну рідину. Перегонку проводять зі швидкістю (2 -3) мл/хв протягом 2 год без *кислоту Р* у градуйованій трубі.

При визначенні вмісту ефірної олії допускається використання аналогічних приладів із ціною поділки 0.02 мл.

МЕЛІСИ ЛИСТЯ

Melissae folium

MELISSA LEAF

Висушені листки *Melissa officinalis* L.

Вміст: не менше 1.0 % розмаринової кислоти ($C_{18}H_{16}O_8$; *М.м.* 360.3), у перерахунку на суху сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Запах сировини нагадує запах лимона.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Листки мають черешок, довжина якого варіює; пластинка широко яйцеподібна, до 8 см завдовжки і 5 см завширшки, із загостреною верхівкою та від заокругленої до серцеподібної основою; краї пластинки від городчастої до зубчастої форми. Верхня поверхня інтенсивно зелена, нижня поверхня бліднувато-зелена, із помітною середньою жилкою та виступаючим сітчастим жилкуванням; розсіяні волоски трапляються на верхній поверхні і вздовж жилок на нижній поверхні, що також помітно плямиста.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок зеленуватого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату* розчин *Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1447.-1): фрагменти верхньої епідерми (вигляд зверху) із клітин зі звивистими оболонками [А, В, G], деколи із прилеглою палисадною паренхімою [Аа]; фрагменти нижньої епідерми [D] із продиховими апаратами діадитного типу (2.8.3) [Db]; короткі, прямі, одноклітинні, конічні покривні волоски із помітно складчастою кутикулою, вільні [Е] або прикріплені до епідерми [Da]; багатоклітинні, однорядні покривні волоски із загостреними кінцями та товстою, бородавчастою кутикулою [С]; вісьмиклітинні ефіроолійні залозки *lamiaceous* типу (вигляд зверху [Ga]); залозисті волоски із від одноклітинних до триклітинних ніжками та одноклітинними або, значно рідше, двоклітинними голівками (вигляд зверху [Ba] або у поперечному зрізі [F]).

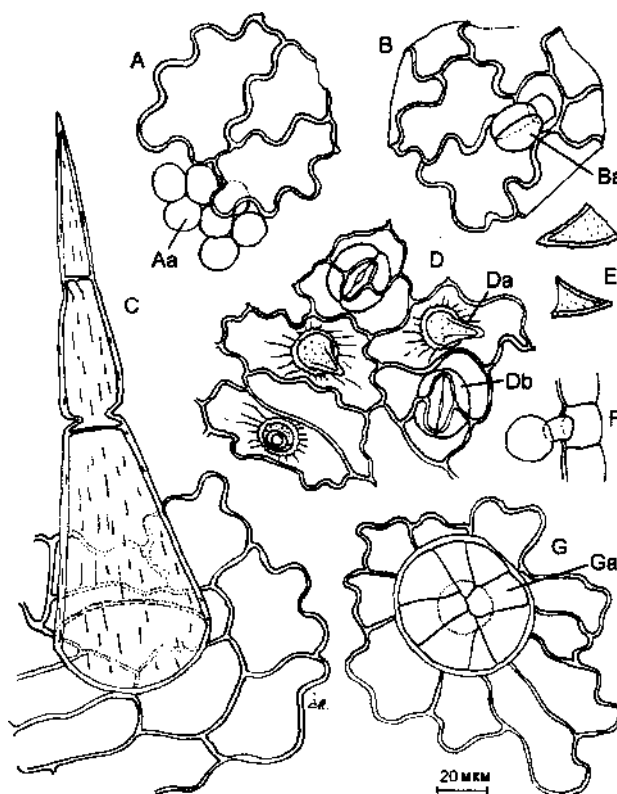


Рисунок 1447.-1. -Діагностичні структури меліси листя (Ідентифікація В)

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 2.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) поміщають у круглодонну колбу місткістю 250 мл, додають 100 мл *води Р*. Переганяють протягом 1 год, використовуючи апарат для визначення ефірних олій у рослинній сировині (2.8.12) та 0.5 мл *ксилолу Р* у градуйованій трубці; органічну фазу після дистиляції переносять у мірну колбу місткістю 1 мл, обполіскують градуйовану трубку апарата за допомогою невеликої порції *ксилолу Р* і доводять об'єм тим самим розчинником до 1.0 мл.

Розчин порівняння. 1 мкл *цитронелалю Р* і 10.0 мкл *цитралю Р* (що складається із нералю і гераніалю) розчиняють у 25 мл *ксилолу Р*.

Пластика: ТШХ пластика із шаром силікагелю Р ((5-40) мкм) (або ТШХ пластика із шаром силікагелю Р (2-10) мкм)).

Рухома фаза: етилацетат Р - гексан Р (10:90).

Об'єм проб: 20 мкл (або 4 мкл), смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: у ненасиченій камері близько 15 см (або 6 см) від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують *анісового альдегіду розчином Р*, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (10-15) хв; переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння і випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші зони.

Верхня частина пластинки	
цитронелаль: сіра або сірувато-фіолетова зона на межі між верхньою та середньою третинами	сіра або сірувато-фіолетова зона (цитронелаль) на межі між верхньою та середньою третинами червонувато-фіолетова зона
цитраль: 2 сірувато-фіолетові або синювато-фіолетові зони на межі між середньою та нижньою третинами	2 сірувато-фіолетові або синювато-фіолетові зони (цитраль) на межі між середньою та нижньою третинами
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 10 % стебел із діаметром понад 1 мм; не більше 2 % інших сторонніх домішок. Визначення проводять із 20 г сировини.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 10.0 %. 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 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Рідина хроматографія (2.2.29).

Випробовуваний розчин. Використовують коричневі скляні колби. 0.100 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) диспергують у 90 мл *етанолу (50 %, об/об) Р*, кип'ятять у водяній бані зі зворотним холодильником протягом 30 хв, охолоджують і фільтрують у мірну колбу місткістю 100 мл, колбу і фільтр промивають 10 мл *етанолу (50 %, об/об) Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100.0 мл. Фільтрують крізь фільтр із діаметром пор 0.45 мкм.

Розчин порівняння (а). 20.0 мг *ФСЗ розмаринової кислоти* розчиняють в *етанолі (50 %, об/об) Р* і доводять об'єм тим самим розчинником до 100.0 мл. 20.0 мл одержаного розчину доводять *етанолом (50 %, об/об) Р* до 100.0 мл.

Розчин порівняння (б). 5.0 мг *ферулової кислоти* /розчиняють у розчині порівняння (а) і доводять об'єм тим самим розчином до 50.0 мл.

Колонка:

— розмір: 0.25 м х 4.6 мм,

—нерухома фаза: силікагель для хроматографії, октадецилсилільний Р (5 мкм).

Рухома фаза:

—рухома фаза А: фосфорна кислота Р - ацетоніт- *рил Р-вода Р* (1:19:III);

—рухома фаза В: фосфорна кислота Р - метанол Р - ацетонітрил Р (1:40:59);

Час (хв)	Рухома фаза А (% об/об)	Рухома фаза В (% об/об)
0-20	100->55	0 -> 45
20-25	55 -> 0	45-> 100
25-30	0^ 100	100 -> 0

Швидкість рухомої фази: 1.2 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 330 нм.

Інжекції: 20 мкл.

Відносне утримування до розмаринової кислоти (час утримування розмаринової кислоти — близько 11 хв): ферулової кислоти — близько 0.8.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (б):

—ступінь розділення: не менше 4.0 між піками ферулової кислоти та розмаринової кислоти.

де:

A — площа піка розмаринової кислоти на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_s — площа піка розмаринової кислоти на хроматограмі розчину порівняння; m_1 — маса наважки сировини, використаної для приготування випробовуваного розчину, у грамах;

m_s — маса наважки *ФСЗ розмаринової кислоти*, використаної для приготування розчину порівняння (a), у грамах; p — вміст розмаринової кислоти у *ФСЗ розмаринової кислоти*, у відсотках.

М'ЯТИ ПЕРЦЕВОЇ ЛИСТЯ

Menthae piperitae folium

PEPPERMINT LEAF

Цілі або різані, висушені листки *Mentha x piperita* L.

Вміст: не менше 12 мл/кг ефірної олії для цілої сировини; не менше 9 мл/кг ефірної олії для різаної сировини, у перерахунку на безводну сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має характерний, проникаючий запах.

Сировина має характерний ароматний смак.

М'яти перцевої листки зеленого або коричнювато- зеленого кольору, у деяких різновидів із коричню- вато-фіолетовими жилками. Черешки зеленого або коричнювато-фіолетового кольору.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Листок цільний, поламаний або різаний, тонкий, ламкий і часто зморшкуватий; цільний листок (3-9) см завдовжки, (1-3) см завширшки. Пластинка овальна або ланцетна, верхівка загострена, край гостро зубчастий, основа асиметрична. Жилкування перисте, виступає на нижній поверхні, бічні жилки відходять під кутом 45° від середньої жилки. Нижня поверхня листка дещо опушена, ефіроолійні залозки видимі при збільшенні (6х) як яскраві жовтаві цяточки. Черешок борозенчастий, звичайно до 1 мм у діаметрі та (0.5-1) см завдовжки.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок коричнювато-зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлораль- гідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 0406.-1): фрагменти епідерми із покривними та залозистими волосками; адаксіальна епідерма (вигляд зверху [В, Н]) із клітин зі звивистими оболонками [На] та складчатою кутикулою над жилками [В], що супроводжується палісадною паренхімою [НБ]; абаксіальна епідерма [С] з продиховими апаратами діацитного типу (2.8.3) [Са]; покривні волоски звичайно фрагментовані, видовжені, однорядні із (3-8) клітин із складчатою кутикулою [А, Е]; залозисті волоски із маленькою, округлою одноклітинною голівкою (15-25) мкм діаметром [D]; ефіроолійні залозки із одноклітинною ніжкою та розширено овальною голівкою (55-70) мкм у діаметрі, що складається із 8 радіально розташованих клітин (вигляд зверху [Вб] або у поперечному зрізі [Ga]); фрагменти краю пластинки листка [F] із клітин ізодіаметричної форми, антиклинальні оболонки яких більш або менш прямі та намістоподібні [Fa], та коротких, конічних, одноклітинних або дво- клітинних покривних волосків [Fb]; фрагменти до- рзовентрального мезофілу (у поперечному зрізі [G]) з одним шаром палісадної паренхіми [Gc] та (4-6) шарами губчастої паренхіми [Gb]. Жовтаві кристали ментолу під кутикулою секреторних клітин мають бути наявними.

М'яти перцевої листя

метрі (вигляд зверху [Ba, Cb] або у поперечному зрізі

[D]); ефіроолійні залозки із одноклітинною ніжкою та розширено овальною голівкою (55-70) мкм у діаметрі, що складається із 8 радіально розташованих клітин (вигляд зверху [Bb] або у поперечному зрізі [Ga]); фрагменти краю пластинки листка [F] із клітин ізодіаметричної форми, антиклинальні оболонки яких більш або менш прямі та намістоподібні [Fa], та коротких, конічних, одноклітинних або дво- клітинних покривних волосків [Fb]; фрагменти до- рзовентрального мезофілу (у поперечному зрізі [G]) з одним шаром палісадної паренхіми [Gc] та (4-6) шарами губчастої паренхіми [Gb]. Жовтаві кристали ментолу під кутикулою секреторних клітин мають бути наявними.

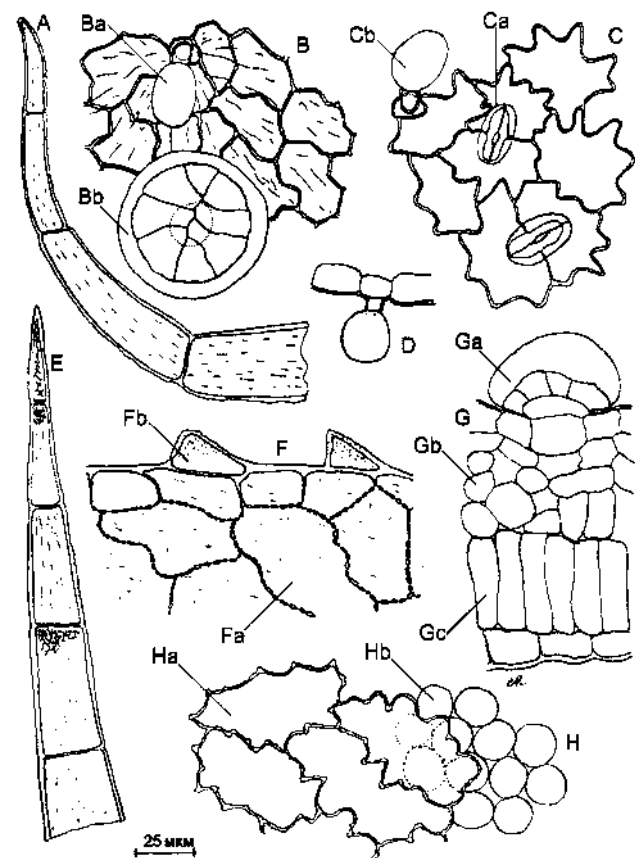


Рисунок 0406.-1 Діагностичні структури м'яти перцевої листя (Ідентифікація В)

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 0.2 г свіжоздрібненої на порошок сировини додають 2 мл *метиленхлориду Р*, струшують протягом декількох хвилин, фільтрують

і упарюють насухо при температурі близько 40 °С. Одержаний залишок розчиняють в 0.1 мл *толуолу Р*.

Розчин порівняння. 50 мг ментолу *P*, 20 мкл цинеолу *P*, 10 мг тимолу *P* і 10 мкл ментилацетату *P* розчиняють у толуолі *P* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Пластинка: ТШХ-пластинка із шаром силікагелю GF₂₅₄ *P*.

Рухома фаза: етилацетат *P* - толуол *P* (5:95).

ДЕРЖАВНА ФАРМАКОПЕЯ УКРАЇНИ 2.0

395

М'яти перцевої листя

Об'єм проб'. 10 мкл розчину порівняння та 20 мкл випробовуваного розчину, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі до видалення розчинників.

Виявлення А: переглядають в УФ - світлі за довжини хвилі 254 нм.

Результати А: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину, крім того, можуть виявлятися інші слабкі зони поглинання.

Верхня частина пластинки	
тимол: зона поглинання	зони поглинання можуть бути наявними (карвон, пулегон)
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

Виявлення В: обприскують анісового альдегіду розчином Р і переглядають при денному світлі після нагрівання при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв.

Результати В: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину, крім того, можуть виявлятися інші слабкі зони.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5 % стебел понад

1.5 мм у діаметрі; не більше 2 % сторонніх часток; не більше 8 % листків із коричневими плямами, що відповідають ділянкам, ураженим *Puccinia menthae*.

Визначення проводять із 10 г сировини.

Вода (2.2.13). Не більше 110 мл/кг, визначення проводять із 20.0 г сировини.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 15.0 %.

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 1.5 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 20.0 г здрібненої сировини, колбу місткістю 500 мл, 200 мл води Р як дистиляційну рідину та 0.50 мл кислоти Р у градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (3-4) мл/хв протягом 2 год.

