

РЯСТУ КОРЕНЕВИЩА

Corydalis rhizoma

CORYDALIS RHIZOME

Цілі або фрагментовані бульби *Corydalis yanhusuo* (Y.H. Chou & Chun C. Hsu) W.T. Wang ex Z.Y. Su & C.Y. Wu з видаленими коренями, оброблені гарячою водою до зникнення білого кольору серцевини, потім висушені.

Вміст: не менше 0.2 % суми тетрагідропалматину й коридаліну, у перерахунку на тетрагідропалматин ($C_{21}H_{25}NO_4$; *М.м.* 355.4) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Ціла сировина. Цілі бульби нерівномірно сплюснені, 0.5–1.8 см у діаметрі й 0.5–1.3 см (рідко до 1.7 см) завширшки, іноді з'єднані по 2–3. На верхівці бульби зазвичай є дещо вдвлений рубець від стебла й іноді залишки від надземних частин рослини. На основі є горбочки або пупкоподібні вм'ятини з неглибокими борознами, які можуть бути радіальними. Зовнішня поверхня жовтого або від жовтувато-коричневого до зеленувато-жовтого кольору, з грубими або тонкими сітчастими зморшками. Розташований нижче корок, якщо видимий, чорнувато-зеленого або коричнювато-жовтого кольору. Текстура тверда, кореневище важко ламається. Злам волокнистий, слабоблискучий й напівпрозорий, жовтого, жовтувато-коричневого або темно-коричневого кольору. Серцевина, якщо є, білувато-жовтого кольору.

Фрагментована сировина. Фрагментовані бульби являють собою товсті або тонкі, напівкруглі або напівовальні, або видовжені скибочки або нерівні шматочки. Скибочки 0.5–1.9 см у діаметрі й 0.1–0.5 см завширшки. Іноді скибочки являють собою зріз із 2–3 згрупованих бульб. Зрідка зустрічаються скибочки з верхівки або основи бульби. Ті, що з верхівки, мають дещо вдвлений рубець від стебла й іноді залишки від надземних частин рослини; ті, що з основи, мають виступаючі горбочки або пупкоподібні вм'ятини з неглибокими борознами, які можуть бути радіальними. Зовнішня поверхня жовтого або жовтувато-коричневого кольору, з грубими або тонкими сітчастими зморшками. Розташований нижче корок, якщо видимий, чорнувато-зеленого або коричнювато-жовтого кольору. Текстура тверда і ламка, злам волокнистий, слабоблискучий. Поверхня зрізу волокниста, слабоблискуча, напівпрозора, з рідкими шлінами; колір поверхні жовтий, жовтувато-коричневий, червонувато-коричневий, іноді зустрічаються градієнтні кольори. Серцевина, якщо є, світлішого кольору, ніж оточуючі тканини, або, якщо відсутня, у центрі розташована порожнина.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок від зеленувато-жовтого до коричнювато-жовтого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рис. 2976.-1): фрагменти склеренхіми корка від зеленувато-жовтого до коричнювато-жовтого кольору [F] з подовжених багатокутних, напівквадратних клітин або клітин неправильної форми, 35–321 мкм завдовжки й 15–127 мкм у діаметрі, зі здерев'янілими, часто звивистими, чіткоподібними оболонками, які мають тонкі розсіяні пори й великі клітинні порожнини; деякі фрагменти паренхіми корка [A], які покриті шаром тонкостінних прямокутних або багатокутних клітин дермальної тканини [Aa]; склереїди [D] ізольовані або в групах [Db], від напівквадратних до напівкруглих, напівпрямокутні, напівтрикутні або неправильної форми, 32–290 мкм завдовжки й 22–103 мкм у діаметрі, з оболонками від жовтувато-зеленого до коричнювато-зеленого кольору; склереїди зі здерев'янілими клітинними стінками з щільно розташованими тонкими порами, іноді з борозенками; деякі склереїди мають нерівномірно потовщені оболонки з однією стоншеною стінкою [Da]; зрідка ізольовані фрагменти судин ксилеми, часто занурені в паренхімні тканини, безбарвні або блідожовті, нерівномірно спіральні, кільчасті або сітчасті, 10–43 мкм у діаметрі [B].

