

wodorotlenku trimetylosulfoniowego OD w metanolu OD.

Roztwór porównawczy (a). Rozpuścić 0,699 g kwasu laurynowego CSP i 0,870 g kwasu oleinowego CSP w dimetyloformamidzie OD i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 10,0 mL. Do 1,0 mL roztworu dodać 4,0 mL roztworu wzorca wewnętrznego i uzupełnić dimetyloformamidem OD do 25,0 mL. Zmieszać 0,4 mL tego roztworu i 0,6 mL roztworu (18,84 g/L) wodorotlenku trimetylosulfoniowego OD w metanolu OD.

Roztwór porównawczy (b). Rozproszyć 0,25 g wyciągu z owocu palmy sabal RWP w 10 mL dimetyloformamidem OD. Dodać 4,0 mL roztworu wzorca wewnętrznego i uzupełnić dimetyloformamidem OD do 25,0 mL. Zmieszać 0,4 mL tego roztworu i 0,6 mL roztworu (18,84 g/L) wodorotlenku trimetylosulfoniowego OD w metanolu OD.

Kolumna:

- materiał: stopiona krzemionka;
- wymiary: długość 25 m, średnica wewnętrzna 0,20 mm;
- faza nieruchoma: metylopolisiloksan OD (grubość warstwy 0,33 μm).

Gaz nośny: hel do chromatografii OD.

Szybkość przepływu: 0,5 mL/min.

Stosunek strumienia dzielonego: 1:40.

Temperatura:

	Czas (min)	Temperatura (°C)
Kolumna	0 – 2	150
	2 – 7	150 → 190
	7 – 12	190
	12 – 22	190 → 220
	22 – 32	220
Dozownik próbek		300
Detektor		300

Detekcja: płomieniowo-jonizacyjna.

Wprowadzenie: 1 μL.

Identyfikacja pików: do identyfikacji pików kwasów kapronowego, kaprylowego, kaprynowego, laurynowego, mirystynowego, palmitolejowego, palmitynowego, linolowego, linolenowego, oleinowego i stearynowego oraz margarynianu metylu użyć chromatogramu dostarczonego z wyciągiem z owocu palmy sabal RWP i chromatogramu roztworu porównawczego (b).

Przydatność układu: roztwór porównawczy (b):

- stosunek maksimum do minimum: nie mniej niż 1,2; gdzie H_p = wysokość powyżej linii podstawowej pików kwasu linolenowego oraz H_n = wysokość powyżej linii podstawowej najniższego punktu krzywej oddzielającej ten pik od pików kwasu linolenowego.

Obliczyć procentową zawartość sumy kwasów tłuszczowych, przeliczając kwasy kapronowy, kaprylowy, kaprynowy, laurynowy, mirystynowy, palmitolejowy, palmitynowy i stearynowy na kwas laurynowy ($C_{12}H_{24}O_2$; m.c.z. 200,3) oraz kwasy linolowy, linolenowy i oleinowy na kwas oleinowy ($C_{18}H_{34}O_2$; m.c.z. 282,5), wg poniższego wzoru:

$$\frac{A_1 \times A_4 \times m_2 \times p_1 \times 0,5}{A_2 \times A_3 \times m_1} + \frac{A_5 \times A_4 \times m_3 \times p_2 \times 0,5}{A_6 \times A_3 \times m_1}$$

- A_1 = suma powierzchni pików kwasów kapronowego, kaprylowego, kaprynowego, laurynowego, mirystynowego, palmitolejowego, palmitynowego i stearynowego na chromatogramie roztworu badanego;
- A_2 = powierzchnia pików kwasu laurynowego na chromatogramie roztworu porównawczego (a);
- A_3 = powierzchnia pików margarynianu metylu na chromatogramie roztworu badanego;
- A_4 = powierzchnia pików margarynianu metylu na chromatogramie roztworu porównawczego (a);
- A_5 = suma powierzchni pików kwasów linolowego, linolenowego i oleinowego na chromatogramie roztworu badanego;

A_6 = powierzchnia pików kwasu oleinowego na chromatogramie roztworu porównawczego (a);

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

m_2 = masa kwasu laurynowego CSP użyta do przygotowania roztworu porównawczego (a), w gramach;

m_3 = masa kwasu oleinowego CSP użyta do przygotowania roztworu porównawczego (a), w gramach;

p_1 = procentowa zawartość kwasu laurynowego w kwasie laurynowym CSP;

p_2 = procentowa zawartość kwasu oleinowego w kwasie oleinowym CSP.