N

Допускається використання сировини із таким нормуванням.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5 % почорнілих листків; не більше 10 % стебел; не більше 4 % сторонніх часток, у тому числі не більше 1 % домішок мінерального походження.

Вода (2.2.13). Не більше 130 мл/кг, визначення проводять із 20.0 г сировини.

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 6 %.

При визначенні вмісту ефірної олії допускається використання аналогічних приладів із ціною поділки 0.02 мл.

Верхня частина пластинки

інтенсивна фіолетово- червона зона(поблизу фронту розчинника) (вуглеводні)

ментилацетат: фіолетово- синя зона

тимол: рожева зона

цинеол: фіолетово-синя або коричнева зона

фіолетово-синя зона (ментилацетат)

зеленувато-синя зона (ментон)

світло-рожева або сірувато-синя, або сірувато-зелена зони можуть бути наявними (карвон, пулегон, ізоментон)

слаба фіолетово-синя або коричнева зона (цинеол)

ментол: інтенсивна синя або фіолетова зона

інтенсивна синя або фіолетова зона (ментол)

Розчин порівняння
Випробовуваний розчин

ПОЛИН ГІРКИЙ

Absinthii herba

WORMWOOD

Прикореневі листки або слабо олистяні, квітучі верхівки, або суміш цих висушених, цілих або різаних органів *Artemisia absinthium* L.

Вміст: не менше 2 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Листки сіруватого або зеленуватого кольору, густо опушені на обох поверхнях. Прикореневі листки довгочерешкові, із трикутною або овальною, двічі або тричі перисторозсіченою пластинкою із округлими або ланцетними сегментами. Стеблові листки менш розчленовані, верхні листки ланцетні. Стебло у квітконосній частині зеленувато-сірого кольору, повстяне, близько 2.5 мм у діаметрі та, звичайно, із 5 подовжніми сплюсненими борозенками. Кошики зібрані у нещільні волоті, що розвиваються у пазухах ланцетних або слабо перисторозчленованих листків; кошики кулясті або сплюснено півкуляс- тої форми, (2-4) мм у діаметрі, вони складаються із сірої, повстяної обгортки, приквіткі її зовнішнього ряду лінійні, а внутрішнього — овальні, із тупою верхівкою та тонко півчастим краєм; ложе кошика із дуже довгими лусками, близько 1 мм завдовжки або довшими, численними жовтими, трубчастими, двостатевими квітками близько 2 мм завдовжки та декількома жовтими крайовими, несправжньоязич- ковими квітками.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок зеленувато-сірого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1380.-1): численні Т-подібні покривні волоски [А], що складаються із короткої, однорядної ніжки із (1-5) дрібних клітин і розташованої перпендикулярно, дуже довгої, хвилястої верхівкової клітини із загостреними кінцями; фрагменти епідерми (вигляд зверху [D]) із клітин зі звивистими або хвилястими оболонками, продишових апаратів аномоцитного типу (2.8.3) [Da], покривних волосків [Db] і ефіроолійних залозок із олією [Dc] або без олії [Dd], кожна із них має коротку, дворядну, 2-клітинну ніжку та дворядну голівку із (2-4) клітин; ізольовані ефіроолійні залозки (вигляд збоку [C]); фрагменти віночків трубчастих і крайових квіток, деякі із дрібними друзами кальцію оксалату [H]; численні лусочки, кожна із них складається із дрібної клітини-ніжки та дуже довгої, циліндричної, тонкостінної, кінцевої клітини близько (1-1.5) мм завдовжки, цілі лусочки [E] або лише їх дистальна частина [B]; кулясті пилкові зерна, близько 30 мкм у діаметрі, із 3 порами та дрібно бородавчастою екзиною [G]; фрагменти судинної тканини листка [F] або стебла [J] із судин зі спіральними або кільчастими потовщеннями [Fa] або судин із облямованими порами [Ja], волокон [Fb, Jb] і паренхіми із клітин із помірно потовщеними та пористими оболонками [Fc, Jc].

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

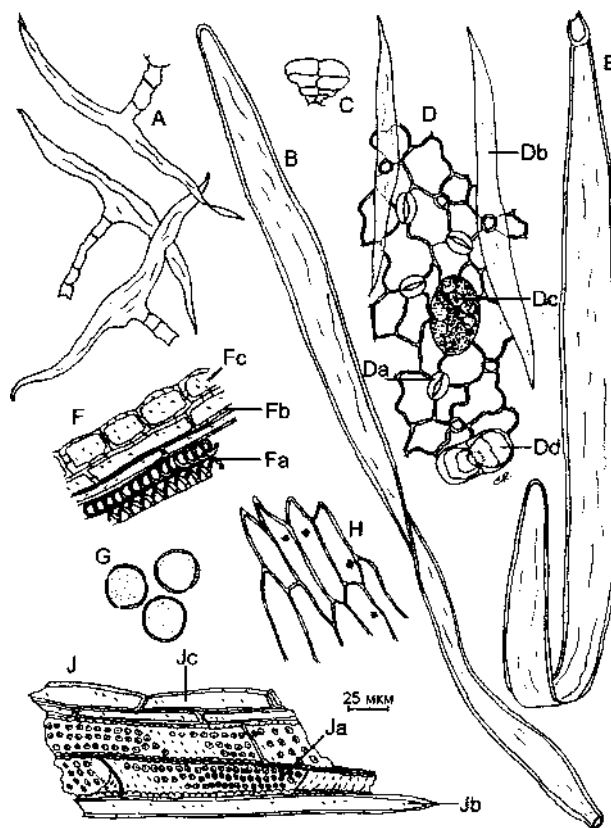


Рисунок 1380.-1. — Діагностичні структури полину гіркого (Ідентифікація В)

Випробовуваний розчин. 2 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) поміщають у 50 мл киплячої *води Р*, витримують протягом 5 хв, струшуючи колбу декілька разів. Після охолодження додають 5 мл розчину 100 г/л *свинцю (II) ацетату Р*, змішують і фільтрують, обполіскують колбу і залишок на фільтрі 20 мл *води Р*, струшують фільтр із залишком із 50 мл *метиленхлориду Р*. Органічний шар відокремлюють, висушують над *натрію сульфатом безводним Р*, фільтрують і упарюють фільтрат насухо на водяній бані, одержаний залишок розчиняють у 0.5 мл *етанолу (96 % Р)*.

Розчин порівняння. 2 мг *метилового червоного Р* \ 2 ш *резорцину Р* розчиняють у 10.0 мл *метанолу Р*.

Пластика: ТШХ пластика із шаром *силікагелю Р*.

Рухома фаза: *ацетон Р* - *оцтова кислота льодяна Р* - *толуол Р* - *метиленхлорид Р* (10:10:30:50).

Об'єм проб: 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення А: обприскують *оцтового ангідриду* - *сірчанної кислоти розчином Рі* переглядають при денному світлі.

Результати А: на хроматограмі випробовуваного розчину виявляється синя зона, відповідна артаб- сину, майже над червоною зоною, відповідною

Полин гіркий

метиловому червоному на хроматограмі розчину порівняння.

Виявлення В: переглядають при денному світлі після нагрівання при температурі (100-105) °С протягом 5 хв.

Результати В: на хроматограмі розчину порівняння у середній третині виявляються червона зона, відповідна метиловому червоному, та нижче неї світло-рожева зона, відповідна резорцину. На хроматограмі випробовуваного розчину виявляється інтенсивна червона або коричнювато-червона зона абсинтину, що відповідає зоні резорцину на хроматограмі розчину порівняння за значенням R_f . Інші видимі зони менш інтенсивні ніж зона, відповідна абсинтину.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5 % стебел більше 4 мм у діаметрі; не більше 2 % інших сторонніх домішок.

Показник гіркоти (2.8.15). Не менше 10 000.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 10.0 %. 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 1.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 50.0 г різаної сировини, круглодонну колбу місткістю 1000 мл, 500 мл води Ряк дистиляційну рідину та 0.5 мл ксилолу Р у градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом не менше 3 год.

Допускається використання сировини із таким нормуванням.

Вміст:

—різана сировина: не менше 1.5 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на суху сировину.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 % потемнілих частин трави; не більше 3 % стебел більше 3 мм у діаметрі; не більше 3.5 % сторонніх часток, у тому числі не більше 1.5 % домішок мінерального походження.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 13 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Випробування, що рекомендується.

Екстрактивні речовини. Не менше 20 %.

1.0 г (точна наважка) здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) поміщають у конічну колбу, додають 50 мл етанолу (70 %, об/об) Р, закривають колбу пробкою, зважують (із точністю ± 0.01 г), витримують протягом 1 год, кип'ятять зі зворотним холодильником протягом 2 год і охолоджують. Колбу закривають тією самою пробкою, зважують, доводять етанолом (70% об/об) Р до початкової маси, перемішують і фільтрують. 25 мл одержаного фільтрату упарюють на водяній бані насухота сушать при температурі (100-105) °С до постійної маси.

Вміст екстрактивних речовин, у відсотках, у перерахунку на суху сировину, обчислюють за формулою:

$$\frac{m \times 200 \times 100}{m_1 \times (100 - W)},$$

де:

m — маса сухого залишку, у грамах,

m_1 — маса наважки сировини, у грамах,

W — втрата в масі при висушуванні, у відсотках.

_____ N

Зазначена сировина має витримувати наведені вище вимоги із такими змінами.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

В. Ефіроолійні залозки при малому збільшенні мікроскопа видимі на фрагментах пластинки листка як світлі плями; при великому збільшенні мікроскопа ефіроолійні залозки трапляються зрідка вздовж краю фрагментів пластинки листка або зав'язі, вони деформовані після висихання сировини: видима лише кутикула, що оточує зім'яті оболонки секреторних клітин.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Перша ідентифікація'. В.

Друга ідентифікація: А.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 мл субстанції розчиняють у толуолі Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Розчин порівняння. 50 мг борнеолу Р, 50 мг борнілацетату Р і 100 мкл цинеолу Р розчиняють у толуолі Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: етилацетат Р - толуол Р (5:95).

Об'єм проб: 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують ваніліну реактивом Р, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 10 хв і відразу переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину у нижній третині виявляються декілька зон від фіолетово-синього до фіолетово-сірого кольору середньої інтенсивності (терпенові спирти).

РОЗМАРИНОВА ОЛІЯ

Rosmarini aetheroleum

ROSEMARY OIL

Ефірна олія, одержана із квітучих надземних частин *Rosmarinus officinalis* L. методом перегонки з водяною парою.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Прозора, рухома, безбарвна або блідо-жовтого кольору рідина. Має характерний запах.

Верхня частина пластинки	
	інтенсивна фіолетова зона
	фіолетово-сіра зона
борнілацетат: синювато-сіра зона слабкої інтенсивності	синювато-сіра зона слабкої інтенсивності (борнілацетат) фіолетово-рожева зона
пинеол: інтенсивна синя зона борнеол: фіолетово-синя зона середньої інтенсивності	інтенсивна синя зона (пинеол) фіолетово-синя зона середньої інтенсивності (борнеол)
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні на хроматографічний профіль.

Результати: характерні піки на хроматограмі випробовуваного розчину повинні мати той самий час утримування, що і на хроматограмі розчину порівняння.

Розмарину листя

ВИПРОБУВАННЯ

Відносна густина (2.2.5). Від 0.895 до 0.920.

Показник заломлення (2.2.6). Від 1.464 до 1.473.

Оптичне обертання (2.2.7). Від -5° до $+8^{\circ}$.

Кислотне число (2.5.1). Не більше 1.0.

Хроматографічний профіль. Газова хроматографія (2.2.28) : метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. 0.20 мл субстанції розчиняють у гексані Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10.0 мл.

Розчин порівняння. 20 мкл а-пінену Р, 10 мг камфену Р, 20 мкл р-пінену Р, 10 мкл (3-мірцену Р, 20 мкл лимонену Р, 50 мкл цинеолу Р, 10 мкл р-цимену Р, 50 мг камфори Р, 30 мг борнілацетату Р, 10 мг а-терпінеола Р, 10 мг борнеолу Р) 10 мкл вербенону Р розчиняють у гексані Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10.0 мл.

Колонка:

—*матеріал:* кварц,

—*розмір:* довжина від 30 м (при цьому товщина шару нерухомої фази має становити 1 мкм) до 60 м (при цьому товщина шару нерухомої фази має становити 0.2 мкм); діаметр (0.25–0.53) мм,

—*нерухома фаза:* макрогол 20000 Р.

Газ-носії: гелій для хроматографії Р.

Швидкість газу-носія: 1 мл/хв.

Поділ потоку: 1:50.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-10	50
	10-85	50 → 200
	85-110	200
Блок вводу проб		200
Детектор		250

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 1 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння. Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

—*ступінь розділення:* не менше 1.5 між піками лимонену та цинеолу і не менше 1.5 між піками а-терпініолу та борнеолу.

Використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння, визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину.

Визначають вміст кожного компонента, у відсотках.

Для розмаринової олії іспанського типу вміст компонентів, у відсотках, має знаходитися у таких межах:

—а-пінен: від 18 % до 26 %,

—камфен: від 8.0 % до 12.0 %,

—р-пінен: від 2.0 % до 6.0 %,

—р-мірцен: від 1.5 % до 5.0 %,

—лимонен: від 2.5 % до 5.0 %,

—цинеол: від 16.0 % до 25.0 %,

—р-цимен: від 1.0 % до 2.2 %,

—камфора: від 13.0 % до 21.0 %,

—борнілацетат: від 0.5 % до 2.5 %,

—а-терпінеола: від 1.0 % до 3.5 %,

—борнеол: від 2.0 % до 4.5 %,

—вербенон: від 0.7 % до 2.5 %.

Для розмаринової олії мароканського та туніського типів вміст компонентів, у відсотках, має знаходитися у таких межах:

—а-пінен: від 9.0 % до 14.0 %,

—камфен: від 2.5 % до 6.0 %,

—fі-пінен: від 4.0 % до 9.0 %,

—р-мірцен: від 1.0 % до 2.0 %,

—лимонен: від 1.5 % до 4.0 %,

—цинеол: від 38.0 % до 55.0 %,

—р-цимен: від 0.8 % до 2.5 %,

—камфора: від 5.0 % до 15.0 %,

—борнілацетат: від 0.1 % до 1.5 %,

—а-терпінеола: від 1.0 % до 2.6 %,

—борнеол: від 1.5 % до 5.0 %,

—вербенон: не більше 0.4 %.

ЗБЕРІГАННЯ

При температурі не вищій 25°C .

МАРКУВАННЯ

Зазначають тип олії (іспанський тип або мароканський та туніський тип).

РОЗМАРИНУ ЛИСТЯ

Rosmarini folium

ROSEMARYLEAF

Цілі, висушені листки *Rosmarinus officinalis* L.