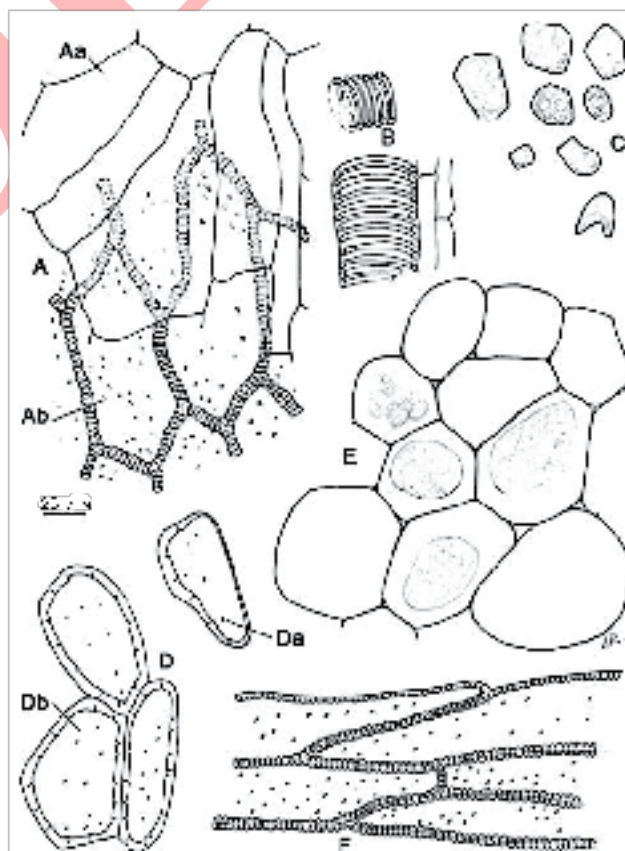


Рисунок 2976.-1. Діагностичні структури рясту кореневищ (ідентифікація В)

Переглядають під мікроскопом, використовуючи розчин 50 % (об/об) гліцерину Р. У порошку виявля-

ються такі діагностичні структури: численні великі або дрібні, безбарвні або блідо-жовті маси желатинізованих крохмальних зерен [С], різних за формою, але частіше багатокутних, видовжено-овальних або прямокутних (до 530 мкм завдовжки й 332 мкм у діаметрі), оточені безбарвною паренхімою [Е]; зрідка вільні крохмальні зерна, згруповані по 2–5 або поодинокі, напівкруглі або неправильної форми, з чітко вираженим центром крохмалеутворення.

С. Високоєфективна тонкошарова хроматографія (2.8.25).

Випробовуваний розчин. До 0.5 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 10.0 мл *етанолу* (50 %, об/об) Р, обробляють ультразвуком протягом 15 хв, фільтрують або центрифугують і використовують фільтрат або надосадову рідину.

Розчин порівняння (а). 2.5 мг *коридаліну* Р і 2.5 мг *тетрагідропалматину* Р розчиняють у *метанолі* Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 20.0 мл.

Розчин порівняння (б). 2.5 мл розчину порівняння (а) доводять *метанолом* Р до об'єму 10.0 мл.

Маркер інтенсивності: тетрагідропалматин.

Пластинка: ТШХ-пластинка із шаром силікагелю $F_{254}P$ (2–10 мкм).

Рухома фаза: *оцтова кислота льодяна* Р – *вода* Р – *бутанол* Р – *етилацетат* Р (10:10:50:50).

Нанесення: 2 мкл, смугами 8 мм.

Відстань, що має пройти рухома фаза: 70 мм від нижнього краю пластинки.

Висушування: у потоці холодного повітря протягом 5 хв.

Виявлення: витримують пластинку в парах йоду протягом 3 хв, використовуючи хроматографічну камеру, попередньо насичену парами йоду протягом 30 хв; залишають на повітрі протягом 10 хв для видалення залишків адсорбованого йоду з пластинки й переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 366 нм.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (а):

— на хроматограмі на межі між нижньою та середньою третинами виявляються дві чіткі зони, які можуть стикатися; нижня зона (тетрагідропалматин) виявляється як зелена флуоресцююча зона, верхня зона (коридалін) — як блакитна флуоресцююча зона.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння (а) та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину також можуть виявлятися інші слабкі сині, жовті або зелені флуоресцюючі зони.

