

nia obejmować będą spodziewane stężenie w roztworze badanym.

Kolumna:

- **wymiary:** długość 0,25 m, średnica wewnętrzna 4,6 mm;
- **faza nieruchoma:** żel krzemionkowy do chromatografii z grupami oktaedrylosililowymi, związany na końcu OD (5 µm).

Faza ruchoma: trietyloamina OD, lodowaty kwas octowy OD, woda do chromatografii OD, metanol OD (0,02:0,04:13:87 V/V/V/V).

Szybkość przepływu: 1,0 mL/min.

Detekcja: aerzolowy detektor światła rozproszonego; następujące ustawienia zostały uznane za odpowiednie; jeżeli detektor ma inne ustawienia parametrów, skorygować ustawienia detektora tak, aby spełniał kryteria przydatności układu dla stosunku sygnału do szumu:

- **gaz nośny:** azot OD;
- **ciśnienie:** 350 kPa;
- **temperatura parownika:** 60°C.

Wprowadzenie: 10 µL.

Czas analizy: 24 min.

Czas retencji: kwas oleanolowy = ok. 19 min; kwas ursolowy = ok. 20 min.

Przydatność układu:

- **rozdzielczość:** nie mniej niż 1,7 pomiędzy pikami kwasu oleanolowego i kwasu ursolowego na chromatogramie roztworu porównawczego (b);
- **stosunek sygnału do szumu:** nie mniej niż 40 dla pików kwasu oleanolowego na chromatogramie roztworu porównawczego (a).

Wyznaczyć krzywą wzorcową z logarytmu stężenia (w miligramach na 10 mL) roztworów porównawczych (c), (d), (e), (f), (g) i (h) (skorygowanych o deklarowaną procentową zawartość kwasu oleanolowego CSP) na osi odciętych i logarytmu powierzchni odpowiadających pików na osi rzędnych.

Obliczyć procentową zawartość kwasu oleanolowego wg poniższego wzoru:

$$\frac{10^A}{m \times 10}$$

A = logarytm stężenia kwasu oleanolowego w roztworze badanym, wyznaczony z krzywej wzorcowej;

m = masa badanej substancji roślinnej użyta do przygotowania roztworu badanego, w gramach.

07/2019:1387

ALCHEMILLAE HERBA

Ziele przywrotnika

Alchemilla; Alchémille

DEFINICJA

Całe lub rozdrobnione, wysuszone, kwitnące, nadziemne części *Alchemilla vulgaris* L. s.l.

Zawartość: nie mniej niż 6,0% garbników, w przeliczeniu na pirogalol (C₆H₆O₃; m.cz. 126,1) (wysuszona substancja roślinna).

TOŻSAMOŚĆ

A. Szarawozielone, częściowo brunatnawozielone liście odziomkowe stanowiące główną część substancji roślinnej są nerkowate lub lekko półkoliste, o średnicy zazwyczaj do 8 cm, rzadko do 11 cm, są 7 do 9 lub 11 klapowe i mają długi ogonek. Mniejsze, łodygowe liście, które mają u podstawy parę dużych przylistków, są 5–9 klapowe, mają krótszy ogonek lub są siedzące. Liście są gęsto omszone szczególnie na dolnej po-

wierzchni i mają grubo ząbkowany brzeg. Młode liście są po-fałdowane, białawosrebrzyście omszone; starsze liście są lekko omszone i mają delikatnie siateczkowane unerwienie, wydadne na dolnej powierzchni. Ogonek barwy szarawozielonej lub żółtawozielonej jest omszony, średnicy ok. 1 mm, z bruzdą. Bezpłatkowe kwiaty średnicy ok. 3 mm są żółtawozielone lub jasnozielone. Kielich podwójny z 4 małymi listkami kieliszka występującymi na przemian z 4 większymi zaostrozonymi lub trójkątnymi działkami. Występują tu 4 krótkie pręciki i pojedynczy słupek z główkowatym znamieniem. Łodyga barwy szarawozielonej lub żółtawozielonej jest omszona, więcej lub mniej podłużnie pomarszczona, wewnątrz pusta.