Вміст:

—*ефірна олія:* не менше 12 мл/кг, у перерахунку на безводну сировину,

—сума гідроксикоричних похідних: не менше 3 %, у перерахунку на розмаринову кислоту ($C_{18}H_{16}O_4$; Мм. 360.3) та безводну сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має сильний духм'яний запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Листки сидячі, щільні, лінійні або лінійно-ланцетні, (1-4) см завдовжки та (2-4) мм завширшки, із загнутими донизу краями. Верхня поверхня темно-зелена, гола та шершава, нижня поверхня сірувато-зелена, густо повстяна із виступаючою середньою жилкою.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок сірувато-зеленого або жовтаво-зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи хлоральгідрату розчин Р. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1560.-1): фрагменти нижньої епідерми (вигляд зверху [В, J]) із прямостінних або звивистостінних клітин [Ва], численних продигових апаратів діацитного типу

(2.8.3) [Вb], залозистих волосків [Ja] або покривних волосків, або їх рубців [Be, Bd]; численні, багатоклітинні, переважно розгалужені покривні волоски, що вкривають нижню епідерму, звичайно фрагментовані [А, С, D]; фрагменти верхньої епідерми (вигляд зверху [F]) із клітин із прямими, потовщеними та пористими оболонками [Fa] та прилеглої гіподерми із крупних, неправильної форми клітин із потовщеними та чоткоподібними антиклінальними оболонками [Fb]; фрагменти пластинки (у поперечному зрізі [G]), де виявляються епідерма, вкрита дуже товстою кутикулою [Ga], клітини гіподерми, що тягнуться вздовж мезофілу [Gb] із проміжками, які розділяють одно- або двохшарову палисадну паренхіму на крупні зони півмісяцевої форми [Gc]; численні ефіроолійні залозки із короткою одноклітинною ніжкою та радіальною голівкою із 8 клітин (вигляд зверху [E] та вигляд збоку [H]); менш поширені залозисті волоски із одно- або двоклітинною ніжкою та кулястою, одноклітинною голівкою [Ja, K].

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 20 мкл олії, одержаної при кількісному визначенні, розчиняють у 1 мл гексану Р.

Розчин порівняння. 5 мг борнеолу Р, 5 мг борнілацетату Р і 10 мкл цинеолу Р розчиняють в 1 мл гексану Р.

Піастинка: ТШХпластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: етилацетат Р- толуол Р(5:95).

Об'єм проб: 10 мкл, смугами.

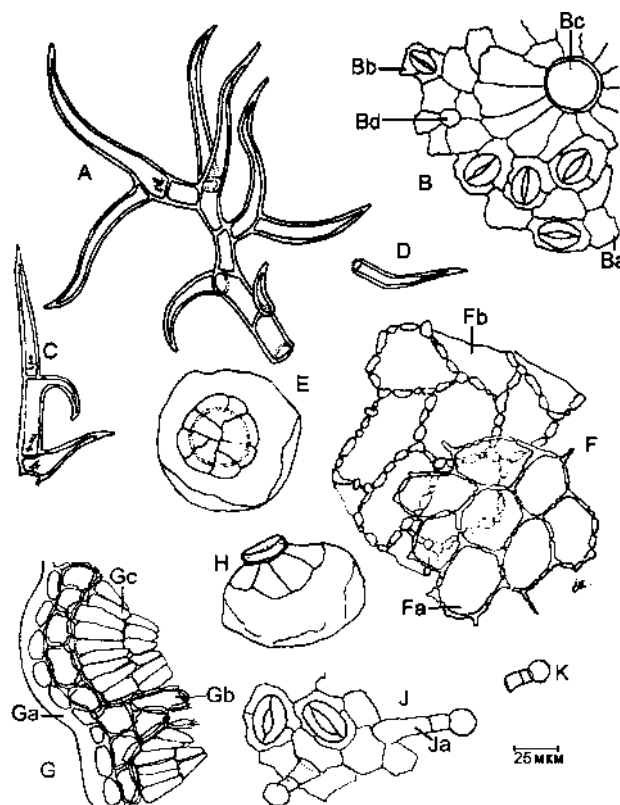


Рисунок 1560.-1.- Діагностичні структури розмарину листя (Ідентифікація В)

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обробляють анісового альдегіду розчином Р, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 10 хв і переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину.

Верхня частина пластинки	
борнілацетат: жовтаво-коричнева зона	червона зона
	жовтаво-коричнева зона низької інтенсивності
цинеол: фіолетова зона	забарвлена зона низької інтенсивності
	фіолетова зона
борнеол: фіолетово-коричнева зона	забарвлені зони низької інтенсивності
	фіолетово-коричнева зона
	забарвлені зони низької інтенсивності
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

Д. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 1.0 г сировини розтирають у 10 мл метанолу Р і фільтрують.

Розторопші плоди

Розчин порівняння. 1.0 мг кофейної кислоти Рі 5.0 мг розмаринової кислоти Ррозчиняють у 10 мл метанолу Р.

Пластика: ТШХ пластика із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: мурашина кислота безводна Р - ацетон Р - метилхлорид Р (8.5:25:85).

Об'єм проб: 10 мкл випробовуваного розчину і 20 мкл розчину порівняння, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 8 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

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

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину.

Верхня частина пластинки	
кофейна кислота: блакитна флуоресціююча зона	рожева флуоресціююча зона
розмаринова кислота: блакитна флуоресціююча зона	синя флуоресціююча зона низької інтенсивності
	інтенсивна блакитна флуоресціююча зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

води Р, потім додають 2 мл натрію гідроксиду розчину розведеного Р, доводять об'єм розчину водою Р до 10.0 мл і перемішують.

Компенсаційний розчин. 1 мл вихідного розчину доводять водою Р до 10.0 мл.

Оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину вимірюють відразу за довжини хвилі 505 нм.

Вміст суми похідних гідроксикоричних кислот, у перерахунку на розмаринову кислоту, у відсотках, обчислюють за формулою:

де:

A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 505 нм; m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання розмаринової кислоти, що дорівнює 400.

Ефірна олія (2.8.12). Використовують 25.0 г здрібненої сировини, круглодонну колбу місткістю 1000 мл, 300 мл води Р як дистиляційну рідину. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 3 год.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5 % стебел і не більше 2 % інших сторонніх домішок.

Вода (2.2.13). Не більше 100 мл/кг. Визначення проводять із 20.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12).

Загальна зола (2.4.16). Не більше 9.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ Сума

похідних гідроксикоричних кислот

Вихідний розчин. До 0.200 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 80 мл етанолу (50 % об/об) Р, нагрівають у водяній бані зі зворотним холодильником протягом 30 хв, охолоджують і фільтрують. Фільтр обполіскують 10 мл етанолу (50% об/об) Р, фільтрат і промивні води об'єднують у мірній колбі і доводять об'єм розчину етанолом (50%, об/об) Р до 100.0 мл.

Випробовуваний розчин. До 1.0 мл вихідного розчину додають 2 мл 0.5 М розчину хлористоводневої кислоти, 2 мл розчину, приготованого розчиненням 10 г натрію нітриту Рі 10 г натріюмолібдату Р у 100 мл

РОМАШКИ КВІТКИ

Matricariae flos

MATRICARIA FLOWER

Висушені кошики *Matricaria recutita* L. (*Chamomilla recutita* (L.) Rauschert).

Вміст:

- ефірна олія синього кольору: не менше 4 мл/кг, у перерахунку на суху сировину,
- апігенін 7-глюкозид ($C_{21}H_{20}O_{10}$): не менше 0.25 %, у перерахунку на суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Розкриті кошики мають обгортку із численних приквітків, розташованих у (1-3) ряди; ложе кошика видовжено-конічне, іноді півкулясте (на початку цвітіння); крайових несправжньоязичкових квіток із відгином білого кольору від 12 до 20; серединних трубчастих квіток жовтого кольору кілька дюжин. Приквітки обгортки овальні або ланцетоподібні із коричнюватим-сірим плівчастим краєм. Ложе кошика порожнє, голе. Віночок несправжньоязичкових квіток має коричнювато-жовту білу основу трубки, що, розширюючись, утворює білий видовжено-овальний відгин. Маточка має нижню зав'язь темно-коричневого кольору, яйцеподібної або кулястої форми, довгий стовпчик і роздвоєну приймочку. Трубчасті квітки жовтого кольору, мають п'ятизубчасту трубку віночка, 5 спайнопилякових, прирослих до пелюсток тичинок, і гінецей, подібний до гінецею несправжньоязичкових квіток.

В. Розділяють кошик на окремі частини. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгидрат розчин Р*. Край приквітків складається із тонкостінних клітин, центральна частина їх — із видовжених склерейд, зрідка наявні продигові апарати (2.8.3). Внутрішня епідерма віночка несправжньоязичкових квіток (вид зверху) складається із тонкостінних багатокутних, дещо сосочкоподібних клітин; клітини зовнішньої епідерми мають помітно звивисті оболонки та дуже складчасту кутикулу; епідерма віночка трубчастих квіток складається із видовжених клітин і невеликих груп сосочкоподібних клітин біля верхівок лопатей. Ефіроолійні залозки, що складаються із короткої ніжки та (2-3)-ярусної голівки із 2 клітинами у кожному ярусі, трапляються на зовнішній поверхні приквітків і на віночках квіток обох типів. Зав'язі мають склеренхімне кільце біля основи та стінку, що складається із вертикальних смуг тонкостінних, видовжених клітин із численними ефіроолійними залозками, що чергуються із веретеноподібними групами дрібних, радіально видовжених, слизовмісних клітин. Клітини верхі-

$$\frac{A \times 25000}{585 \times m},$$

де:

A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 490 нм, m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання силібініну за довжини хвилі 490 нм, що дорівнює 585.

Замість питомого показника поглинання силібініну допускається використання *ФСЗ ДФУ силібініну* або *ФСЗ ДФУ розторопші екстракту сухого*.

Допускається використання сировини із таким нормуванням.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 2 % інших частин рослини; не більше 3 % сторонніх часток, у тому числі не більше 1 % домішок мінерального походження.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 12.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

вок приймочок округло-сосочкоподібні. Численні дрібні друзи кальцію оксалату трапляються у клітинах внутрішніх тканин зав'язей та частин пиляка. Пилкові зерна від кулястої до трикутної форми, близько 30 мкм у діаметрі, із 3 порами та шипуватою екзиною.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 50 мкл ефірної олії, отриманої при кількісному визначенні ефірної олії, розчиняють в 1 мл ксилолу Р.

Розчин порівняння. 2 мкл хамазулену Р, 5 мкл (-)-а-бісабололу Рі 10 мг борнілацетату Я розчиняють у 5 мл толуолу Р.

Пластика: ТШХпластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: етилацетат Р - толуол Р (5:95)

Об'єм проб: 10 мкл, смугами.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують анісового альдегіду розчином Рі нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв і відразу переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші зони.

Верхня частина пластинки		
хамазулен: червона або червонувато-фіолетова зона	або	1 або 2 сині або синювато-фіолетові зони
борнілацетат: жовтаво-коричнева зона		червона або червонувато-фіолетова зона (хамазулен)
борнілацетат: жовтаво-коричнева зона		коричнева зона (ен-ін-дициклоєфір)
(-)-а-бісаболол: червонувато-фіолетова або синювато-фіолетова зона		червонувато-фіолетова або синювато-фіолетова зона ((-)-а-бісаболол)
Розчин порівняння		Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Осип. Не більше 25 %. 20.0 г сировини просіюють крізь сито (710) (2.9.12).

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 13.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія (2.8.12). Використовують 30 г цілої сировини, колбу місткістю 1000 мл, 300 мл води Р як дистиляційну рідину та 0.50 мл ксилолу Р у градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (3-4) мл/хв протягом 4 год. Наприкінці цього часу зупиняють подавання води до конденсуючої системи, але продовжують перегонку, доки леткі сині компоненти сягнуть нижнього кінця конденсуючої системи. Відразу відновлюють подавання води до конденсуючої системи, щоб запобігти її нагрівання. Перегонку припиняють через 10 хв.

Апігенін 7-глюкозид. Рідинна хроматографія (2.2.29).

Випробовуваний розчин. 40 г сировини подрібнюють на порошок (500) (2.9.12). 2.00 г здрібненої на порошок сировини поміщають у круглодонну колбу місткістю 500 мл, додають 200 мл етанолу (96 %) Р, нагрівають зі зворотним холодильником на водяній бані протягом 15 хв, охолоджують і фільтрують. Промивають фільтр і залишок кількома мілілітрами етанолу (96 %) Р. До одержаного фільтрату додають 10 мл свіжоприготованого натрію гідроксиду розчину розведеного Р, нагрівають суміш зі зворотним холодильником протягом 1 год, охолоджують і доводять об'єм розчину етанолом (96%)Р до 250.0 мл. До 50.0 мл одержаного розчину додають 0.5 г лимонної кислоти Р, струшують протягом 5 хв і фільтрують. 5.0 мл одержаного розчину доводять рухомою фазою (вихідною сумішшю) до об'єму 10.0 мл.

Розчин порівняння (а). 10.0 мг апігенін 7-глюкозиду Р розчиняють у 100.0 мл метанолу Р. 25.0 мл одержаного розчину доводять рухомою фазою (вихідною сумішшю) до об'єму 200.0 мл.

Розчин порівняння (б). 10.0 мг 5,7-дигідрокси-4-метилкумарину Р розчиняють у 100.0 мл метанолу Р. 25.0 мл одержаного розчину доводять рухомою фазою (вихідною сумішшю) до об'єму 100.0 мл. До 4.0 мл одержаного розчину додають 4.0 мл розчину порівняння (а) і доводять об'єм розчину рухомою фазою (вихідною сумішшю) до 10.0 мл.

Передколонка:

—розмір: 8 мм х 4.6 мм,

—нерухома фаза: силікагель для хроматографії, октадецилсилільний Р(5 мкм).

Колонка:

—розмір: 0.25 м х 4.6 мм,

—нерухома фаза: силікагель для хроматографії, октадецилсилільний Р(5 мкм).

Рухома фаза:

—рухома фаза А: фосфорна кислота Р - вода Р (0.5:99.5),

—рухома фаза В. фосфорна кислота Р - ацетонітрил Р (0.5:99.5),

Час (хв)	Рухома фаза А (% об/об)	Рухома фаза В (% об/об)
0-9	75	25
9-19	75 → 25	25 → 75
19-24	25	75

Швидкість рухомої фази\ 1 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 340 нм.

Інжекції: 20 мкл.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (Б):

—ступіньрозділення: не менше 1.8 між піками апігенін 7-глюкозиду та 5,7-дигідрокси-4-метилку-марину.

Вміст апігенін 7-глюкозиду, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_2}{A_2 \times m_1} \times P \times 0.625,$$

де:

A_x — площа піка апігенін 7-глюкозиду на хроматограмі випробовуваного розчину,

A_2 — площа піка апігенін 7-глюкозиду на хроматограмі розчину порівняння (а),

/и, — маса наважки сировини, використаної для приготування випробовуваного розчину, у грамах,

m_2 — маса наважки апігенін 7-глюкозиду Р, використаного для приготування розчину порівняння (а), у грамах,

Р — вміст апігенін 7-глюкозиду в апігенін 7-глюкозиді Р, у відсотках.