01/2013:1583

SALICIS CORTEX

Kora wierzby

Willow bark; Saule (écorce de)

DEFINICJA

Cała lub połamana wysuszona kora młodych gałęzi lub całe wysuszone kawałki tegorocznych gałązek różnych gatunków rodzaju *Salix* w tym *S. purpurea* L., *S. daphnoides* Vill. i *S. fragilis* L.

Zawartość: nie mniej niż 1,5% sumy pochodnych salicylowych, w przeliczeniu na salicynę ($C_{13}H_{18}O_7$; m.c.z. 286,3) (wysuszona substancja roślinna).

TOŻSAMOŚĆ

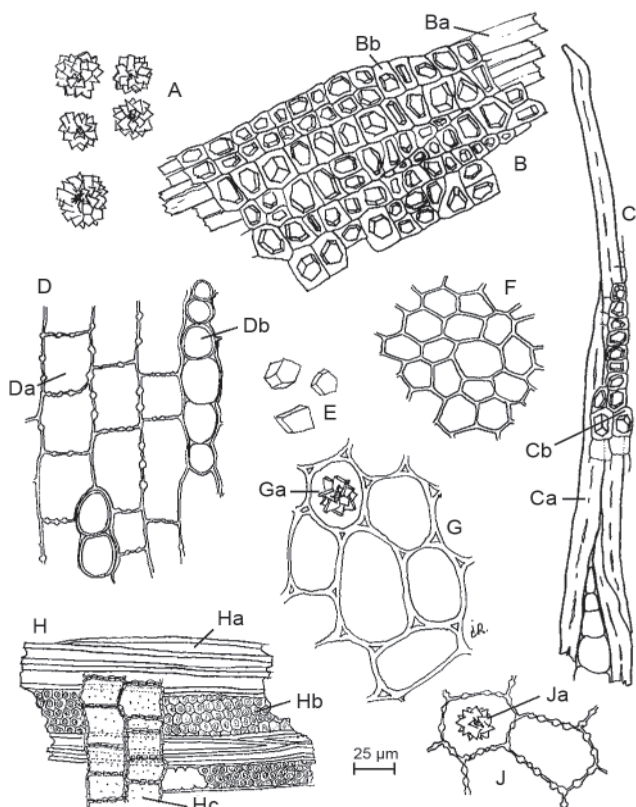
A. Kora ma 1–2 mm grubości i składa się z giętkich wydłużonych rurkowatych lub wygiętych kawałków. Zewnętrzna powierzchnia jest gładka lub lekko podłużnie pomarszczona zielonawo-żółta lub brunatnawoszara. Powierzchnia wewnętrzna jest gładka lub delikatnie podłużnie prążkowana biała, jasnożółta lub czerwonawobrunatna w zależności od gatunku. Przełam jest ziarnisty w części zewnętrznej, a grubowłóknisty w części wewnętrznej. Średnica tegorocznych gałązek jest nie większa niż 10 mm. Drewno jest białe lub jasnożółte.

B. Badanie mikroskopowe (2.8.23). Proszek jest jasnożółty, zielonawożółty lub jasnobrunatny. Obserwować pod mikroskopem używając roztworu wodzianu chloralu OD. Proszek wykazuje następujące cechy diagnostyczne (ryc. 1583.-1): wiązki [B, C] wąskich włókien [Ba, Ca] długości do ok. 600 μm, o bardzo grubych ścianach, otoczone warstwą kryształów złożonych z jedyńców szczawianu wapnia [Bb, Cb]; komórki miększu kory [D, J] o grubych, jamkowanych i głębokoperełkowanych ścianach [Da] zawierające duże grzyby szczawianu wapnia [Ga, Ja]; niektóre komórki miększu są kolenchymatycznie zgrubiałe [G]; jednorzędowe promienie rdzeniowe (w przekroju stycznym [Db]); zgrubiałe komórki korka (widziane z powierzchni [F]); liczne rozproszone pryzmatyczne kryształy [E] i grzyby [A] szczawianu wapnia; brunatnawe fragmenty podskórni z pąków mogą być również obecne. Dodatkowo mogą występować fragmenty drewna [H] złożone ze zdrewniałych włókien [Ha] i naczyń [Hb], z towarzyszącymi im niekiedy promieniami rdzeniowymi [Hc], pochodzące z gałązek.

C. Chromatografia cienkowarstwowa (2.2.27).

Roztwór badany (a). Do 1,0 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) dodać 10 mL metanolu OD; ogrzewać 10 min na łaźni wodnej o temperaturze ok. 50°C, często wstrząsając. Ochłodzić i przesączyć.