коридалін: блакитна флуоресцююча зона	зелена флуоресцююча зона, від слабкої до еквівалентної зелена флуоресцююча зона, слаба блакитна флуоресцююча зона (коридалін)
тетрагідропалматин: зелена флуоресцююча зона	зелена флуоресцююча зона (тетрагідропалматин) зелена флуоресцююча зона, слаба зелена або жовта флуоресцююча зона, від еквівалентної до інтенсивної
Розчин порівняння (а)	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 12.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок (355) (2.9.12) сировини сушать за температури 105 °С протягом 5 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 3.0 %.

Зола, нерозчинна в хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 0.5 %.

Афлатоксини (2.8.18). Не більше 2 мкг/кг афлатоксину В₁ й не більше 4 мкл/кг суми афлатоксинів В₁, В₂, G₁ і G₂.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Рідинна хроматографія (2.2.29).

Випробовуваний розчин. До 1.00 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 25.0 мл *етанолу* (50 %, об/об) Р, зважують й обробляють ультразвуком протягом 30 хв. Охолоджують, зважують і компенсують втрату розчинника *етанолом* (50 %, об/об) Р. Ретельно струшують і фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор — 0.45 мкм).

Розчин порівняння (а). 5.0 мг *ФСЗ тетрагідропалматину* розчиняють в *етанолі* (50 %, об/об) Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 25.0 мл. Обробляють ультразвуком протягом 1 год. 2.0 мл отриманого розчину доводять *етанолом* (50 %, об/об) Р до 10.0 мл.

Розчин порівняння (б). До 0.10 г *ФСЗ р'ясту кореневищ екстракту сухого* додають 5.0 мл *етанолу* (50 %, об/об) Р.

Верхня частина пластинки

об/об) Р, зважують й обробляють ультразвуком протягом 10 хв. Охолоджують, зважують і компенсують втрату розчинника етанолом (50 %, об/об) Р. Ретельно струшують і фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор — 0.45 мкм).

Колонка:

- розмір: 0.25 м × 4.6 мм;
- нерухома фаза: силікагель для хроматографії октадецилсилільний, ендкепований Р (5 мкм);
- температура: 35 °С.

Рухома фаза:

- рухома фаза А: суміш оцтова кислота безводна Р — вода для хроматографії Р (0.05:99.95), доведена до рН 6 триетиламіном Р;
- рухома фаза В: ацетонітрил Р;

Час (хв)	Рухома фаза А (% об/об)	Рухома фаза В (% об/об)
0–3	60	40
3–31	60 → 38	40 → 62
31–32	38 → 5	62 → 95
32–37	5	95

Швидкість рухомої фази: 1.0 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 282 нм.

Інжекція: 20 мкл.

Ідентифікація піків: використовують хроматограму, що надається до ФСЗ ряду кореневищ екстракту сухого, і хроматограму розчину порівняння (b) для ідентифікації піка коридаліну й піка 2; використовують хроматограму розчину порівняння (a) для ідентифікації піка тетрагідропалматину.

Відносне утримування до тетрагідропалматину (час утримування тетрагідропалматину — приблизно 16.4 хв): піка 2 (невідомий) — приблизно 1.54; коридаліну — приблизно 1.65 хв.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (b):

— ступінь розділення: не менше 2.0 між піком 2 й піком коридаліну.

Вміст суми тетрагідропалматину і коридаліну, у перерахунку на тетрагідропалматин, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_2 \times p}{A_2 \times m_1 \times 5}$$

де A_1 — сума площ піків тетрагідропалматину й коридаліну на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_2 — площа піка тетрагідропалматину на хроматограмі розчину порівняння (a);

m_1 — маса наважки сировини, використаної для приготування випробовуваного розчину, у грамах;

m_2 — маса наважки ФСЗ тетрагідропалматину, використаного для приготування розчину порівняння (a), у грамах;

p — вміст тетрагідропалматину у ФСЗ тетрагідропалматину, у відсотках.