

07/2013:2184

FAGOPYRI HERBA

Ziele gryki

Buckwheat herb; Sarrasin

DEFINICJA

Całe lub połamane nadziemne części *Fagopyrum esculentum* Moench, zebrane we wczesnym okresie kwitnienia przed owocowaniem i natychmiast wysuszone.

Zawartość: nie mniej niż 3,0% rutozydu ($C_{27}H_{30}O_{16}$; m.cz. 611) (wysuszona substancja roślinna).

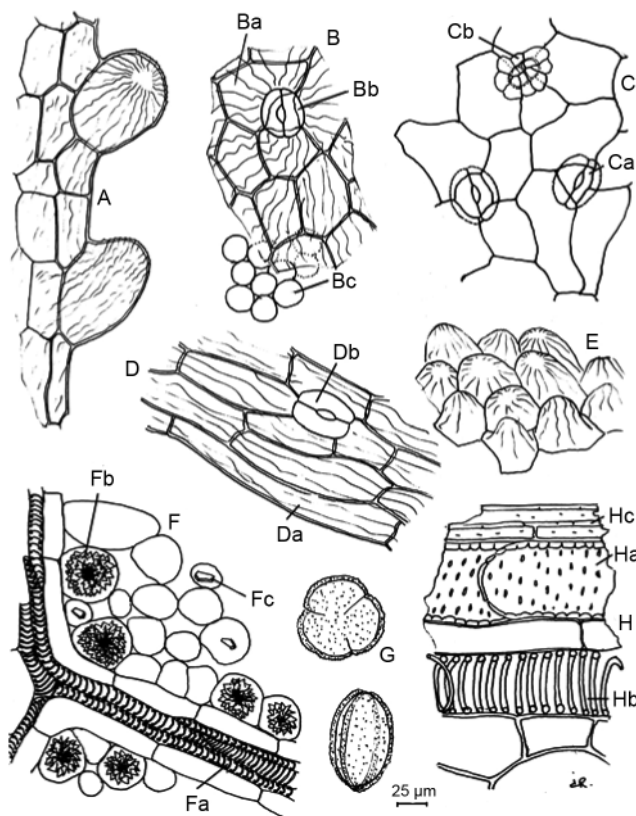
TOŻSAMOŚĆ

A. Łodyga jest walcowata, wewnątrz pusta, lekko podłużnie prążkowana, ok. 2–6 mm średnicy, brunatnawozielona lub czerwona, z kilkoma rozgałęzieniami, zgrubiała w międzywęźlach; liście są ustawione skrótnie i mają błoniaste, pochwiaste przylistki; powierzchnia jest gładka za wyjątkiem okolicy przylistków, gdzie zdarzają się krótkie, białe włoski. Liście są ciemnozielone, jaśniejsze na stronie spodniej, do 7 cm szerokie i 11 cm długie, strzałkowate lub sercowate, prawie pięcioboczne z 2 szeroko zaokrąglonymi łatkami; dolne liście są ogonkowe, a górne siedzące lub obejmujące łodygę; blaszka liściowa jest gładka i na brzegu lekko falista i postrzępiona, z drobnymi czerwono-brunatnymi wyrostkami. Podobne wyrostki występują na nerwach na górnej powierzchni. Kwiatostanem jest wierzchołek złożony; pojedyncze kwiaty 1–2 mm długie i 6 mm średnicy z 5 wolnymi, białymi lub czerwonymi płatkami.

B. Badanie mikroskopowe (2.8.23). Proszek jest ciemnozielony. Obserwować pod mikroskopem używając roztworu wodzianu chloralu OD. Proszek wykazuje następujące cechy diagnostyczne (ryc. 2184.-1): fragmenty skórki łodygi (widziane z powierzchni [D]) złożone z komórek wydłużonych, o prążkowanym naskórku ścian zewnętrznych [Da], z towarzyszącymi anomocytycznymi aparatami szparkowymi (2.8.3) [Db]; fragmenty skórki górnej blaszki liściowej (widziane z powierzchni [B]), złożone z komórek wielobocznych pokrytych prążkowanym naskórkiem [Ba], z anomocytycznymi aparatami szparkowymi [Bb], często z towarzyszącym miększym palisadowym [Bc]; fragmenty skórki brzegów liścia [A] i skórki znad nerwów często wykazujące jajowate bądź okrągławe, podobne do brodawek wyrostki często czerwone, o zgrubiałych i prążkowanych ścianach; fragmenty skórki dolnej liścia [C] o cienkościennych, wielobocznych komórkach, licznych aparatach szparkowych [Ca] i rzadko włoskach gruczołowych, o dwurzędowym trzonie i kulistej główce, zwykle złożonej z 8 komórek [Cb]; fragmenty śródliścia [F] z wąskimi pierścieniowatymi i spiralnymi naczyniami [Fa] i z komórkami miększu gąbczastego, wśród których liczne zawierają grzeczki szczawianu wapnia, o różnej średnicy (25–100 μm) [Fb]; mniejsze pryzmatyczne kryształy szczawianu wapnia [Fc], występują rzadko w śródliściu, a także w miększu łodygi; fragmenty tkanek zdrewniałych [H] o brzeźnie jamkowanych [Ha], siatkowatych i pierścieniowatych [Hb] naczyniach, cienkościennych, jamkowanych włóknach [Hc]; niekiedy fragmenty korony z brodawkową skórką [E]; okrągławe lub jajowate ziarna pyłku, średnicy ok. 50 μm , o dołączkowej egzynie i 3 bruzdach [G].