- B. Badanie mikroskopowe (2.8.23). Proszek jest żółty do żółtawobrunatnego. Obserwować pod mikroskopem używając roztworu wodzianu chloralu OD. Proszek wykazuje następujące cechy diagnostyczne (ryc. 1387.-1): wąskie, jednokomórkowe włoski okrywowe występujące na skórcie lub wolne, całe [Ba] lub ułamane [Ee], do 1 mm długie o ścianach grubych, zdrewniałych, spiralnie prążkowanych, stępione na szczycie, a jamkowane w nasadzie; fragmenty liści (w przekroju poprzecznym [E]) ze skórką górną pokrytą cienkim naskórkem z widocznymi aparatami szparkowymi [Ea], 2 warstwami miękiszu palisadowego, przy czym górna warstwa jest 2–3 razy dłuższa [Eb] od dolnej [Ec] (w tej ostatniej występują gruzły szczawianu wapnia średnicy do 25 µm) oraz z miękiszem gąbczastym [Ed]; fragmenty górnej skórki liścia (widok z powierzchni [C]) złożone z komórek o ścianach lekko falistych i perełkowanych dłuższych ścianach przeciwnych [Ca] z nielicznymi anomocytycznymi aparatami szparkowymi (2.8.3) [Cb] z towarzyszącym miękiszem palisadowym [Cc]; fragmenty dolnej skórki liścia (widziane z powierzchni [A]) złożone z komórek o ścianach falistych i nierównomiernie zgrubiałych dłuższych ścianach przeciwnych [Aa] z anomocytycznymi aparatami szparkowymi [Ab], włoskami okrywowymi lub bliznami po nich [Ac], okrągłymi, grubościennymi i głęboko jamkowanymi; fragmenty ogonków liściowych i łodyg [K] zawierające naczynia spiralne lub brzeżnie jamkowane [Ka] oraz zdrewniałe włókna [Kb]; nieliczne, proste stożkowate włoski [D] o równomiernie zgrubiałych ścianach, ok. 300 µm długie, z koron kwiatowych; komórki miękiszu śródliścia [H] cienkościenne, zawierające gruzły szczawianu wapnia [Ha], naczynia spiralne wiązek [Hb] z towarzyszącymi krótkimi włóknami [Hc]; fragmenty skórki łodyg [B] złożone z wielokątnych prosto- i cienkościennych komórek; kuliste ziarna pyłku [F], średnicy ok. 15 µm, z 3 wyraźnymi ujściami łagiewkowymi i ziarnistą egzyną; fragmenty korony [J] o prostokątnych i falistościennych komórkach skórki [Ja] i miękiszem o komórkach wielokątnych, z których każda zawiera mały gruzeł szczawianu wapnia [Jb]; rzadko fragmenty zalążni [G], których każda komórka zawiera jedynie szczawianu wapnia.

C. Chromatografia cienkowarstwowa (2.2.27).

Roztwór badany. Do 0,5 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12) dodać 5 mL metanolu OD i ogrzewać 5 min w łaźni wodnej w temp. 70°C pod chłodnicą zwrotną. Ochłodzić i przesączyć.

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 1 mg kwasu kawowego OD i 1 mg kwasu chlorogenowego OD w 10 mL metanolu OD.

Płytki: płytka TLC z żelem krzemionkowym OD.

Faza ruchoma: bezwodny kwas mrówkowy OD, woda OD, octan etylu OD (8:8:84 V/V/V).

Naniesienie: 20 µL roztworu badanego i 10 µL roztworu porównawczego, w postaci pasm.

Rozwijanie: na odległość 10 cm.

Suszenie: 5 min w temp. 100–105°C.

Detekcja: spryskać roztworem (10 g/L) estru aminoetylowego kwasu difenylborowego OD w metanolu OD, następnie spryskać płytkę roztworem (50 g/L) makroglu 400 OD w meta-

ALLII SATIVI BULBI PULVIS
Sproszkowana cebula czosnku

Garlic powder; Ail (poudre d')

DEFINICJA

Cebula *Allium sativum* L., pozbawiona zewnętrznej warstwy rogowej, rozdrobniona, liofilizowana lub suszona w temperaturze nie wyższej niż 65°C i sproszkowana.

