

01/2008:0222
zmieniona (10.0)

BELLADONNAE PULVIS NORMATUS

Proszek standaryzowany z liścia pokrzyku

Belladonna, prepared; Belladone (poudre titrée de)

DEFINICJA

Sproszkowany (180) (2.9.12) liść pokrzyku doprowadzony, jeżeli to konieczne, do wymaganej zawartości przez dodanie sproszkowanej laktozy lub sproszkowanego liścia pokrzyku o niższej zawartości alkaloidów.

Zawartość: od 0,28% do 0,32% sumy alkaloidów, w przeliczeniu na hioscyjamina (m.cz. 289,4) (wysuszona substancja roślinna).

WŁAŚCIWOŚCI

Zapach lekko mdły.

TOŻSAMOŚĆ

- A. Badanie mikroskopowe (2.8.23) proszku (180) (2.9.12). Proszek jest ciemnozielony. Obserwować pod mikroskopem używając *roztworu wodzianu chloralu OD*. Proszek wykazuje następujące cechy diagnostyczne: fragmenty blaszki liściowej o falistościennych komórkach skórki i prążkowanym naskórku, liczne aparaty szparkowe przeważnie na dolnej powierzchni (anizocytyczne a niektóre także anomocytyczne) (2.8.3); wielokomórkowe jednorzędowe włoski okrywowe o gładkim naskórku, gruczołowe włoski o jednokomórkowych główkach i wielokomórkowych, jednorzędowych trzonach lub o wielokomórkowych główkach i jednokomórkowych trzonach; komórki miększu oraz okrągłe komórki zawierające drobnokrystaliczny piasek szczawianu wapnia; naczynia o pierścieniowatych bądź spiralnych zgrubieniach. Sproszkowana substancja roślinna może także wykazywać obecność: włókien i siatkowato zgrubiałych naczyń z łodyg; niemal kuliste ziarna pyłku, średnicy 40–50 µm, z 3 ujściami łagiewkowymi, 3 bruzdami i odległe dołączkowaną egzyną; fragmenty korony z brodawkową skórka lub licznymi włoskami okrywowymi bądź gruczołowymi uprzednio opisanymi; fragmenty brunatnawożółtych nasion zawierających nieregularnie zgrubiałe i jamkowane komórki łupiny nasiennej. Przy oglądaniu preparatu w *glicerolu 85% OD* mogą być widoczne kryształy laktozy.
- B. Wytrząsać 2 min 1 g proszku 10 mL *rozcieńzonego kwasu siarkowego OD1*. Przesączyć, dodać do przesączu 1 mL *stężonego wodorotlenku amonowego OD* i 5 mL *wody OD*. Wytrząsać ostrożnie 15 mL *eteru etylowego OD*, unikając tworzenia emulsji. Oddzielić warstwę eterową i osuszyć *bezwodnym siarczanem sodu OD*. Przesączyć i odparować eter etylowy w porcelanowej parownicy. Dodać 0,5 mL *dymiącego kwasu azotowego OD* i odparować do sucha na łaźni wodnej. Dodać 10 mL *acetonu OD* i kroplami roztworu (30 g/L) *wodorotlenku potasu OD* w *etanolu (96%) OD*. Powstaje ciemnofioletowe zabarwienie.
- C. Obejrzyć chromatogramy otrzymane w badaniu chromatograficznym.
- Wyniki:** pasma główne na chromatogramie roztworu badanego wykazują położenie, zabarwienie i wielkość zgodną z pasmami głównymi na chromatogramie otrzymanym z takiej samej objętości roztworu porównawczego.

BADANIA

Chromatografia. Chromatografia cienkowarstwowa (2.2.27).

Roztwór badany. Do 0,6 g badanej substancji roślinnej dodać 15 mL *rozcieńzonego kwasu siarkowego OD1*, wytrząsać 15 min i przesączyć. Przemycać sącdek *rozcieńczonym kwasem siarkowym OD1* do uzyskania 20 mL przesączu. Do przesączu dodać 1 mL *stężonego wodorotlenku amonowego OD* i wytrząsać 2 porcjami, każda po 10 mL *eteru etylowego wolnego od nadtlenczków OD*. Oddzielić warstwę przez wirowanie, jeżeli to konieczne. Połączone warstwy eterowe osuszyć *bezwodnym siarczanem sodu OD*, przesączyć i odparować do sucha na łaźni wodnej. Pozostałość rozpuścić w 0,5 mL *metanolu OD*.

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 50 mg *siarczanu hioscyjminy OD* w 9 mL *metanolu OD*. Rozpuścić 15 mg *bromowodorku hioscyny OD* w 10 mL *metanolu OD*. Zmieszać 1,8 mL roztworu bromowodorku hioscyny z 8 mL roztworu siarczanu hioscyjminy.

Płytki: płytka TLC z żelem krzemionkowym G OD.