Roztwór badany (b). Do 5,0 mL roztworu badanego (a) dodać 1,0 mL roztworu bezwodnego węgla sodu OD (50 g/L) i ogrzewać 10 min w łaźni wodnej w temperaturze ok. 60°C. Ochłodzić i przesączyć, jeżeli to konieczne.



Ryc. 1583.-1. Rysunek do badania B tożsamości sproszkowanej substancji roślinnej kory wierzby

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 2 mg salicyliny OD i 2 mg kwasu chlorogenowego OD w 1,0 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: woda OD, metanol OD, octan etylu OD (8:15:77 V/V/V).

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

Rozwijanie: na odległość 15 cm [lub 6 cm].

Suszenie: w strumieniu ciepłego powietrza.

Detekcja: poddać działaniu mieszaniny 5 objętości kwasu siarkowego OD i 95 objętości metanolu OD. Ogrzewać 5 min w temp. 100–105°C i obejrzeć w świetle dziennym.

Wyniki: poniżej podano kolejność pasm obecnych na chromatogramach roztworu porównawczego i roztworów badanych (a) i (b). Ponadto, na chromatogramach roztworów badanych (a) i (b) mogą być obecne inne pasma.

Górna część chromatogramu		
—	Kilka czerwonawo-fioletowych pasm może być widocznych	—
Salicyna: czerwonawo-fioletowe pasmo	Słabe czerwonawo-fioletowe pasmo (salicyna)	Czerwonawo-fioletowe pasmo (salicyna)
—	—	—
Kwas chlorogenowy: brunatne pasmo	—	—
Roztwór porównawczy	Roztwór badany (a)	Roztwór badany (b)

BADANIA

Zanieczyszczenia (2.8.2): nie więcej niż 3% gałązek o średnicy większej niż 10 mm i nie więcej niż 2% innych zanieczyszczeń.

Kadm (2.4.27): nie więcej niż 2,0 μg/g.

Strata masy po suszeniu (2.2.32): nie więcej niż 11%; 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 10%.

ZAWARTOŚĆ

Chromatografia cieczowa (2.2.29).

Roztwór badany. Do 1,000 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) dodać 40 mL metanolu OD i 40,0 mL roztworu wodorotlenku sodu OD (4,2 g/L). Ogrzewać ok. 1 h w łaźni wodnej w temperaturze ok. 60°C pod chłodnicą zwrotną, często wstrząsając. Po ochłodzeniu dodać 4,0 mL kwasu solnego OD (103,0 g/L). Przesączyć zawiesinę do kolby miarowej poj. 100 mL, przemyć i uzupełnić mieszaniną równych objętości metanolu OD i wody OD do 100,0 mL. Przesączyć przez sączonek membranowy (nominalna wielkość porów 0,45 μm).

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 5,0 mg piceiny OD w 25,0 mL mieszaniny 20 objętości wody OD i 80 objętości metanolu OD (roztwór A). Rozpuścić 15,0 mg salicyliny CSP w 25 mL mieszaniny 20 objętości wody OD i 80 objętości metanolu OD; dodać 5,0 mL roztworu A i uzupełnić wodą OD do 50,0 mL.

Kolumna:

- wymiary: długość 0,10 m, średnica wewnętrzna 4,6 mm;
- faza nieruchoma: żel krzemionkowy do chromatografii z grupami oktadecylsililowymi OD (3 μm).

Faza ruchoma:

- faza ruchoma A: tetrahydrofuran OD, 0,5% (V/V) kwas fosforowy OD (1,8:98,2 V/V);
- faza ruchoma B: tetrahydrofuran OD;

Czas (min)	Faza ruchoma A (% V/V)	Faza ruchoma B (% V/V)
0 – 15	100	0
15 – 17	100 → 90	0 → 10
17 – 23	90	10

Szybkość przepływu: 1,0 mL/min.

Detekcja: spektrofotometr przy 270 nm.

Wprowadzenie: 10 μL.

Czas retencji: salicyna = ok. 6,4 min; piceina = ok. 7,7 min.

Przydatność układu: roztwór porównawczy:

- rozdzielczość: nie mniej niż 1,5 pomiędzy pikami salicyliny i piceiny. Obliczyć procentową zawartość sumy pochodnych salicylowych, w przeliczeniu na salicynę, wg poniższego wzoru:

$$\frac{A_1 \times m_2 \times p \times 2}{A_2 \times m_1}$$

A_1 = powierzchnia pików salicyliny na chromatogramie roztworu badanego;

A_2 = powierzchnia pików salicyliny na chromatogramie roztworu porównawczego;

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

m_2 = masa salicyliny CSP użyta do przygotowania roztworu porównawczego, w gramach;

p = procentowa zawartość salicyliny w salicylinie CSP.