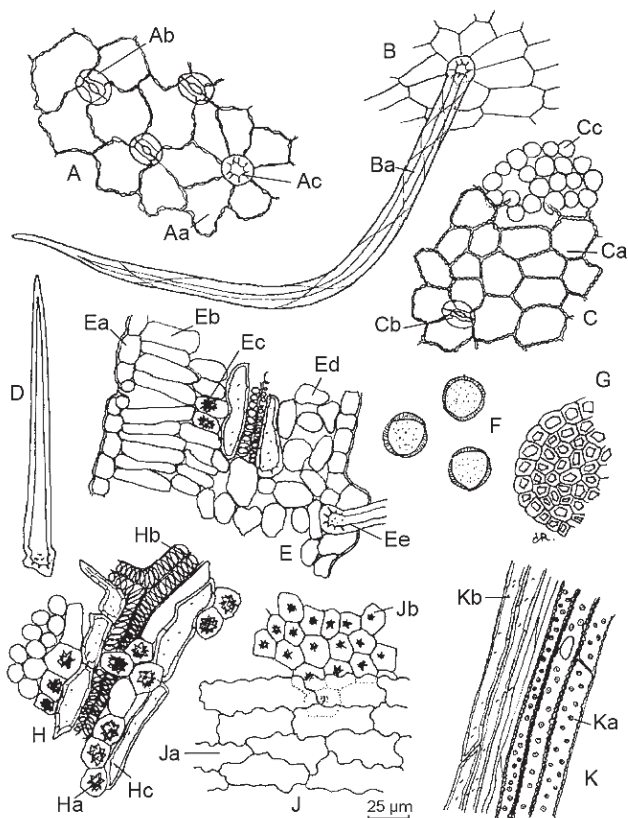
Zawartość: nie mniej niż 0,45% allicyny (C₆H₁₀OS₂; m.c.z. 162,3) (wysuszona substancja roślinna).

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: jasnożółtawy proszek.

TOŻSAMOŚĆ

A. Badanie mikroskopowe (2.8.23). Obserwować pod mikroskopem używając roztworu wodzianu chloralu OD. Proszek wykazuje następujące cechy diagnostyczne (ryc. 1216.-1): liczne fragmenty miękiszu (widok z powierzchni [A], przekrój poprzeczny [B]) oraz grupy naczyń spiralnych lub pierścieniowatych, niekiedy o dużej średnicy [C, D], z towarzyszącymi cienkościennejmi komórkami miękiszu.



Ryc. 1387.-1. Rysunek do badania B tożsamości sproszkowanej substancji roślinnej ziela przywrotnika

nolu 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	
Kwas kawowy: jasnoniebieskie pasmo fluoryzujące	Jedno lub dwa intensywne jasnoniebieskie pasma fluoryzujące
_____	Jedno lub kilka intensywnych zielonych lub zielonawożółtych pasm fluoryzujących
Kwas chlorogenowy: jasnoniebieskie pasmo fluoryzujące	Intensywne żółte lub pomarańczowe pasmo fluoryzujące
_____	_____
Roztwór porównawczy	Roztwór badany

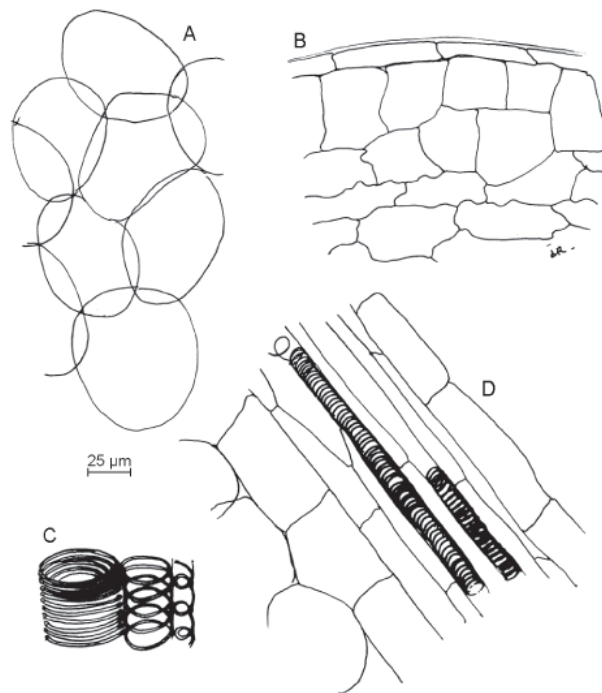
BADANIA

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 12,0%.

ZAWARTOŚĆ

Garbniki (2.8.14). Do oznaczenia użyć 0,50 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (2.9.12).



Ryc. 1216.-1. Rysunek do badania A tożsamości sproszkowanej cebuli czosnku

B. Chromatografia cienkowarstwowa (2.2.27).

Roztwór badany. Do 1,0 g sproszkowanej cebuli czosnku dodać 5,0 mL metanolu OD, wytrząsać 60 s i przesączyć.

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 5 mg alaniny OD w 10 mL wody OD i uzupełnić metanolem OD do 20 mL.

Płytką: płytka TLC z żelazem krzemionkowym OD.

Faza ruchoma: lodowaty kwas octowy OD, propanol OD, woda OD, bezwodny etanol OD (20:20:20:40 V/V/V/V).