Faza ruchoma: *stężony wodorotlenek amonowy OD*, *woda OD*, *aceton OD* (3:7:90 V/V/V).

Naniesienie: 10 µL i 20 µL każdego roztworu, w postaci pasm o wymiarach 20 mm na 3 mm, pozostawiając po 1 cm odległości pomiędzy pasmami.

Rozwijanie: na odległość 10 cm.

Suszenie: 15 min w temp. 100–105°C, pozostawić do ochłodzenia.

Detekcja A: spryskać *roztworem jodobizmutanu potasu OD2*, stosując ok. 10 mL na płytkę o powierzchni 200 mm², aż będą widoczne pomarańczowe lub brunatne pasma na żółtym tle.

Wyniki A: pasma na chromatogramach roztworu badanego wykazują położenie (hioscyjamina znajduje się w dolnej 1/3 części chromatogramu, hioscyna – w górnej 1/3 części chromatogramu) i zabarwienie zgodne z pasmami na chromatogramach roztworu porównawczego; pasma na chromatogramach roztworu badanego mają co najmniej taką wielkość jak odpowiadające im pasma na chromatogramie otrzymanym z takiej samej objętości roztworu porównawczego; mogą się pojawić słabo zabarwione dodatkowe pasma zwłaszcza w środkowej części chromatogramu otrzymanego z 20 µL roztworu badanego lub w pobliżu punktu naniesienia na chromatogramie otrzymanym z 10 µL roztworu badanego.

Detekcja B: spryskiwać płytkę *roztworem azotynu sodu OD* aż warstwa adsorbenta stanie się przezroczysta i obejrzyć po 15 min.

Wyniki B: pasma hioscyjminy na chromatogramach roztworu badanego i roztworu porównawczego zmieniają zabarwienie z brunatnego na czerwonawobrunatne, ale nie na szarawoniebieskie (atropina) i nie znika żadne z dodatkowych pasm.

Strata masy po suszeniu (2.2.32): nie więcej niż 5,0%, po suszeniu 1,000 g proszku w suszarce w temp. 105°C.

Popiół całkowity (2.4.16): nie więcej niż 16,0%.

Popiół nierozpuszczalny w kwasie solnym (2.8.1): nie więcej niż 4,0%.

ZAWARTOŚĆ

- a) Oznaczyć stratę masy po suszeniu (2.2.32) 2,000 g proszku, w suszarce w temp. 105°C.
- b) Zwiżyć 10,00 g proszku mieszaninę 5 mL *wodorotlenku amonowego OD*, 10 mL *etanolu (96%) OD* i 30 mL *eteru etylowego wolnego od nadtlenczków OD* i dokładnie wymieszać. Przenieść mieszaninę do odpowiedniego perkolatora, jeżeli to konieczne, z pomocą mieszaniny ekstrakcyjnej. Macerować 4 h, następnie perkolować mieszaninę 1 objętości *chloroformu OD* i 3 objętości *eteru etylowego wolnego od nadtlenczków OD* do całkowitego wyekstrahowania alkaloidów. Odparować do sucha kilka mililitrów płynu wypływającego z perkolatora, pozostałość rozpuścić w *kwasie siarkowym (0,25 mol/L) RM* i potwierdzić nieobecność alkaloidów *roztworem tetrajodo-*

rtęcianu potasu OD. Zagęścić perkolat do ok. 50 mL oddestylowując na łaźni wodnej i przenieść do rozdzielacza przemywając eterem etylowym wolnym od nadtlenczków OD. Dodać objętość eteru etylowego wolnego od nadtlenczków OD nie mniejszą niż 2,1-krotna objętość perkolatu do uzyskania cieczy o gęstości znacznie poniżej gęstości wody. Wytrząsać roztwór nie mniej niż 3 porcjami, każda po 20 mL kwasu siarkowego (0,25 mol/L) RM, rozdzielić 2 warstwy przez wirowanie, jeżeli to konieczne, i przenieść warstwy kwasowe do drugiego rozdzielacza. Warstwę kwasową doprowadzić do odczynu zasadowego wodorotlenkiem amonowym OD i wytrząsać 3 porcjami, każda po 30 mL chloroformu OD. Połączyć warstwy chloroformowe, dodać 4 g bezwodnego siarczanu sodu OD i pozostawić 30 min, od czasu do czasu wstrząsając. Zdekantować chloroform i przemyć siarczan sodu 3 porcjami, każda po 10 mL chloroformu OD. Połączyć płyny z przemycia z wyciągiem chloroformowym, odparować do sucha na łaźni wodnej i ogrzewać 15 min w suszarce w temp. 100–105°C. Pozostałość rozpuścić w kilku mililitrach chloroformu OD, dodać 20,0 mL kwasu siarkowego (0,01 mol/L) RM i usunąć chloroform przez odparowanie na łaźni wodnej. Miareczkować nadmiar kwasu roztworem wodorotlenku sodu (0,02 mol/L) RM używając jako wskaźnika mieszany roztwór czerwieni metylowej OD. Obliczyć procentową zawartość sumy alkaloidów, w przeliczeniu na hioscyaminę, wg poniższego wzoru:

$$\frac{57,88 \times (20 - n)}{(100 - d) \times m}$$

d = strata masy po suszeniu, w procentach;

n = objętość użytego roztworu wodorotlenku sodu (0,02 mol/L) RM, w mililitrach;

m = masa użytej substancji roślinnej, w gramach.