РОМАШКИ КВІТКИ*

Matricariae flos

Висушені цілі кошики або кошики, квітки яких частково обсіпались, без квітконосів або з їх залишками, не довгими 3 см, дикорослого або культивованого виду *Matricaria recutita* L. (*Chamomilla recutita* (L.) Rauschert), зібрані на початку цвітіння.

Вміст:

—ефірна олія: не менше 3 мл/кг, у перерахунку на суху сировину,

—сума флавоноїдів', не менше 1.0 %, у перерахунку на лютеолін 7-глюкозид ($C_{23}H_{24}O_9$; М.м. 460) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Кошики від 4 мм до 8 мм у діаметрі (без несправжньо-язичкових квіток). Обгортка кошика багаторядна, складається із численних, дрібних, розташованих черепитчасто, зеленуватих, довгастих приквітків із тупою верхівкою, щільною середньою жилкою та широкими плівчастими краями. Ложе кошика голе, дрібноямчасте, порожнисте, на початку цвітіння півкулясте, в кінці цвітіння — конічне. Крайові квітки несправжньо-язичкові, жіночі, з віночком, що має коричнювато-жовту біля основи трубку, яка розширюючись, утворює білий видовжено-овальний відгин із 3 зубчиками. Маточка квіток має нижню зав'язь темно-коричневого кольору, яйцеподібної або кулястої форми, довгий стовпчик і роздвоєну приймочку. Середні квітки трубчасті, жовтого кольору, мають п'ятизубчасту трубку віночка, 5 спайнопилякових тичинок, прирослих до пелюсток, і гінецей, подібний до гінецею несправжньо-язичкових квіток.

В. Розділяють кошик на окремі частини. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлораль-гидрату розчин Р*. Край приквітків складається із клітин із тонкими, дещо звивистими оболонками, центральна частина їх — із видовжених склерейд, зрідка тут трапляються продихові апарати (2.8.3), вздовж середньої жилки тягнуться секреторні ходи з маслянистим жовтавим вмістом. Внутрішня епідерма віночка несправжньо-язичкових квіток (вигляд зверху) складається із тонкостінних багатокутних, дещо сосочкоподібних клітин, а клітини зовнішньої епідерми мають помітно звивисті оболонки та дуже складчасту кутикулу. Епідерма віночка трубчастих квіток складається із видовжених клітин і невеликих груп сосочкоподібних клітин біля верхівок лопатей. Ефіроолійні залозки, що складаються із короткої ніжки та 3-4-ярусної голівки із 2 клітинами у кожному ярусі, трапляються на зовнішній поверхні приквітків і на віночках квіток обох типів. Зав'язі мають склеренхімне кільце біля основи та стінку, що складається із вертикальних смуг тонкостінних, видовжених клітин із численними ефіроолійними залозками, що чергуються із веретеноподібними групами дрібних, радіально видовжених, слизовмісних клітин. Клітини верхівок приймочок округло-сосочкоподібні. Численні дрібні друзі кальцію оксалату трапляються у клітинах внутрішніх тканин зав'язей та частин пиляка. Пилкові зерна від кулястої до трикутної форми, близько 30 мкм у діаметрі, із 3 порами та шипуватою екзиною.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 50 мкл ефірної олії, отриманої при кількісному визначенні ефірної олії, розчиняють в 1 мл ксилулу Р.

Розчин порівняння. 2 мг ФСЗ ДФУ гвайазулену, 5 мкл ФСЗ ДФУ (-)-а-бісабололу і 10 мг ФСЗ ДФУ борніл-ацетату розчиняють у 5 мл толуолу Р.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: етилацетат Р - толуол Р (5:95).

Об'єм проб: 10 мкл, смутами.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують анісового альдегіду розчином Рі нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв і відразу переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах випробовуваного розчину та розчину порівняння. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші зони.

Верхня частина пластинки	
гвайазулен: червона або червонувато-фіолетова зона	1 або 2 червонувато-фіолетові або синювато-фіолетові зони
борнілацетат: жовтаво-коричнева зона	коричнева зона (ен-іне-дициклоєфір)
(-)-а-бісаболол: червонувато-фіолетова або синювато-фіолетова зона	червонувато-фіолетова або синювато-фіолетова зона ((-)-а-бісаболол)
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 9 % листків, стебел і кошиків із залишками квітконосів довших 3 см; не більше 5 % побурілих кошиків; не більше 3.5 % сторонніх часток, у тому числі не більше 0.5 % домішок мінерального походження.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 14.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 13.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія (2.8.12). Використовують 30 г цілої сировини, колбу місткістю 1000 мл, 300 мл води Р як дистильційну рідину та 0.50 мл ксилолу Р у градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (3-4) мл/хв протягом 4 год. Наприкінці цього

часу зупиняють подавання води до конденсуючої системи, але продовжують перегонку, доки леткі компоненти сягнуть нижнього кінця конденсуючої системи. Відразу відновлюють подавання води до конденсуючої системи, щоб запобігти її нагрівання. Перегонку припиняють через 10 хв.

При визначенні вмісту ефірної олії допускається використання аналогічних приладів із ціною поділки 0.02 мл.

Сума флавоноїдів (2.2.25).

Вихідний розчин 1. 0.250 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) поміщають у колбу місткістю 200 мл, додають 40 мл етанолу (60 %, об/об) Р, нагрівають у водяній бані при температурі 60 °С протягом 10 хв, обережно струшуючи, охолоджують і фільтрують крізь тампон із вати у мірну колбу місткістю 100 мл. Поміщають тампон із вати із залишком сировини у ту саму колбу місткістю 200 мл, додають 40 мл етанолу (60 %), об/об) Р, знову нагрівають у водяній бані при температурі 60 °С протягом 10 хв, обережно струшуючи, охолоджують і фільтрують у ту саму мірну колбу місткістю 100 мл. Колбу місткістю 200 мл і фільтр обполіскують етанолом (60 %, об/об) Р, промивну рідину переносять у ту саму мірну колбу місткістю 100 мл, доводять об'єм суміші етанолом (60 %, об/об) Р до 100 мл і фільтрують.

Випробовуваний розчин. 5.0 мл вихідного розчину 1 поміщають у круглодонну колбу та упарюють насухо під зниженим тиском. Одержаний залишок за допомогою 8 мл суміші метанол Р - оцтова кислота безводна jP(10:100) переносять у мірну колбу місткістю 25 мл. Круглодонну колбу обполіскують 3 мл суміші метанол Р - оцтова кислота безводна Р (10:100) і промивну рідину поміщають у ту саму мірну колбу місткістю 25 мл. До одержаного розчину додають 10.0 мл розчину, що містить 25.0 г/л борної кислоти Р, 20.0 г/л щавлевої кислоти Р у мурашиній кислоті безводній Р, і доводять об'єм розчину оцтовою кислотою безводною Р до 25.0 мл.

Компенсаційний розчин 1. 5.0 мл вихідного розчину 1 поміщають у круглодонну колбу та упарюють насухо під зниженим тиском. Одержаний залишок за допомогою 8 мл суміші метанол Р - оцтова кислота безводна Р (10:100) переносять у мірну колбу місткістю 25 мл. Обполіскують круглодонну колбу 3 мл суміші метанол Р - оцтова кислота безводна Р (10:100) і промивну рідину поміщають у ту саму мірну колбу місткістю 25 мл. До одержаного розчину додають 10.0 мл мурашиної кислоти безводної Р і доводять об'єм розчину оцтовою кислотою безводною Р до 25.0 мл.

Вихідний розчин 2. 0.015 г (точна наважка) ФСЗДФУ лютеолін 7-глюкозиду або 0.010 г (точна наважка) ФСЗДФУ лютеоліну поміщають у мірну колбу місткістю 100 мл, розчиняють у 70 мл метанолу Р, доводять об'єм розчину тим самим розчинником до позначки і перемішують.

Розчин порівняння. 1.0 мл вихідного розчину 2 переносять у мірну колбу місткістю 25 мл, додають 10.0 мл розчину, що містить 25.0 г/л борної кислоти P , 20.0 г/л щавлевої кислоти P у мурашиній кислоті безводній P , і доводять об'єм розчину оцтовою кислотою безводною P до 25.0 мл.

Компенсаційний розчин 2.1.0 мл вихідного розчину 2 переносять у мірну колбу місткістю 25 мл, додають 10.0 мл мурашиної кислоти безводної P і доводять об'єм розчину оцтовою кислотою безводною P до 25.0 мл.

Оптичну густину (2.2.25) випробовуваного розчину вимірюють через 30 хв після приготування за довжини хвилі 410 нм відносно компенсаційного розчину 1.

Паралельно вимірюють оптичну густину розчину порівняння відносно компенсаційного розчину 2.

Вміст суми флавоноїдів, у перерахунку на лютеолін 7-глюкозид і суху сировину, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_0 \times 20 \times P}{A_0 \times m \times (100 - W)},$$

де:

A_1 — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 410 нм,

A_0 — оптична густина розчину порівняння за довжини хвилі 410 нм, m_0 — маса наважки ФСЗДФУ лютеолін 7-глюкозиду, у грамах,

m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах, P — вміст лютеолін 7-глюкозиду у ФСЗДФУ лютеолін 7-глюкозиду, у відсотках,

W — втрата в масі при висушуванні сировини, у відсотках,

або за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_0 \times 20 \times P \times 1.63}{A_0 \times m \times (100 - W)},$$

де:

A_1 — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 410 нм,

A_0 — оптична густина розчину порівняння за довжини хвилі 410 нм, m_0 — маса наважки ФСЗДФУ лютеоліну, у грамах,

m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах, 1. 63 — коефіцієнт перерахунку лютеоліну на лютеолін-7-глюкозид,

P — вміст лютеоліну у ФСЗДФУ лютеоліну, у відсотках,

W — втрата в масі при висушуванні сировини, у відсотках.

СПОРИШ

Polygoni avicularis herba

KNOTGRASS

Цілі або фрагментовані, висушені квітучі надземні частини *Polygonum aviculare* L. s. l.

Вміст: не менше 0.30 % флавоноїдів, у перерахунку на гіперозид ($C_{21}H_{20}O_{12}$; *М.м.* 464.4) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Стебло (0.5-2) мм завтовшки, розгалужене, із циліндричними або дещо кутастими міжвузлями, подовжньо смугасте. Воно вкрите сидячими або короткочерешковими, голими, цільними листками, різноманітними за формою та розміром. Піхвоподібні прилистки (розтруб) розірвані та сріблясті. Дрібні, пазушні квітки мають 5 зеленувато-білих листочків оцвітини, верхівки яких часто червоного кольору. Сухі, нерозкриті плоди розміром (2-4) мм, коричневого або чорного кольору, трикутні, звичайно плямисті або смугасті.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок зеленувато-коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 1885.-1): фрагменти нижньої [А] і верхньої [D] епідерми зі складчастою кутикулою та продиховими апаратами анізоцитного типу (2.8.3) [Aa, Da]; багатокутні клітини верхньої епідерми [D], оболонки яких дещо намистоподібно потовщені, часто з прилеглою палисадною паренхімою [Db]; клітини нижньої епідерми [А] із тонкими, звивистими оболонками; фрагменти краю пластинки листка із клітин неоднакової форми [J]; фрагменти паренхіми [G], численні клітини якої містять друзи кальцію оксалату, окремі з них дуже крупні [Ga], часто об'єднані з судинами [Gb]; групи волокон [B, C] із товстими оболонками [Ba, Cb] із гіподерми стебла, об'єднані з епідермою [Ca] або з паренхімою, клітини якої містять друзи кальцію оксалату [Bb]; фрагменти розтруба [E] із видовжених, тонкостінних клітин [Ea], вздовж яких простягаються дуже видовжені волокна [Eb]; кулясті пилкові зерна з гладенькою екзиною та 3 проростковими порами [H]; зрідка коричневі фрагменти екзокарпія, що складається із клітин із товстими, звивистими оболонками [F],

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

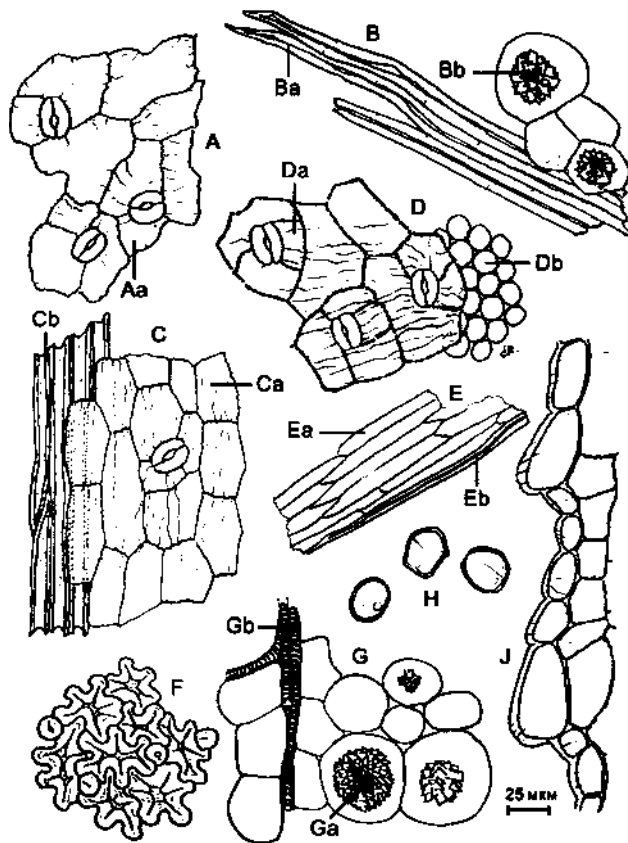


Рисунок 1885.-1.- Діагностичні структури споришу (Ідентифікація В)

Випробовуваний розчин. До 1.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 10 мл *метанолу Р*, нагрівають зі зворотним холодильником у водяній бані протягом 10 хв, охолоджують і фільтрують.

Розчин порівняння. 1 мг *кофейної кислоти Р*, 2.5 мг *гіперозиду Р* і 1 мг *хлорогенової кислоти Р* розчиняють у 10 мл *метанолу Р*.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю *Р*.

Рухома фаза\ мурашина кислота безводна Р - оцтова кислота льодяна Р - вода Р - етилацетат Р (7:7:14:72).

Об'єм проб: 20 мкл, смугами.

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

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

Виявлення: обробляють розчином 10 г/л *дифенілборної кислоти аміноетилового ефіру Р* у *метанолі Р*, потім розчином 50 г/л *макрогону 400 Р* у *метанолі Р*, висушують на повітрі протягом 30 хв і переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші флуоресцюючі зони.