C. Chromatografia cienkowarstwowa (2.2.27).

Roztwór badany. Do 0,5 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) dodać 5,0 mL metanolu OD i ogrzewać 10 min w łaźni wodnej w temp. 60°C pod chłodnicą zwrotną. Ochłodzić i przesączyć.



Ryc. 2184.-1. Rysunek do badania B tożsamości sproszkowanej substancji roślinnej ziele gryki

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 10 mg hiperozydu OD i 10 mg trójwodnego rutozydu OD w 10 mL metanolu OD.

Płytki: płytka TLC z żelem krzemionkowym OD (5–40 μm) [lub płytka TLC z żelem krzemionkowym OD (2–10 μm)].

Faza ruchoma: bezwodny kwas mrówkowy OD, woda OD, octan etylu OD (10:10:80 V/V/V).

Naniesienie: 20 μL [lub 5 μL] w postaci pasm 15 mm [lub 8 mm].

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

Suszenie: w temp. 100–105°C.

Detekcja: poddać działaniu roztworu (10 g/L) estru aminowyloowego kwasu difenyloborowego OD w metanolu OD, następnie poddać działaniu roztworu (50 g/L) makroglu 400 OD w metanolu OD; pozostawić ok. 30 min do wysuszenia na powietrzu i obejrzyć w nadfiolecie przy 365 nm.

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

Górna część chromatogramu	
	2 czerwone pasma
	1–2 jasnoniebieskie pasma
	Pomarańczowe pasmo
	Pomarańczowe pasmo
Hiperozyd: pomarańczowe pasmo	2 niebieskie pasma
Rutozyd: pomarańczowożółte pasmo	Pomarańczowożółte pasmo (rutozyd)
Roztwór porównawczy	Roztwór badany

BADANIA

04/2013:1868

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

Popiół całkowity (2.4.16): nie więcej niż 15,0%.

ZAWARTOŚĆ

Chromatografia cieczowa (2.2.29).

Roztwór badany. Do 0,500 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) dodać 30 mL 80% (V/V) *metanolu OD*. Ogrzewać mieszaninę 30 min pod chłodnicą zwrotną w łaźni wodnej w temp. 60°C, następnie ekstrahować mieszaninę 15 min w łaźni ultradźwiękowej. Pozostawić do ochłodzenia, uzupełnić 80% (V/V) *metanolem OD* do 50,0 mL i przesączyć.

Roztwór porównawczy (a). Rozpuścić 25,0 mg *trójwodnego rutozydu CSP* w 80% (V/V) *metanolu OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 50,0 mL.

Roztwór porównawczy (b). Rozpuścić 20,0 mg *trokserutyny OD* i 5,0 mg *kwercytryny OD* w 80% (V/V) *metanolu OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 50,0 mL.

Kolumna:

- **wymiary:** długość 0,125 m, średnica wewnętrzna 4 mm;
- **faza nieruchoma:** żel krzemionkowy do chromatografii z grupami *oktadecylosililowymi OD* (5 µm);
- **temperatura:** 30°C.

Faza ruchoma:

- **faza ruchoma A:** mieszać 50 objętości *acetonitrylu OD* i 950 objętości *wody OD*, doprowadzonej *kwasem fosforowym OD* do pH 2;
- **faza ruchoma B:** mieszać 95 objętości *wody OD* doprowadzonej *kwasem fosforowym OD* do pH 2 i 905 objętości *acetonitrylu OD*;

Czas (min)	Faza ruchoma A (% V/V)	Faza ruchoma B (% V/V)
0 – 6	94	6
6 – 16,5	94 → 85	6 → 15
16,5 – 22	85 → 76	15 → 24
22 – 25	76 → 59	24 → 41

Szybkość przepływu: 1,0 mL/min.

Detekcja: spektrofotometr przy 350 nm.

Wprowadzenie: 10 µL.