PRZECHOWYWANIE

W hermetycznym pojemniku.

01/2008:1814

BENZOE SUMATRANUS

Żywica benzoesowa sumatrzańska

Benzoin, Sumatra; Benjoin de Sumatra

DEFINICJA

Żywica otrzymana przez nacięcie pnia *Styrax benzoin* Dryander. Zawartość: od 25,0% do 50,0% sumy kwasów, w przeliczeniu na kwas benzoesowy (C₇H₆O₂; m.c.z. 122,1) (wysuszona substancja roślinna).

TOŻSAMOŚĆ

- A. Żywica benzoesowa sumatrzańska występuje w postaci kremowobiałych, zaokrąglonych do owalnych bryłek, które mogą być osadzone w ciemno szarawobrunatnym lub czerwonawobrunatnym podłożu. Jest ona twarda i krucha, a spękana powierzchnia jest ciemna i nierówna.
- B. Obejrzyć chromatogramy otrzymane w badaniu B *Styrax tonkinensis*.
Wyniki: poniżej podano kolejność pasm o wygaszonej fluorescencji obecnych na chromatogramach roztworu porównawczego i roztworu badanego. Ponadto, na chromatogramie roztworu badanego mogą być obecne inne słabe pasma o wygaszonej fluorescencji.

Górna część chromatogramu	
	Bardzo intensywne ciemne pasmo
Cynamonian metylu: bardzo intensywne ciemne pasmo	Ciemne pasmo
Kwas benzoesowy: ciemne pasmo	Bardzo słabe ciemne pasmo (kwas benzoesowy)
Kwas cynamonowy: intensywne ciemne pasmo	Bardzo intensywne ciemne pasmo (kwas cynamonowy)
	Ciemne pasmo
	Bardzo intensywne ciemne pasmo
	Ciemne pasmo
Wanilina: ciemne pasmo	Bardzo słabe ciemne pasmo (wanilina)
	Seria nierozdzielonych pasm, w tym 2 ciemne pasma
Roztwór porównawczy	Roztwór badany

BADANIA

Żywica damarowa. Chromatografia cienkowarstwowa (2.2.27).
Roztwór badany. Rozpuścić 0,2 g badanej substancji roślinnej łagodnie ogrzewając w 10 mL etanolu (90% V/V) OD i odwirować.

Płytką: płytka TLC z tlenkiem glinu G OD.

Faza ruchoma: eter naftowy OD₄, eter etylowy OD (40:60 V/V).

Naniesienie: 5 µL.

Rozwijanie: na odległość 10 cm.

Suszenie: na powietrzu.

Detekcja: spryskać roztworem aldehydu anyżowego OD i ogrzewać 5 min w temp. 100–105°C

Wyniki: otrzymany chromatogram nie wykazuje żadnej wyraźnej plamy o wartości R_F pomiędzy 0,4 a 1,0.

Styrax tonkinensis

A. Do 0,2 g drobno sproszkowanej substancji roślinnej dodać 10 mL etanolu (96%) OD. Wytrząsać energicznie do prawie całkowitego rozpuszczenia i przesączyć. Umieścić 5 mL przesączu w probówce i dodać 0,5 mL roztworu (50 g/L) chlorku żelaza(III) OD w etanolu (96%) OD. Powstaje żółtawe, jasnozielone zabarwienie.

B. Chromatografia cienkowarstwowa (2.2.27).

Roztwór badany. Poddać ultradźwiękom 0,2 g drobno sproszkowanej substancji roślinnej w 5 mL etanolu (96%) OD i przesączyć. Zebrać przesącz.

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 20 mg kwasu benzoesowego OD, 10 mg kwasu trans-cynamonowego OD, 4 mg waniliny OD i 20 mg cynamonianu metylu OD w 10 mL etanolu (96%) OD.

Płytką: płytka TLC z żelem krzemionkowym F₂₅₄ OD (5–40 µm) [lub płytka TLC z żelem krzemionkowym F₂₅₄ OD (2–10 µm)].

Faza ruchoma: lodowaty kwas octowy OD, eter diizopropylowy OD, heksan OD (10:40:60 V/V/V).

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

Rozwijanie: na odległość 12 cm [lub 5 cm].

Suszenie: na powietrzu.

Detekcja: obejrzyć w nadfiolecie przy 254 nm.