Верхня частина пластинки	
кофейная кислота: блакитна флуоресціююча зона	1 або 2 сині флуоресціюючі зони (кофейна кислота)
	1 або 2 жовтаво-зелені флуоресціюючі зони жовта флуоресціююча зона
гіперозид: жовтаво-коричнева флуоресціююча зона	жовтаво-коричнева флуоресціююча зона
хлорогенова кислота: блакитна флуоресціююча зона	блакитна флуоресціююча зона (хлорогенова кислота)
	жовтаво-коричнева флуоресціююча зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 2 % коренів, 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 (710) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С протягом 2 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 10.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Вихідний розчин. 0.800 г здрібненої на порошок сировини (355) (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*. Одержану суміш кип'ятять зі зворотним холодильником протягом 30 хв і фільтрують крізь тампон із вати у колбу. Додають тампон із вати до залишку у круглодонну колбу й екстрагують двома порціями, по 20 мл кожна, *ацетону* *P*, кожний раз проводячи кип'ятіння зі зворотним холодильником протягом 10 хв, і охолоджують. Кожний витяг фільтрують крізь тампон із вати у колбу. Об'єднані ацетонові витяги фільтрують крізь паперовий фільтр у мірну колбу та доводять об'єм розчину *ацетоном* *P* до 100.0 мл, обполіскуючи колбу та паперовий фільтр. 20.0 мл одержаного розчину поміщають у ділильну лійку, додають 20 мл *води* *P* і струшують із однією порцією 15 мл, потім із трьома порціями, по 10 мл кожна, *етилацетату* *P*. Одержані етилацетатні витяги об'єднують у ділильній лійці, промивають

двома порціями, по 50 мл кожна, *води* *P*, сушать над 10 г *натрію сульфату безводного* *P*, фільтрують у мірну колбу місткістю 50 мл і доводять об'єм фільтрату *етилацетатом* *Pro* 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* *Pro* об'єму 25.0 мл.

Компенсаційний розчин. 10.0 мл вихідного розчину доводять розчином 5 % (об/об) *оцтової кислоти льодяної* *P* у *метанолі* *Pro* 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:

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

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.

_____ *N*

Допускається використання сировини із таким нормуванням.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 % побурілих та почорнілих частин трави; не більше 2 % коренів; не більше 4 % сторонніх часток, у тому числі не більше 2 % домішок мінерального походження.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 13.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 13.0 %.

Пластинка'. ТИХ пластинка із шаром силікаге-моF₂₅₄P.

Рухома фаза: вода P - мурашина кислота безводна P - етилформіат P (4:8:88).

Об'єм проб: 20 мкл, смутами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 8 см від лінії старту, у ненасиченій камері.

Висушування: на повітрі.

Виявлення A: переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 254 нм.

Результати A: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші зони.

Верхня частина пластинки	
феназон: зона поглинання	виражена зона поглинання слаба зона поглинання (амарогентин)
гіперозил: зона поглинання	виражена зона поглинання (гентіопікрозид)
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

Виявлення B: обприскують розчином 100 г/л калію гідроксиду P у метанолі P, а потім свіжоприготованим розчином 2 г/л міцного синього B, солі Py суміші етанол P - вода P (50:50); переглядають при денному світлі.

Результати B: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися інші зони.

Верхня частина пластинки	
	виражена темно-фіолетова зона фіолетово-червона зона (амарогентин)
гіперозил: коричнювато-червона зона	слаба світло-коричнева зона (гентіопікрозид)
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Етанол (2.9.10). Від 62 % (об/об) до 67 % (об/об).

Показник гіркоти (2.8.15). Не менше 1000.

Сухий залишок (2.8.16). Не менше 5.0 % (м/м); визначення проводять із 3.00 г.

ФЕНХЕЛЬ, ГІРКИЙ

Foeniculi amari fructus

FENNEL, BITTER

Сухі кремокарпії — вислоплідники та мерикарпії — півплодики *Foeniculum vulgare* Mill. ssp. *vulgare* var. *vulgare*.

Вміст:

— ефірна олія: не менше 40 мл/кг, у перерахунку на безводну сировину;

— анетол: не менше 60.0 % в ефірній олії;

— фенхон: не менше 15.0 % в ефірній олії.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має зеленувато-коричневий, коричневий або зелений колір.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

A. Плід фенхелю, гіркого — кремокарпій майже циліндричної форми, із округлою основою та звуженою верхівкою, увінчаною крупним стилоподієм. Він, звичайно, (3-12) мм завдовжки та (3-4) мм завширшки. Мерикарпії — півплодики, звичайно, вільні та голі. Кожен із них із 5 виступаючими, дещо зазубреними ребрами. На поперечному зрізі можуть бути видимі в лупу 4 ефіроолійні каналці на спинній та 2 — на внутрішній поверхнях.

B. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок сірувато-коричневого або сірувато-жовтого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи хлоральгідрату розчин P. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 0824. -1): жовті фрагменти широких секреторних каналів, які часто складаються із жовтаво-коричнево-стінних багатокутних секреторних клітин [D, H]; сітчаста паренхіма мезокарпії [B]; численні пучки волокон [G] із ребер [Ga], часто з'єднаних із вузькими спіральними судинами [Gb]; дуже численні фрагменти ендосперму [F], що містять алейронові зерна [Fb] та дуже дрібні друзи кальцію оксалату [Fa]; окремі пучки волокон із карпофора [E]; фрагменти ендокарпії (вигляд зверху [A, K]) із тонкостінних, поперечно видовжених клітин (2-9) мкм завширшки, розташованих у паркетному порядку, деколи з прилеглим внутрішнім шаром мезокарпії [Aa]; фрагменти екзокарпії з крапельками олії [C] в побічних клітинах продиху; дуже численні крапельки олії [J].

C. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.3 г свіжоздрібненої на порошок сировини (1400) (2.9.12) струшують із 5.0 мл

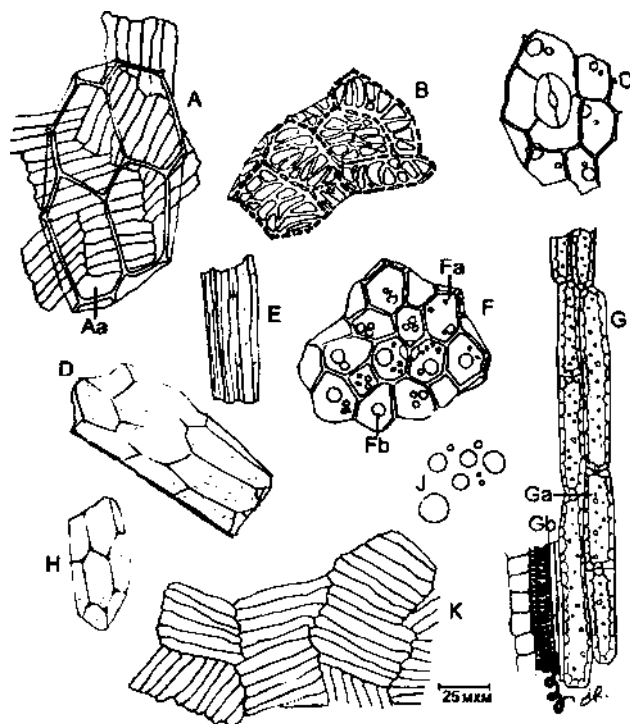


Рисунок 0824.-1. -Діагностичні структури фенхелю, гіркого (Ідентифікація В)

метиленхлориду Риртятом 15 хв, фільтрують, фільтрат обережно упарюють насуху на водяній бані при температурі 60 °С. Одержаний залишок розчиняють у 0.5 мл толуолу Р.

Розчин порівняння. 50 мкл анетолу Рі 10 мкл фенхону Р розчиняють у 5.0 мл гексану Р.

Пластика: ТШХ пластика із шаром силікагелю GF₂₅₄ Р.

Руха фаза: гексан Р- толуол Р(20:80).

Об'єм проб'. 10 мкл, смугами 20 мм х 3 мм.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення А: переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 254 нм.

Результати А: на хроматограмах у центральній частині виявляється зона поглинання, відповідна анетолу.

Виявлення В: обробляють сірчаною кислотою Р, нагрівають при температурі 140 °С протягом (5-10) хв до появи жовтої зони, відповідної фенхону, у нижній третині хроматограм.

Результати В: на хроматограмах у центральній частині виявляється фіолетова зона, відповідна анетолу; на хроматограмі випробовуваного розчину також виявляється червонувато-коричнева зона у верхній третині (терпени).

ВИПРОБУВАННЯ

Естрагол. Газова хроматографія (2.2.28): метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. Об'єм суміші ефірної олії та ксилолу Р, одержаної при визначенні кількісного вмісту ефірної олії, доводять, обполіскуючи прилад ксилолом Р, до об'єму 5.0 мл.

Розчин порівняння. 5 мг естраголу Р розчиняють у 0.5 мл ксилолу Р.

Колонка:

—розмір: (30-60) м х 0.3 мм,

—неруха фаза: макрогол 20000 Р.

Газ-носії: азот для хроматографії Р.

Швидкість газу-носія: 0.40 мл/хв.

Поділ потоку: 1:200.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°С)
Колонка	0-4	60
	4-26	60->170
	26-41	170
Блок вводу проб		220
Детектор		270

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 1 мкл.

Нормування:

—естрагол: не більше 5.0 % в ефірній олії, одержаній при кількісному визначенні.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 1.5 % плодоніжок та не більше 1.5 % інших сторонніх домішок.

Вода (2.2.13). Не більше 100 мл/кг. Визначення проводять, використовуючи 20.0 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12).

Загальна зола (2.4.16). Не більше 10.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія. Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують круглодонну колбу місткістю 500 мл і 200 мл води Р як дистиляційну рідину. Використовують 5.0 г сировини, здрібненої на грубий порошок (1400) (2.9.12) безпосередньо перед визначенням, та 0.50 мл ксилолу Р у градуїованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год.

Анетол і фенхон. Газова хроматографія (2.2.28) як описано у випробуванні естраголу з такими змінами.

Розчин порівняння. 5 мг фенхону Р і 5 мг анетолу Р розчиняють у 0.5 мл ксилолу Р.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння; відмічають часи утримування цих речовин.

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від вологи місці.

ФЕНХЕЛЬ, СОЛОДКИЙ

Foeniculi dulcis fructus

FENNEL, SWEET

Сухі кремокарпії — вислоплідники та мерикарпії — півплодики *Foeniculum vulgare* Mill, subsp. *vulgare* var. *dulce* (Mill.) Batt. & Trab.

Вміст:

- *ефірна олія*: не менше 20 мл/кг, у перерахунку на безводну сировину;
- *анетол*: не менше 80.0 % в ефірній олії.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина блідо-зеленого або блідо-жовтаво-коричневого кольору.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Плід фенхелю, солодкого — кремокарпій майже циліндричної форми, із округлою основою та звуженою верхівкою, увінчаною крупним стилоподієм. Він, звичайно, (3-12) мм завдовжки та (3-4) мм завширшки. Мерикарпії — півплодики, звичайно вільні та голі. Кожен із них із 5 виступаючими, дещо зазубреними ребрами. На поперечному зрізі можуть бути видимі в лупу 4 ефіроолійні канали на спинній та 2 — на внутрішній поверхнях.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок сірувато-коричневого або сірувато-жовтого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунок 0825.-1.): жовті фрагменти широких секреторних каналів, часто разом із багатокутними секреторними клітинами із жовтаво-коричневими оболонками [D, H]; сітчаста паренхіма мезокарпії [B]; численні пучки волокон [G] із ребер [Ga], часто з'єднаних із вузькими спіральними судинами [Gb]; дуже численні фрагменти ендосперму [F] із алейроновими зернами [Fb] та дуже дрібними друзами кальцію оксалату [Fa];

окремі пучки волокон із карпофора [E]; фрагменти ендокарпії (вигляд зверху [K, A]), що складаються із тонкостінних, поперечно видовжених клітин (2-9) мкм завширшки, розташованих у паркетному порядку, деколи із прилеглим внутрішнім шаром мезокарпії [Aa]; фрагменти екзокарпії з крапельками олії в побічних клітинах прориху [C]; дуже численні крапельки олії [J],

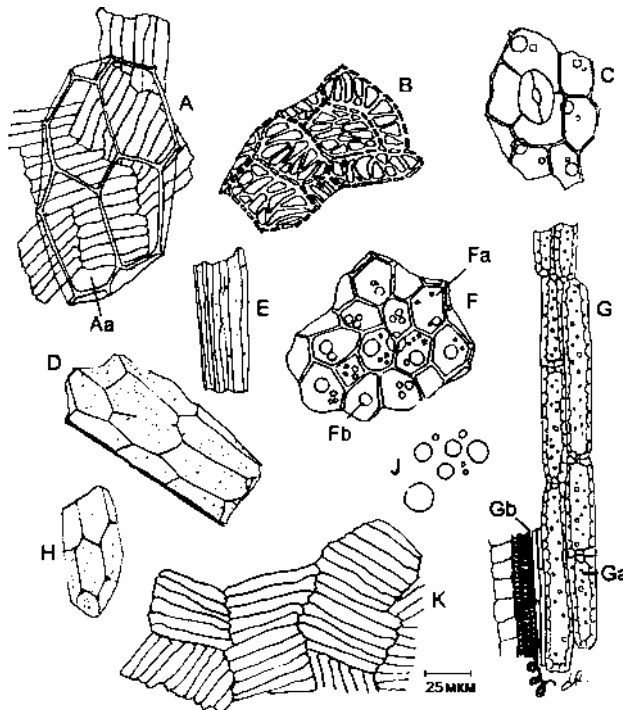


Рисунок 0825.-1.- Діагностичні структури фенхелю, солодкого (Ідентифікація В)

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.3 г свіжоздрібненої на порошок сировини (1400) (2.9.12) струшують із 5.0 мл метиленхлориду ^протягом 15 хв, фільтрують, фільтрат обережно упарюють насухо на водяній бані при температурі 60 °С. Залишок розчиняють у 0.5 мл толуолу Р.

Розчин порівняння. 60 мкл анетолу Р розчиняють у 5.0 мл гексану Р.

Пластика: ТШХ пластинка із шаром силікагелю GF₂₅₄ Р. Рухома фаза\ гексан Р- толуол /*(20:80).

Об'єм проб. 10 мкл, смугами 20 мм х 3 мм.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення А: переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 254 нм.

Результати А: на хроматограмах у центральній частині виявляється зона поглинання, відповідна анетолу.

Фіалка триколірна (квітучі надземні частини)

Виявлення В: обприскують сірчаною кислотою *P*, нагрівають при температурі 140 °С протягом 5 хв; переглядають при денному світлі.

Результати В: на хроматограмах у центральній частині виявляється фіолетова зона, відповідна анетолу; на хроматограмі випробовуваного розчину також виявляється червонувато-коричнева зона у верхній третині (терпени).

ВИПРОБУВАННЯ

Естрагол і фенхон. Газова хроматографія (2.2.28): метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. Об'єм суміші ефірної олії та ксилолу *P*, одержаної при визначенні кількісного вмісту ефірної олії, доводять, обполіскуючи прилад ксилолом *P*, до об'єму 5.0 мл.

Розчин порівняння. 5 мг естраголу *P* і 5 мг фенхону *P* розчиняють у 0.5 мл ксилолу *P*.

Колонка'.

—розмір: (30-60) м x 0.3 мм,

—нерухома фаза: макрогол 20000 *P*.

Газ-носії: азот для хроматографії *P*.

Швидкість газу-носія: 0.40 мл/хв.