Przydatność układu: roztwór porównawczy (b):

- **kolejność wymywania:** kolejność zgodna ze wskazaną dla składników roztworu porównawczego (b), jeżeli chromatogram jest rejestrowany w przepisanych warunkach;
- **rozdzielczość:** nie mniej niż 3 pomiędzy pikami *trokserutyny* i *kwercytryny*.

Stosując czasy retencji określone na chromatogramie roztworu porównawczego (a), umiejscowić pik *rutozydu* na chromatogramie roztworu badanego.

Obliczyć procentową zawartość *rutozydu* wg poniższego wzoru:

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

A_1 = powierzchnia pików *rutozydu* na chromatogramie roztworu badanego;

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

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

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

p = procentowa zawartość *rutozydu* w *trójwodnym rutozydzie CSP*, w procentach.

FILIPENDULAE ULMARIAE HERBA

Ziele wiązówki

Meadowsweet; Reine des prés (sommité fleurie de)

DEFINICJA

Całe lub rozdrobnione, wysuszone kwitnące szczyty pędów *Filipendula ulmaria* (L.) Maxim. (syn. *Spiraea ulmaria* L.).

Zawartość: nie mniej niż 1 mL/kg olejku eterycznego (wysuszona substancja roślinna).

WŁAŚCIWOŚCI

Zapach aromatyczny salicylanu metylu, po rozkruszeniu.

TOŻSAMOŚĆ

- A. Łodyga, średnicy do 5 mm, zielonawobrunatna, sztywna, kanciasta, wewnątrz pusta, z wyjątkiem części szczytowej, jest regularnie prosto podłużnie bruzdowana. Liść ogonkowy, nieparzystopierzasto złożony, ma 2 czerwonawobrunatne ostro zakończone przylistki. Liść składa się z 3–9 par listków, nierówno ząbkowanych, niektóre z nich są małe, skrzydełkowato wykształcone. Listki są ciemnozielone i nagie na górnej powierzchni, omszone i jaśniejsze, czasami srebrzyste na powierzchni dolnej. Szczytowy, największy listek jest podzielony na 3 odcinki. Wystające na dolnej powierzchni nerwy są brunatne. Kwiatostan złożony z bardzo licznych kwiatów tworzy nieregularną wierzchołkową wiechę. Kwiaty są kremowobiałe, średnicy ok. 3–6 mm; kielich złożony z 5 ciemnozielonych, odgiętych i owłosionych działek przyrośniętych do wypukłego dna kwiatowego; 5 wolnych, łatwo opadających, jasnożółtych płatków korony, jajowatych, wyraźnie zwężonych u podstawy; pręciki liczne, o zaokrąglonych pylnikach, znacznie dłuższe od płatków; słupkowie złożone z ok. 4–6 słupków o krótkich szyjkach i kulistym znamieniu; słupki skręcają się razem spiralnie tworząc żółtawobrunatne owoce śrubowato skręcone. Często występują nierozwinięte pączki kwiatowe. Jeżeli owoc występuje, jest skręcony śrubowato i zawiera brunatnawe nasiona.
- B. Badanie mikroskopowe (2.8.23). Proszek jest zielony lub żółtawozielony. Obserwować pod mikroskopem używając roztworu *wodzianu chloralu OD*. Proszek wykazuje następujące cechy diagnostyczne (ryc. 1868.-1): fragmenty skórek liści i działek [C, E, F] których komórki mają ściany sinusoidalne lub faliste [Ca, Ea, Fa], krótkie, grubościennne, stożkowate włoski okrywowe, zgrubiałe u podstawy (widziane z powierzchni [Eb] i z boku [J]), jednokomórkowe włoski okrywowe, cienkościenne, bardzo długie i powyginane, ostro zakończone (widziane z powierzchni [Fc] i z boku [A]), lub ślady (blizny) po nich (włoski powyginane [Fd], włoski stożkowate [Fe]) i niekiedy maczugowate włoski gruczołowe o 1–3 komórkowym ([Ed] i [G] odpowiednio), jednorzędowym trzonie i wielokomórkowej główce o gęstej, brunatnej treści; fragmenty skórki górnej często z towarzyszącym miękkim palisadowym [Cb], zawierającym nieco przerośniętych komórek z gruzłami szczawianu wapnia [Cc]; fragmenty skórki dolnej z anomocytycznymi aparatami szparkowymi (2.8.3) [Ec, Fb], niekiedy z towarzyszącym miękkim gąbczastym [Ff], niektóre jego komórki zawierają gruzły szczawianu wapnia [Fg]; cienkościenne komórki skórki płatków korony [H], niektóre wykazujące obecność okrągławych brodawek [Ha]; liczne kuliste ziarna pyłku z 3 ujściami łagiewkowymi i drobnodołczkową egzyną [Bb]; fragmenty pylników [B, D], których warstwa włóknista wykazuje charakterystyczne zgrubienia (widziane z powierzchni [D])