

ЛЕПЕХИ КОРЕНЕВИЩА^N

Acorus calamus rhisomata

Висушені цілі або фрагментовані кореневища багаторічної дикорослої трав'янистої рослини *Acorus calamus* L., зібрані восени або рано навесні, відмиті від ґрунту, звільнені від коренів, залишків стебел і основ листків.

Вміст: для цілої сировини – не менше 20 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на безводну сировину; для фрагментованої сировини – не менше 15 мл/кг ефірної олії, у перерахунку на безводну сировину.

ВЛАСТИВОСТІ

Сировина має сильний ароматний запах.

Сировина має пряно-гіркий смак.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Шматки кореневищ легкі, до 30 см завдовжки, до 2 см завтовшки або дрібніші, зовні жовтаво-бурого або червонувато-бурого, деколи зеленувато-бурого кольору, циліндричні, дещо сплюснуті й зігнуті, іноді розгалужені, переважно поздовжньо розрізані; зверху на кореневищі виявляються широкі, темно-бурі, півмісяцевої форми листкові рубці, знизу на ньому наявні численні дрібні округлі рубці від коренів. Злам нерівний, губчасто-пористий, жовтавого або рожевуватого, зрідка зеленуватого кольору.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок жовтавого або рожевуватого, деколи зеленувато-сірого або білого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури: фрагменти паренхіми із заповнених крохмальними зернами, округлих або овальних тонкостінних клітин, пухко розташованих, з крупними округлими міжклітинниками; фрагменти паренхіми з крупних округлих клітин, які містять ефірну олію жовтаво-бурого кольору; фрагменти спіральних і драбинчастих судин; фрагменти волокон із дещо потовщеними оболонками й зрідка з дрібними призматичними кристалами кальцію оксалату. Переглядають під мікроскопом, використовуючи розчин 50% (об/об) *гліцерину Р*. У порошку виявляються ізольовані або в клітинах паренхіми прості, рідше складні, 2–3-компонентні крохмальні зерна.

С. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

▼ **Випробовуваний розчин.** До 1.0 г здрібненої на порошок сировини (355)(2.9.12) додають 5 мл *метанолу Р*, нагрівають на водяній бані за температури 60 °С протягом 2–3 хв, охолоджують і фільтрують.

Розчин порівняння. 5 мг *ФСЗ ДФУ α-азарону* розчиняють у *метанолі Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 5 мл.

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

Рухома фаза: *етилацетат Р* – *толуол Р* (7:93).

Нанесення: 15 мкл, смугами 10 мм.

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

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обробляють *анісового альдегіду розчином Р*, нагрівають за температури від 100 °С до 105 °С протягом 5–10 хв і переглядають за денного світла. ▲

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

Верхня частина пластинки	
	інтенсивна рожево-червона зона
	декілька рожево-фіолетових зон
азарон: інтенсивна червоно-фіолетова зона	червоно-фіолетова зона (азарон)
	жовтаво-коричнева зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Кореневищ, не очищених від коренів і залишків листя, – не більше 5 %; кореневищ, побурілих на зламі, – не більше 5 %; сторонніх часток – не більше 3 % (домішок органічного походження – не більше 1 %; домішок мінерального походження – не більше 2 %).

Азарон

▼ **Випробовуваний розчин.** 0.200 г здрібненої на порошок сировини (710) (2.9.12) поміщають у колбу місткістю 100 мл, додають 60 мл *метанолу Р* і нагрівають у водяній бані зі зворотним холодильником протягом 10 хв. Охолоджують, фільтрують крізь паперовий фільтр «синя стрічка» в мірну колбу місткістю 100 мл, доводять об'єм тим самим розчинником до 100.0 мл і фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор – 0.45 мкм).

Розчин порівняння. 10.0 мг *ФСЗ ДФУ α-азарону* поміщають у мірну колбу місткістю 100.0 мл, розчи-

няють у 80 мл метанолу *P*, доводять об'єм розчину тим самим розчинником до позначки й перемішують. 10.0 мл отриманого розчину поміщають у мірну колбу місткістю 100.0 мл, доводять об'єм розчину метанолом *P* до позначки й перемішують.

Колонка:

- розмір: 0.25 м × 4.0 мм;
- нерухома фаза: силікагель для хроматографії октадецилсилільний *P* (5 мкм);
- температура: 25 °С.

Рухома фаза: вода для хроматографії *P* — ацетонітрил *P* (40:60).

Швидкість рухомої фази: 1.0 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 303 нм.

Інжекція: 20 мкл.

Час хроматографування: у 1.8 разу більший за час утримування α-азарону.

Відносне утримування до α-азарону (час утримування α-азарону — приблизно 8.1 хв): β-азарону — приблизно 0.92.

Придатність хроматографічної системи: випробовуваний розчин:

- ступінь розділення: не менше 1.2 між піками α-азарону й β-азарону.

Вміст азарону, у перерахунку на α-азарон, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_2 \times p}{A_2 \times m_1 \times 10^3}$$

- де A_1 — сума площ піків α-азарону й β-азарону на хроматограмі випробовуваного розчину;
- A_2 — площа піка α-азарону на хроматограмі розчину порівняння;
- m_1 — маса наважки сировини, використаної для приготування випробовуваного розчину, у грамах;
- m_2 — маса наважки ФСЗ ДФУ α-азарону, використаного для приготування розчину порівняння, у грамах;
- p — вміст α-азарону у ФСЗ ДФУ α-азарону, у відсотках.

Нормування:

- азарон (α-азарон і β-азарон), у перерахунку на α-азарон ($C_{12}H_{16}O_3$; М.м. 208.25): не більше 0.5 %, у перерахунку на суху сировину. ▲

Вода (2.2.13). Не більше 120 мл/кг. Визначення проводять із 10.0 г здрібненої на порошок сировини.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 6.0 %.

Зола, нерозчинна в хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 0.6 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Ефірна олія (2.8.14). Використовують 10.00 г здрібненої безпосередньо перед використанням на порошок сировини (710) (2.9.12), круглодонну колбу місткістю 500 мл, 200 мл води *P* як дистиляційну рідину. Перегонку проводять зі швидкістю 2–3 мл/хв протягом 90 хв.