Поділ потоку: 1:200.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-4	60
	4-26	60 ^ 170
	26-41	170
Блок вводу проб		220
Детектор		270

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекції: 1 мкл.

Нормування:

—*естрагол:* не більше 10.0 % в ефірній олії;

—*фенхон:* не більше 7.5 % в ефірній олії.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 1.5 % плодоніжок та не більше 1.5 % інших сторонніх домішок.

Вода (2.2.13). Не більше 80 мл/кг. Визначення проводять, використовуючи 20.0 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12).

Загальна зола (2.4.16). Не більше 10.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія (2.8.12). Використовують Ю.Огсировини, здрібненої на грубий порошок (1400) (2.9.12) безпосередньо перед визначенням, круглодонну колбу місткістю 500 мл, 200 мл води *P* як дистиляційну

рідину та 0.50 мл ксилолу *P* у градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год.

Анетол. Газова хроматографія (2.2.28) як описано у випробуванні естраголу і фенхону з такими змінами.

Розчин порівняння. 5 мг анетолу *P* розчиняють у 0.5 мл ксилолу *P*.

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від вологи місці.

ЧАЙНОГО ДЕРЕВА ОЛІЯ

Melaleucaae aetheroleum

TEA TREE OIL

Ефірна олія, одержана із листя та верхівкових пагонів *Melaleuca altemifolia* (Maiden and Betch) Cheel, *M. linariifolia* Smith, *M. dissitiflora* F. Mueller та/або інших видів *Melaleuca* методом перегонки з водяною парою.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Прозора, рухома, безбарвна або блідо-жовта рідина. Має характерний запах.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Перша ідентифікація: В.

Друга ідентифікація: А.

А. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.1 мл субстанції розчиняють у 5 мл *гептану* *P*.

Розчин порівняння. 30 мкл *цинеолу* *P*, 60 мкл *терпінен-4-олу* *P* і 10 мг *α-терпінеолу* *P* розчиняють у 10 мл *гептану* *P*.

Пластика: ТШХ пластинка із шаром силікагелю *P*.

Рухомі фази: *етилацетат* *P* - *гептан* *P* (20:80). Об'єм

проб: 10 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухомі фази: 10 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують *анісового сигддегіду* розчином *P*, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв до проявлення плям. Переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися й інші зони.

Верхня частина пластинки	
цинеол: фіолетово-коричнева зона	фіолетово-коричнева зона, менш інтенсивно забарвлена (цинеол)
терпінен-4-ол: коричнювато-фіолетова зона	коричнювато-фіолетова зона (терпінен-4-ол)
α-терпінеол: фіолетова або коричнювато-фіолетова зона	фіолетова або коричнювато-фіолетова зона (α-терпінеол)
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні на хроматографічний профіль.

Результати: характерні піки на хроматограмі випробовуваного розчину повинні мати той самий час утримування, що і на хроматограмі розчину порівняння.

ВИПРОБУВАННЯ

Відносна істинність (2.2.5). Від 0.885 до 0.906.

Показник заломлення (2.2.6). Від 1.475 до 1.482.

Оптичне обертання (2.2.7). Від +5° до +15°.

Хроматографічний профіль. Газова хроматографія (2.2.28) : метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. 0.15 мл субстанції розчиняють у 10 мл *гексану* *P*.

Розчин порівняння. 5 мкл *α-пінену* *P*, 5 мкл *сабінену* *P*, 15 мкл *α-терпінену* *P*, 5 мкл *лімонену* *P*, 5 мкл *цинеолу* *P*, 30 мкл *γ-терпінену* *P*, 5 мкл *р-цимену* *P*,

5 мкл *терпінолену* *P*, 60 мкл *терпінен-4-олу* *P*, 5 мкл *аромадендрену* *P* і 5 мг *α-терпінеолу* *P* розчиняють у 10 мл *гексану* *P*.

Колонка:

—матеріал: кварц,

—розмір: довжина від 30 м (товщина шару має становити 1 мкм) до 60 м (товщина шару має становити 0.2 мкм), діаметр (0.25-0.53) мм,

—нерухомі фази: *макрогол* 20000 *P*.

Газ-носії: *гелій* для *хроматографії* *P*.

Лінійна швидкість газу-носія: 1.3 мл/хв.

Поділ потоку: 1:50.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-1	50
	1-37	50-> 230
	37-45	230
Блок вводу проб		240
Детектор		240

Детектор: *полуменево-іонізаційний*.

Інжекції: 1 мкл.

Порядок виходу піків: порядок виходу піків має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння. Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння:

—ступінь розділення: не менше 2.7 між піками *терпінен-4-олу* та *аромадендрену*.

Використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння, визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину. Не враховують пік *гексану*.

Визначають вміст кожного компонента, у відсотках.

Вміст компонентів, у відсотках, має знаходитися у таких межах:

- α-пінен:* від 1.0 % до 6.0 %,
- сабінен:* не більше 3.5 %,
- α-терпінен:* від 5.0 % до 13.0 %,
- лімонен:* від 0.5 % до 4.0 %,
- цинеол:* не більше 15.0 %,
- γ-терпінен:* від 10.0 % до 28.0 %,
- р-цимен:* від 0.5 % до 12.0 %,
- терпінолен:* від 1.5 % до 5.0 %,
- терпінен-4-ол:* не менше 30.0 %,
- аромадендрен:* не більше 7.0 %,
- α-терпінеол:* від 1.5 % до 8.0 %.

ЗБЕРІГАННЯ

При температурі не вищій 25 °С.

ЧЕБРЕЦЬ

Thymi herba

THYME

Цілі листки та квітки, відділені від попередньо висушених пагонів, *Thymus vulgaris* L. або *Thymus zygis* L., або суміш обох видів.

Вміст:

- ефірна олія: не менше 12 мл/кг, у перерахунку на безводну сировину;
- сумарний вміст тимолу та карвакролу (обидва $C_{10}H_{14}O$; М.м. 150.2): не менше 40 % в ефірній олії.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має сильний запах, що нагадує тимол.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Листок *Thymus vulgaris* звичайно (4-12) мм завдовжки та близько 3 мм завширшки, сидячий або із дуже коротким черешком. Пластинка щільна, цільна, ланцетної або овальної форми, опушена на обох поверхнях сірими або зеленувато-сірими волосками; краї пластинки помітно загорнуті до абаксальної поверхні. Середня жилка занурена на адаксальній поверхні та виступає на абаксальній поверхні. Чашечка зелена, часто із фіолетовими плямами, трубчаста, на кінці двогуба, верхня губа відхилена назад, на кінці із трьома лопатями, нижня довша, із 2 опушеними зубцями. Після відцвітання трубка чашечки закривається кільцем із довгих, жорстких волосків. Віночок майже вдвічі довший за чашечку, звичайно коричнюватий у сухому стані та нечітко двогубий.

Листок *Thymus zygis* звичайно (1.7-6.5) мм завдовжки та (0.4-1.2) мм завширшки, голчастої або лінійно-ланцетної форми, його краї помітно загорнуті до абаксальної поверхні. Обидві поверхні пластинки зеленого або зеленувато-сірого кольору, середня жилка іноді фіолетового кольору; краї, зокрема біля основи, вкриті довгими, білими волосками. Висушені квітки *Thymus zygis* дуже подібні до висушених квіток *Thymus vulgaris*.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок сировини обох видів сірувато-зеленого або зеленувато-коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи хлоральгідрату розчин Р. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рисунки 0865.-1 та 0865.-2): фрагменти зовнішньої епідерми віночка (вигляд зверху [А, С,

В]) із клітин зі звивистими та дещо потовщеними [Fc] або непотовщеними [Ac] оболонками, численних однорядних, багатоклітинних покривних волосків, часто з однією спалою клітиною [Aa], залозистих волосків із одноклітинною голівкою та одноклітинною [Ca, Fb] або багатоклітинною [Ab] ніжкою, продихових апаратів діацитного типу (2.8.3) [Fa] та ефіроолійних залозок переважно із 12 клітин [D]; клітини епідерми основи віночка, ізодіаметричні, зі слабо потовщеними оболонками [C]; пилкові зерна, порівняно зрідка, кулясті та гладенькі, з 6 проростковими щілиноподібними порами, близько 35 мкм у діаметрі [B]; порошок *T. zygis* також містить численні товсті пучки волокон із середніх жилок і фрагментів стебел; основні клітини епідерми листків (вигляд зверху [G, K]) зі звивистими та намістоподібними антиклінальними оболонками [Ga, Ka]; продихові апарати діацитного типу (2.8.3); численні ефіроолійні залозки із 12 видільних клітин, кутикула яких, звичайно, піднята секретом із утворенням бульбашкоподібного покриву кулястої або яйцеподібної форми [КБ]; залозисті волоски із одноклітинною ніжкою та кулястою або яйцеподібною голівкою [Kc]; у обох видів адаксальна епідерма несе покривні волоски з бородавчастими оболонками, що за формою нагадують загострені зубчики [Gc], та, звичайно, супроводжується прилеглою палисадною паренхімою [Gd, Kd]; абаксальна епідерма (у поперечному зрізі [H, L]) вкрита покривними волосками різних типів: одноклітинними, прямими або дещо зігнутими [Ha, La]; двоклітинними або триклітин-

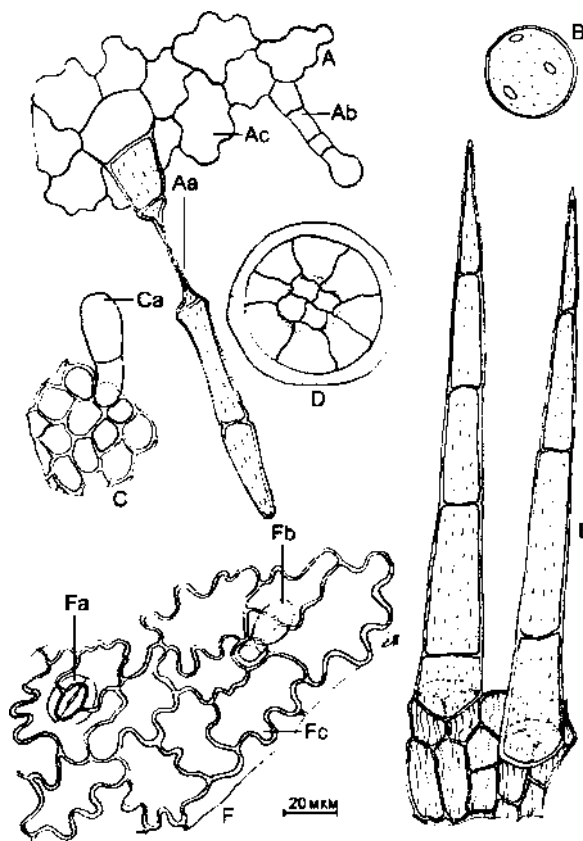


Рисунок 0865.-1. — Діагностичні структури чебрецю (Ідентифікація В)

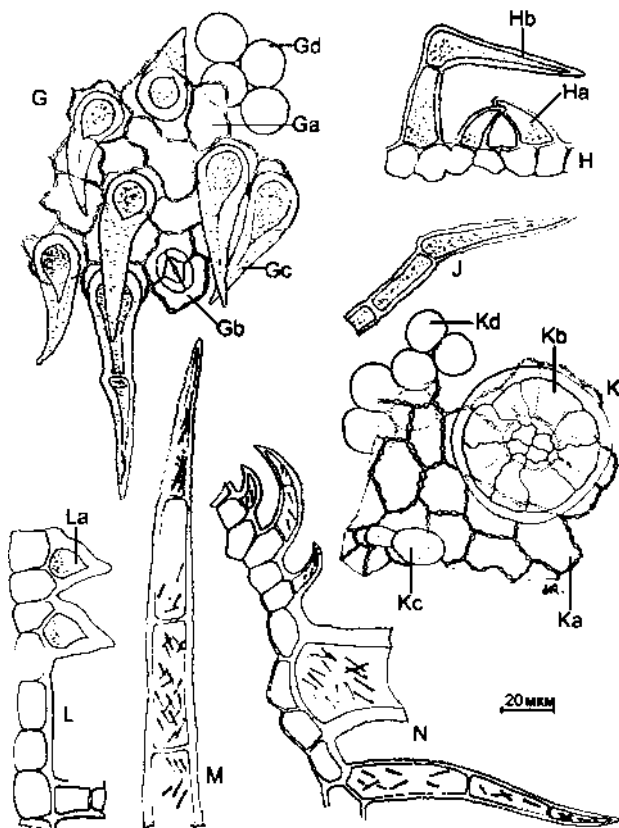


Рисунок 0865.-2. — Діагностичні структури чебрецю (Ідентифікація В)

ними, членистими та частіше ліктеподібними [НЬ, J] (*T. vulgaris*), двоклітинними або триклітинними, більш або менш прямими [N] або дуже крупними, багатоклітинними [M] біля основи пластинки (*T. zygis*); фрагменти чашечки, вкриті численними однорядними волосками із (5-6) клітин і слабо складчастою кутикулою (вигляд зверху [E]).

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 0.5 г здрібненої на порошок (355) (2.9.12) сировини додають 5 мл метанолу Р, обробляють ультразвуком протягом 10 хв, центрифугують або фільтрують. Використовують надосадову рідину.

Розчин порівняння. 1 мг рутину Рі 1 мг розмаринової кислоти Р розчиняють у 5 мл метанолу Р.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р254 Р ((5-40) мкм) (або ТШХ пластинка із шаром силікагелю F₂₅₄ Р (2-10) мкм)).

Рухома фаза: мурашина кислота безводна Р - вода Р - етилацетат Р (1:1:15).

Об'єм проб: 20 мкл (або 5 мкл), смугами 20 мм (або 8 мм) у діаметрі.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см (або 6 см) від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: нагрівають пластинку при температурі 100 °С протягом 3 хв, обробляють гарячу пластинку

розчином 5 г/л дифенілборної кислоти аміноетилово-го ефіру Р в етилацетаті Р, потім розчином 50 г/л макрогелю 400 Р у метилхлориді Р і переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм..

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах випробовуваного розчину та розчину порівняння. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися також інші слабкі флуоресціюючі зони.

Верхня частина пластинки	
розмаринова кислота: синя флуоресціююча зона	2 червоні флуоресціюючі зони синя флуоресціююча зона (розмаринова кислота)
	1 або 2 сині флуоресціюючі зони
рутин: оранжево-жовта флуоресціююча зона	2 жовті або оранжеві флуоресціюючі зони зелена флуоресціююча зона (може бути наявна)
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

А. Переглядають хроматограми, одержані при кількісному визначенні тимолу та карвакролу.

Результати: характерні піки на хроматограмі випробовуваного розчину повинні мати такий самий час утримування, що і на хроматограмі розчину порівняння (а).

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 10 % стебел і не більше 2 % інших сторонніх домішок. Стебла мають бути не більше 1 мм у діаметрі та 15 мм завдовжки.

Thymusserpyllumh. Фальсифікація *Thymusserpyllum* L. визначається наявністю листків із довгими волосками біля основи та зі слабо опушеними іншими частинами.

Вода (2.2.13). Не більше 100 мл/кг. Визначення проводять із 20.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12).

Загальна зола (2.4.16). Не більше 15.0 %.

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 3.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія (2.8.12). Використовують 30.0 г сировини. круглодонну колбу місткістю 1000 мл, 400 мл *води Р* як дистиляційну рідину. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год без *Кси.ю.ю Р*у градуйованій трубці.

Іпюл і карвакрол. Газова хроматографія (2.2.28): метод внутрішньої нормалізації.

Випробовуваний розчин. Ефірну олію, одержану при визначенні кількісного вмісту ефірної олії, фільтрують над невеликою кількістю *натрію сульфату безводного Р*і доводять об'єм розчину *гептаном Р*до 5.0 мл, обполіскуючи прилад і *натрію сульфат безводний*. Об'єм одержаного розчину, що відповідає 100 мкл ефірної олії, доводять *гептаном Р* до

5.0 мл.

Розчин порівняння (а). 0.20 г *тимолу Р*і 50 мг *кар-вакролу Р* розчиняють у *гептані Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 5.0 мл.

Розчин порівняння (б). 10 мкл *карвакролу Р* доводять *гептаном Р*до 10.0 мл. 100 мкл одержаного розчину доводять *гептаном Р*до 10.0 мл

Колонка:

—*матеріал:* кварц;

—*розмір:* (30-60) м х 0.25 мм;

—*нерухома фаза:* *макрогол 20000 Р* (товщина шару 0.25 мкм).

Газ-носії: азот для хроматографії Рабо гелій для хроматографії Р.

Лінійна швидкість газу-носія: (1-2) мл/хв.

Поділ потоку: 1:100.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0-45	40 -> 220
Блок вводу проб		190
Детектор		210

Детектор: полуменево- іонізаційний.

Інжекції: 0.2 мкл.

Порядок виходу піків: має відповідати порядку зазначення речовин у складі розчину порівняння (а). Відмічають часи утримування цих речовин.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (а):

—*ступінь розділення:* не менше 1.5 між піками тимолу та карвакролу.

Використовуючи часи утримування, визначені із хроматограми розчину порівняння (а), визначають положення компонентів розчину порівняння на хроматограмі випробовуваного розчину.

Обчислюють вміст тимолу та карвакролу, у відсотках.

Не враховують пік розчинника або піки площа яких менше площі основного піка на хроматограмі розчину порівняння (б) (0.05%).

ЧЕБРЕЦЬ ПОВЗУЧИЙ

Serpylli herba

WILD THYME

Цілі або різані, висушені квітучі надземні частини *Thymus serpyllum* L. s.l.

Вміст: не менше 3.0 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Стебло дуже розгалужене, до 1.5 мм у діаметрі, циліндричне або невиразно чотиригранне, зелене, червонувате або пурпурове, старіші стебла коричневі та здерев'янілі, молодші стебла опушені. Листки супротивні, (3-12) мм завдовжки та до 4 мм завширшки, від еліптичної до овально-ланцетної форми із тупою верхівкою, клиноподібною основою, короткочерешкові; край листка цільний, помітно війчастий, особливо біля основи; обидві поверхні більш або менш гладенькі, але виразно плямисті. Суцвіття складається із близько (6-12) квіток, зібраних у верхівкові голівки від кулястої до яйцеподібної форми. Чашечка трубчаста, двогуба, верхня губа із 3 зубцями, нижня із 2 зубцями, облямованими довгими волосками; внутрішня поверхня дуже опушена, після цвітіння волоски закривають трубочку. Віночок від пурпурово-фіолетового до червоного кольору, двогубий, нижня губа складається із 3 лопатей, верхня губа зазубрена, внутрішня поверхня дуже опушена; тичинок 4, прирослих до пелюсток і виступаючих із трубочки віночка.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок від сірувато-зеленого до коричнювато-зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури: фрагменти епідерми листка із клітин зі звивистими, дещо потовщеними антиклінальними оболонками та продихових апаратів діацитного типу (2.8.3); численні покривні волоски на обох поверхнях і вздовж країв листка, більшість із яких короткі, конічні, одноклітинні, із потовщеними та бородавчастими оболонками, деякі довгі, однорядні, складаються із до 8 клітин, дещо здуті при з'єднанні, із помірно

потовщеними оболонками; численні ефіроолійні залозки із невеликою, округлою, одноклітинною ніжкою та великою кулястою голівкою, що складається із невизначеного числа радіальних клітин із коричневим вмістом; дрібніші залозисті волоски, із одноклітинною ніжкою та одноклітинною кулястою або яйцеподібною голівкою; пурпурово-фіолетові фрагменти віночка, зовнішня епідерма якого із численними покривними та залозистими волосками, внутрішня епідерма сосочкоподібна; пилокві зерна від кулястих до еліптичних, від 30 мкм до 40 мкм у діаметрі, із дрібнозернистою екзиною та 6 проростковими порами.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 1.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 5 мл метиленхлориду Р, струшують протягом 3 хв, фільтрують крізь близько 2 г натрію сульфату безводного Р.

Розчин порівняння. 5 мг тимолу Р і 10 мкл карвакролу Р розчиняють у 10 мл метиленхлориду Р.

Пластика: ТШХ пластика із шаром силікагелю F₂₅₄ Р.

Рухома фаза: метиленхлорид Р.

Об'єм проб: 20 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення А: переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 254 нм.

Результати А: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину.

Верхня частина пластинки	
тимол: зона поглинання	чітко виражена зона поглинання
	зона поглинання (тимол) зони
	поглинання
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

Виявлення В: обприскують анісового альдегіду розчином Р, використовуючи 10 мл розчину на пластинку площею 200 мм², і нагрівають при температурі (100- 105) °С протягом 10 хв.

Результати В: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину у нижній третині можуть виявлятися також інші зони. Інтенсивність зон тимолу та карвакролу залежить від випробовуваного зразка (хемотипи).

Верхня частина пластинки	
тимол: коричнювато - рожева зона	коричнювато-рожева зона (тимол)
карвакрол: блідо- фіолетова зона	блідо-фіолетова зона (карвакрол)
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 %, визначення проводять із 30 г сировини.

Сторонніми домішками є листки від голчастих до лінійно-ланцетних із помітно загорнутими краями, адаксіальна поверхня яких вкрита покривними волосками, що мають вигляд зубчиків і бородавчасті оболонки, абаксіальна поверхня вкрита кількома типами бородавчастих покривних волосків: одноклітинними прямими або дещо зігнутими, дво- або триклітинними, часто колінчасто зігнутими, та дво- клітинними або триклітинними, більш або менш прямими (*Thymus vulgaris*, *Thymus zygis*).

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 10.0 %. 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 10.0 %.

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 3.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять, як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 50.0 г різаної сировини, круглодонну колбу місткістю 1000 мл, 500 мл води Р як дистиляційну рідину. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год без ксилолу Р у градуйованій трубі.

ЧЕБРЕЦЬ ПОВЗУЧИЙ*

Serpylli herba

Цілі або різані, висушені квітучі надземні частини *Thymus serpyllum* L. s.l.

Вміст: не менше 1.5 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Л. Стебло дуже розгалужене, до 1.5 мм у діаметрі, циліндричне або невиразно чотиригранне, зелене, червонувате або пурпурове, старі стебла коричневі та здерев'янілі, молоді стебла опушені. Листки супротивні, (3-12) мм завдовжки та до 4 мм завширшки. від еліптичної до овально-ланцетної форми із тупою верхівкою, клиноподібною основою, короткочерешкові; краї листка цільні, помітно війчасті, особливо біля основи; обидві поверхні більш або менш гладенькі, але виразно плямисті. Суцвіття складається із близько (6-12) квіток, зібраних у верхівкові голівки від кулястої до яйцеподібної форми. Чашечка трубчаста, двогуба, верхня губа із 3 зубцями, нижня із 2 зубцями, облямованими довгими волосками; внутрішня поверхня дуже опушена, після цвітіння волоски закривають трубочку. Віночок від пурпурово-фіолетового до червоного кольору, двогубий, нижня губа складається із 3 лопатей, верхня губа зазубрена, внутрішня поверхня дуже опушена; тичинок 4, прирослих до пелюсток і виступаючих із трубочки віночка.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок від сірувато-зеленого до коричнюватозеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури: фрагменти епідерми листка із клітин зі звивистими, дещо потовщеними антиклінальними оболонками та продигових апаратів діацитного типу (2.8.3); численні покривні волоски на обох поверхнях і вздовж країв листка, більшість із яких короткі, конічні, одноклітинні, із потовщеними та бородавчастими оболонками, деякі довгі, однорядні, складаються із до 8 клітин, дещо здуті при з'єднанні, із помірно потовщеними оболонками; численні ефіроолійні залозки із невеликою, округлою, одноклітинною ніжкою та великою кулястою голівкою, що складається із невизначеного числа радіальних клітин із коричневим вмістом; дрібніші залозисті волоски, із одноклітинною ніжкою та одноклітинною кулястою або яйцеподібною голівкою; пурпурово-фіолетові фрагменти віночка, зовнішня епідерма якого із численними покривними та залозистими волосками, внутрішня епідерма сосочкоподібна; пилкові зерна від кулястих до еліптичних, від 30 мкм до 40 мкм у діаметрі, із дрібнозернистою екзиною та 6 проростковими порами.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. Ефірну олію, одержану у випробуванні «Кількісне визначення», переносять у мірну колбу місткістю 10 мл за допомогою невеликих порцій *етанолу (96 % Р)*, обполіскуючи ним градуйовану трубку та доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10.0 мл.

Розчин порівняння. 5 мг *ФСЗДФУ тимолу* і 10 мкл *ФСЗДФУ карвакролу* розчиняють у 10 мл *метилен-хлориду Р*.

Пластика: ТШХ пластинка із шаром силікагелю $F_{254}P$.

Рухом фаза: метиленхлорид Р.

Об'єм проб: 10 мкл випробовуваного розчину та 20 мкл розчину порівняння, смугами.

Відстань, що має пройти рухом фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують *анісового альдегіду розчином Р*, використовуючи 10 мл розчину на пластинку площею 200 мм², і нагрівають при температурі (100- 105) °С протягом 10 хв.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину у нижній третині можуть виявлятися також інші зони. Інтенсивність зон тимолу та карвакролу залежить від випробовуваного зразка (хемотипи).

Верхня частина пластинки	
тимол: коричнювато - рожева зона	інтенсивна фіолетова зона
карвакрол: блідо- фіолетова зона	коричнювато-рожева зона (тимол)
	блідо-фіолетова зона (карвакрол)
	інтенсивна фіолетова зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 10 % шматочків стебел більше 0.5 мм у діаметрі, не більше 2 % сторонніх часток, у тому числі не більше 1 % домішок мінерального походження. Не більше 3 % сторонніх домішок, визначення проводять із 30 г сировини.

Сторонніми домішками є листки від голчастих до лінійно-ланцетних із помітно загорнутими краями, адаксіальна поверхня яких вкрита покривними волосками, що мають вигляд зубчиків і бородавчасті оболонки, абаксіальна поверхня вкрита кількома типами бородавчастих покривних волосків: одноклітинними прямими або дещо зігнутими, дво- або триклітинними, часто колінчасто зігнутими, та дво- клітинними або триклітинними, більш або менш прямими (*Thymus vulgaris*, *Thymus zygis*).

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 13.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 12.0 %.

Зола, не розчинна у хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 5.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять, як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 50.0 г різаної сировини, круглодонну колбу місткістю 1000 мл, 500 мл *води Р* як дистиляційну рідину. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год без *ксилолу Р* у градуйованій трубці.

При визначенні вмісту ефірної олії допускається використання аналогічних приладів із ціною поділки 0.02 мл.

Випробування, що рекомендується.

Екстрактивні речовини. Не менше 18 %.

Близько 1.0 г (точна наважка) здрібненої на порошок сировини (500) (2.9.12) поміщають у конічну колбу, додають 50 мл *етанолу (30 %, об/об) Р*, закривають колбу пробкою, зважують (із точністю ± 0.01 г), витримують протягом 1 год, кип'ятять зі зворотним холодильником протягом 2 год і охолоджують. Колбу закривають тією самою пробкою, зважують, доводять *етанолом (30 %, об/об) Р* до початкової маси, перемішують і фільтрують. 25 мл одержаного фільтрату упарюють насухо на водяній бані та сушать при температурі (100-105) °С до постійної маси.

Вміст екстрактивних речовин, у перерахунку на суху сировину, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{m \times 200 \times 100}{m_1 \times (100 - W)},$$

де:

m — маса сухого залишку, у грамах, m , —

маса наважки сировини, у грамах,

W — втрата в масі при висушуванні, у відсотках.

ВЛАСТИВОСТІ

Шавлії листя (*Salvia officinalis*) олія багата на туйон.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Пластинка цілого листка шавлії лікарської (*Salvia officinalis*) близько (2-10) см завдовжки та (1-2) см завширшки, видовжено-овальна або еліптична. Край від дрібно-городчастого до цільного. Верхівка заокруглена або дещо звужена, основа біля черешка зморщена, заокруглена або серцеподібна. Верхня поверхня зеленувато-сірого кольору та дрібно чарункова; на нижній опушеній поверхні білого кольору виявляється густа сітка виступаючих дрібних жилок.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок від світло-сірого до коричнювато-зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: дуже численні, членисті та зігнуті покривні волоски із вузьких, видовжених клітин і дуже товстостінних базальних клітин, а також фрагменти цих волосків; фрагменти верхньої епідерми із пористих, майже багатокутних клітин; фрагменти нижньої епідерми із клітин зі звивистими оболонками та численних продихових апаратів діацитного типу (2.8.3)-, зрідка поодинокі залозисті волоски із одно- або двоклітинною голівкою та ніжкою із від 1 до 4 клітин; численні ефіроолійні залозки із одноклітинною ніжкою та голівкою із 8 радіально розташованих клітин із піднятою спільною кутикулою.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 г свіжоздрібненої сировини (355) (2.9.12) струшують із 5 мл *етанолу (96 %) Р* протягом 5 хв.

Розчин порівняння. 20 мкл *туйону Р* і 25 мкл *цинеолу Р* розчиняють у 20 мл *етанолу (96 %) Р*.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром *силікагелю Р*.

Рухома фаза: *етилацетат Р- толуол Р* (5:95).

Об'єм проб: 20 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують розчином 200 г/л *фосфорно-молібденової кислоти Рв етанолі (96 %) Р*, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 10 хв. Переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися інші зони.

ШАВЛІЇ ЛИСТЯ (ШАВЛІЯ ЛІКАРСЬКА)

Salviae officinalis folium

SAGE LEAF (SALVIA OFFICINALIS)

Цілі або різані, висушені листки *Salvia officinalis* L.

Вміст: не менше 15 мл/кг ефірної олії для цілої сировини та не менше 10 мл/кг ефірної олії для різаної сировини, у перерахунку на безводну сировину.

Верхня частина пластинки	
	синя зона (близько фронту розчинника)
а-туйон і р-туйон: 2 рожевувато-фіолетові зони	2 рожевувато-фіолетові зони (а-туйон і р-туйон)
цинеол: синя зона	синя зона(цинеол)
	сині зони
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 3 % стебел і не більше 2 % інших сторонніх домішок.

Вода (2.2.13). Не більше 100 мл/кг. Визначення проводять, використовуючи 20.0 г сировини.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 10.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 20.0 г сировини, різаної, якщо необхідно, безпосередньо перед випробуванням, колбу місткістю 500 мл, 250 мл *води Р* як дистиляційну рідину і 0.5 мл *кислоту Р*у градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год.

ШАВЛІЇ ЛІКАРСЬКОЇ ЛИСТЯ*

Salviae officinalis folium

Зібрані протягом літа, висушені й обмолочені листки культивованого напівкуща шавлії лікарської (*Salvia officinalis* L.).

Вміст: не менше 8 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на суху сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має сильний духмянний запах, особливо відчутний при розтиранні.

Сировина має гіркувато-пряний, злегка в'язучий смак.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Сировина — це суміш переважно шматочків листків і цільних листків, кількісно менше у ній представлені шматочки стебел і квітки з квітконіжками або без них.

Цілі листки черешкові, (2-10) см завдовжки та (1-2.5) см завширшки, зеленого, сірувато-зеленого або сріблясто-білого кольору, густо опушені, особливо знизу, довгими волосками, із пластинкою яйцеподібно-довгастої або видовжено-овальної форми, із дрібногородчастим краєм, притупленою верхівкою та заокругленою або серцеподібною основою. Верхня поверхня пластинки листка рівномірно зморшкувата або дрібночарункова із густою сіткою дуже вдавлених жилок. Нижня поверхня білого кольору із густою сіткою виступаючих дрібних жилок. Шматочки листків різної форми розміром (1-35) мм. Шматочки стебел чотиригранні, густо опушені. Квітки мають двогубу опушену чашечку та двогубий синьо-фіолетовий віночок.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2.9.12). Порошок від світло-сірого до коричнювато-зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури: фрагменти верхньої епідерми листків із багатокутних, дещо звивистостінних основних клітин і нечисленних продихів; фрагменти нижньої епідерми із основних клітин із більш звивистими стінками та численними продиховими апаратами діацитного типу (2.8.3); численні багатоклітинні покривні волоски, нижні (частіше (2-4)) клітини яких короткі та мають дуже потовщені оболонки, а верхня клітина — довга, зігнута, тонкостінна або фрагменти цих волосків; численні ефіроолійні залозки із одноклітинною ніжкою та голівкою із (6-8) радіально розташованих секреторних клітин із піднятою спільною кутикулою; зрідка залозисті волоски із (1-3)-клітинною ніжкою та кулястою (1-2)-клітинною голівкою..

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.5 г свіжоздрібненої сировини (355) (2.9.12) струшують із 5 мл *етанолу (96 %) Р* протягом 5 хв.

Розчин порівняння. 25 мкл *ФСЗ ДФУцинеолу* і 20 мкл *туйону Р* розчиняють у 20 мл *етанолу (96 %) Р*.

Пластинка: ТШХпластинка із шаром силікагелю *Р*.

Рухома фаза: *етилацетат Р- толуол Р*(5:95).

Об'єм проб'. 20 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують розчином 200 г/л *фосфорно-молібденової кислоти Р* в *етанолі (96 %) Р*, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 10 хв. Переглядають при денному світлі.

Шавлії настойка

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися інші зони.

Верхня частина пластинки	
	синя зона (близько фронту розчинника)
а-туйон і р-туйон: 2 рожевувато-фіолетові зони цинеол: синя зона	2 рожевувато-фіолетові зони (а-туйон і р-туйон) синя зона(цинеол)
	сині зони
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5 % побурілих листків; не більше 13% інших частин рослини (квіток і кусочків стебел) і не більше 3 % інших сторонніх часток, у тому числі не більше 0.5% домішок мінерального походження.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 14.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (1000) (2.9.12) сушать при температурі 105 °С.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 12.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 30.0 г сировини, різаної, якщо необхідно, безпосередньо перед випробовуванням, колбу місткістю 500 мл і 250 мл води Р як дистиляційну рідину. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год без ксилолу Ру градуйованій трубі.

ШАВЛІЇ НАСТОЙКА

Salviae tinctura

SAGE TINCTURE

Настойка, одержана із сировини, описаної у статті «Шавліїлистя (Salvia officinalis)».

Вміст: не менше 0.1 % м/м ефірної олії.

ВИРОБНИЦТВО

Настойку одержують із 1 частини здрібненої сировини і 10 частин етанолу (70 %, об/об) підходящим методом.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Рідина коричнюватого кольору із характерним запахом.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. Випробовувана настойка.

Розчин порівняння. 20 мкл туйону Рі 25 мкл цинеолу Р розчиняють у 20 мл етанолу (96 %) Р.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром силікагелю Р.

Рухома фаза: етилацетат Р - толуол Р(5:95).

Об'єм проб: 20 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують розчином 200 г/л фосфорномолібденової кислоти Р в етанолі (96 %) Р і нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 10 хв; переглядають при денному світлі.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину можуть виявлятися інші зони.

Верхня частина пластинки	
	синя зона (близько фронту розчинника)
а-туйон і р-туйон: 2 рожевувато-фіолетові зони цинеол: синя зона	2 рожевувато-фіолетові зони (а-туйон і р-туйон) синя зона(цинеол)
	сині зони
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Етанол (2.9.10). Від 64 % (об/об) до 69 % (об/об).

Метанол і 2-пропанол (2.9.11). Не більше 0.05 % (об/об) метанолу, не більше 0.05 % 2-пропанолу.

Сухий залишок (2.8.16). Не менше 2.0 % (м/м), визначення проводять із 3.00 г.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

30.0 г настойки поміщають у круглодонну колбу місткістю 500 мл і додають 100 мл *води Р*, переганяють, використовуючи низхідний холодильник, у ділільну ліжку, на яку попередньо була нанесена позначка 50 мл. Перегонку припиняють, коли рівень дистиляту досягне позначки 50 мл. Холодильник обполіскують 10 мл *пентану Р*. У дистиляті розчиняють достатню для одержання насиченого розчину кількість *натрію хлориду Р*. Струшують із 3 порціями, по 20 мл кожна, *пентану Р*. Об'єднані пентанові шари висушують, включаючи пентан, що використовували для обполіскування холодильника, над *натрію сульфатом безводним Р* і фільтрують крізь тампон із вати у попередньо зважену круглодонну колбу місткістю 100 мл. Натрію сульфат промивають декілька разів невеликими кількостями *пентану Р*. Пентан обережно видаляють при температурі не вище 40 °С. Залишок висушують в ексікаторі над *фосфору(V) оксидом Р* і парафіном при атмосферному тиску та при кімнатній температурі протягом 2 год. Залишок зважують (ефірна олія).

ШАВЛІЇ ТРИЛОПАТЕВОЇ ЛИСТЯ

Salviae trilobae folium

SAGE LEAF, THREE-LOBED

Цілі або різані, висушені листки *Salvia fruticosa* Mill. (5. *triloba* L. fil).

Вміст: не менше 18 мл/кг ефірної олії у цілій сировині та не менше 12 мл/кг ефірної олії у різаній сировині, у перерахунку на безводну сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має духм'яний запах, якщо сировина розтерта, запах її подібний до запаху евкаліптової олії.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Пластинка цілого листка шавлії трилопатевої близько (8-50) мм завдовжки та близько (4-20) мм завширшки, видовжено-овальної або ланцетної форми. Край тонко зубчастий і хвилястий, але із від нечіткого до густого опушення на обох поверхнях. Основа тупокінцева та деколи із 1 або 2 більш-менш розвиненими лопатями. Верхня поверхня із сіро- повстятим опушенням, нижня поверхня із густим біло-повстятим опушенням; жилкування нечітке.

Черешок густо біло-повстятний, близько 1 мм у діаметрі.

В. Сировину подрібнюють на порошок (355) (2. 9.12). Порошок сірувато-зеленого кольору та пухкий. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури: дуже численні, цілі або фрагментовані покривні та залозисті волоски, безладно розкидані та на фрагментах епідерми; покривні волоски членисті, однорядні, товстостінні та тупо загострені, покривні волоски верхньої епідерми прямі, покривні волоски нижньої епідерми довші, звивисті та густіше розташовані; залозисті волоски із одноклітинною або двоклітинною голівкою та ніжкою із (1-4) клітин; кількісно переважають ефіроолійні залозки із короткою одноклітинною ніжкою та голівкою із 8 радіально розташованих клітин із піднятою спільною кутикулою; верхня епідерма із майже багатокутних клітин із пористими та чот- коподібними оболонками та декількох продихових апаратів діацитного типу (2.8.3); нижня епідерма із клітин зі звивистими або хвилястими оболонками та чисельних продихових апаратів діацитного типу.

С. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні *Туйон*.

Результати: на хроматограмі випробовуваного розчину виявляється синя зона, відповідна цинеолу, яка за розміром та інтенсивністю рівна або більша ніж відповідна зона на хроматограмі розчину порівняння. На хроматограмі випробовуваного розчину, крім того, можуть виявлятися інші зони.

ВИПРОБУВАННЯ

Туйон. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. 0.3 г свіжоздрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) струшують із 5.0 мл *етанолу Р* протягом 5 хв.

Розчин порівняння. 20 мкл *туйону Р* і 25 мкл *цинеолу Р* розчиняють у 20 мл *етанолу Р*.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром *силікагелю Р*.

Рухома фаза: *етилацетат Р- толуол Р* (5:95).

Об'єм проб: 20 мкл, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обприскують розчином 200 г/л *фосфорномолібденової кислоти Р* в *етанолі Р* і нагрівають при температурі (100-105) °С протягом 10 хв. Переглядають при денному світлі.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння виявляються: у середній частині — синя зона (цинеол), у верхній частині — рожево-синя зона (туйон).

Шандра звичайна

На хроматограмі випробовуваного розчину не має виявлятися або виявляється дуже слаба рожево-синя зона, відповідна туйону.

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 8 % стебел і не більше 2 % інших сторонніх домішок.

Вода (2.2.13). Не більше 100 мл/кг. Визначення проводять, використовуючи 20.0 г сировини.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 10.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 20.0 г сировини, якщо необхідно різаної безпосередньо перед випробуванням, колбу місткістю 500 мл, 250 мл *води* Р_{як} дистиляційну рідину і 0.50 мл *ксилолу* Р_у градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (2-3) мл/хв протягом 2 год.

$$\frac{2.5 \times A_1 \times m_2}{A_2 \times m_1},$$

де:

A_1 — оптична густина випробовуваного розчину; A_2 — оптична густина розчину порівняння;

m_1 — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах;

m_2 — маса наважки аскорбінової кислоти, у грамах.

ЯЛОВЕЦЬ

Juniperi galbulus

JUNIPER

Висушені, дозрілі шишкоягоди *Juniperus communis* L.

Вміст-, не менше 10 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на безводну сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має сильний духм'яний запах, особливо якщо вона здрібнена.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Шишкоягода кулястої форми, близько 10 мм у діаметрі, фіолетово-коричневого або чорнувато-коричневого кольору, зрідка із синюватим нальотом. Вона складається із 3 м'ясистих лусок. На верхівці виявляються трипроменево зближені борозенки та 3 нечіткі виступи. Залишок ніжки часто наявний біля основи. М'ясиста частина пухка та коричнювата. Вона містить 3 або, значно рідше, 2 дрібні,

видовжені, дуже тверді насінини, що мають 3 чіткі грані, дещо зовні заокруглені та загострені на верхівці. Насінини зростаються нижньою зовнішньою частиною своїх основ із м'яистою частиною шишкоягоди. Дуже крупні, овальні, із клейкою смолою ефіроолійні вмістища розташовані на зовнішній поверхні насінин.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: фрагменти епідерми шишкоягоди із клітин із товстими, пористими, безбарвними оболонками та коричневим, зернистим вмістом і зрідка продигових апаратів аномоцитного типу (2.8.3); фрагменти трипроменевих верхіткових борозенок шишкоягоди із порожнинами та епідермальними клітинами, зчепленими завдяки сосочкоподібним виростам; фрагменти гіподерми із клітин із коленхіматозно потовщеними оболонками; фрагменти мезокарпія із крупних, тонкостінних паренхімних клітин, звичайно округлих, із великими міжклітинниками та розсіяними, крупними, звичайно, дещо пористими, жовтими ідіобластами (діжкоподібними клітинами); фрагменти схизогенних олієвмісних вмістців; фрагменти насінної шкірки із товстостінних, пористих, безбарвних склерейд із одним або декількома призматичними кристалами кальцію оксалату; фрагменти ендосперму та тканини зародка із тонкостінних клітин із нелеткою олією та алейроновими зернами.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. Суміш ефірної олії і *кислоту Р*, одержану при кількісному визначенні, доводять *гексаном Р* до об'єму 5.0 мл.

Розчин порівняння. 4.0 мг *гвайазулену Р* і 50 мкл *цинеолу Р* розчиняють у 10 мл *гексану Р*.

Пластинка: ТШХ пластинка із шаром *сілікагелю Р*.

Рухома фаза: *етилацетат Р- толуол Р* (5:95).

Об'єм проб: 20 мкл випробовуваного розчину та 10 мкл розчину порівняння, смугами.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 15 см від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обробляють *анісового альдегіду розчином Р*, нагрівають при температурі (100-105) °С протягом (5-10) хв і переглядають при денному світлі.

Результати: на хроматограмі розчину порівняння виявляється червона зона (*гвайазулен*) у верхній половині пластинки та коричнювато-фіолетова або сірувато-фіолетова зона (*цинеол*) у нижній половині пластинки; на хроматограмі випробовуваного розчину виявляються: інтенсивна фіолетова зона (моно- і сесквітерпени), на рівні зони, відповідної

Ясена листя

гвайазулену на хроматограмі розчину порівняння, червонувато-фіолетова зона децю вище зони, відповідної цинеолу на хроматограмі розчину порівняння, сірувато-фіолетова зона (терпінен-4-ол) децю нижче зони, відповідної цинеолу на хроматограмі розчину порівняння, та ще нижче — синя зона; на рівні зони, відповідної цинеолу, може виявлятися слаба фіолетова зона. Також можуть виявлятися інші зони.

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5 % незрілих або знебарвлених шишкоягід і не більше 2 % інших сторонніх домішок.

Вода (2.2.13). Не більше 120 мл/кг. Визначення проводять, використовуючи 20.0 г здрібненої на порошок сировини.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 4.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Визначення проводять як зазначено у статті (2.8.12). Використовують 20.0 г сировини, здрібненої на грубий порошок з використанням підхожого по- дрібнювача безпосередньо перед визначенням, круглодонну колбу місткістю 500 мл, 200 мл *води* *P* як дистиляційну рідину та 0.5 мл *ксилолу* *Pu* градуйованій трубці. Перегонку проводять зі швидкістю (3-4) мл/ хв протягом 90 хв.