СЕРПІЮ УВІНЧАНОГО ТРАВА

Serratulae coronatae herba

SERRATULA CORONATA HERB

Цілі або фрагментовані висушені надземні частини *Serratula coronata* L., зібрані під час цвітіння.

Вміст: не менше 5.0 % β-екдистерону ($C_{27}H_{44}O_7$, *М.м.* 480.6), у перерахунку на суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

A. Стебло борозенчасте, пряме, голе, зазвичай термінально розгалужене, рідко нерозгалужене. Розеткові листя майже голі, варіюють від перистолопатевих, або іноді нерівномірно перистонадрізаних, до перисторозсічених або перистих. Листочки від еліптичних до ланцетних, з волосистим нерівномірно пилчастим або зубчастим краєм; головна жилка втиснута на верхній поверхні й виступає на нижній поверхні. Стеблові листя подібні розетковим, але вони тим менші, чим ближчі до верхівки стебла. Кошики 15–25 мм у діаметрі, дзвоникоподібні й зібрані в пухкі нерівномірні волоті; складаються з квітколожа з плівчастими листочками обгортки до 10 мм завдовжки й численних квіточок. Зовнішні листочки обгортки жовтувато-зелені з додаванням відтінку від краснувато-коричневого до фіолетового, жорсткі, гостроконечні й помітно щетинисті. Внутрішні приквітки більш видовжені, іноді гачкуваті на верхівці. Квітки розувато-фіолетові, трубчасті, 20–28 мм завдовжки. Сем'янки, якщо наявні, оберненоланцетоподібноеліптичні й голі, іноді з чубчиком із багаторядних гострих негіллястих волосків.

B. Мікроскопічне дослідження (*2.8.23*). Порошок зеленого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рис. 2754.-1): фрагменти верхньої епідерми листка (вигляд із поверхні [D]) з прямокутних клітин із дещо звивистими антиклінальними оболонками [Da] і продихових апаратів аномоцитного типу (*2.8.3*) з 3–5 побічними клітинами [Db], зазвичай із прилеглою палісадною паренхімою [Dc]; фрагменти нижньої епідерми листка (вигляд із поверхні [C]) з клітин різної форми [Ca]) і продихових апаратів аномоцитного типу з 3–5 побічними клітинами [Cb], часто з прилеглими клітинами губчастої паренхіми [Cc]; фрагменти краю пластинки листка із залишками основ численних однорядних покривних волосків [B, H], які мають 3–5 клітин із потовщеними оболонками й складчасту кутикулу [Ba], іноді зустрічаються тонкостінні клітини [Bb]; фрагменти абаксіальної епідерми листочків обгортки [A, G] з дещо потовщених, видовжених клітин [Aa] з короткими одноклітинними лігніфікованими покривними волосками, зорієнтованими в напрямку основних клітин, веретеноподібними під час перегляду з поверхні [Ab] і шипуватими на поперечному зрізі [Ga], і рідко дворядні залозисті волоски [Ac]; фрагменти щетинок листочків обгортки [J]; фрагменти стовпчика маточки [E] з тонких нерівномірних клітин [Ea], 1 або 2 секреторних каналів з оранжевим вмістом [Eb], які розташовані паралельно кільчастим судинам [Ec]; пилкові зерна 60–70 мкм у діаметрі, з 3 порами й товстою шипуватою екзиною [F]; фрагменти зав'язі з довгими стилоїдами кальцію оксалату, також можуть бути наявні фрагменти віночка з дрібними призматичними кристалами кальцію оксалату.

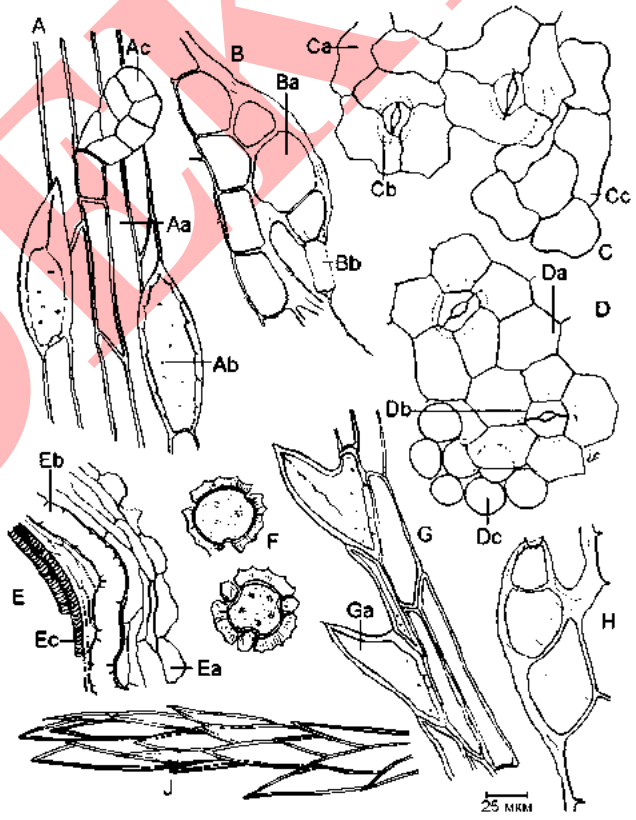

Рисунок 2754.-1. *Діагностичні структури серпію увінчаного трави (ідентифікація B)*

C. Високоефективна тонкошарова хроматографія (*2.8.25*).

Випробовуваний розчин. До 0.25 г здрібненої на порошок сировини (355) (*2.9.12*) додають 5.0 мл *метанолу Р*, обробляють ультразвуком протягом 10 хв, центрифугують і використовують надосадову рідину.

Розчин порівняння (a). 1.5 мг *рутозиду тригідрату Р* і 2.5 мг *ізокверцитрозиду Р* розчиняють у *метанолі Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10.0 мл.

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

Розчин порівняння (c). 1.5 мг *хлорогенової кислоти Р* і 1.5 мг *гіперозиду Р* розчиняють у *метанолі Р* і до-

ПРОЕКТ

водять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Маркер інтенсивності: ізокверцитрозид.

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

Рухома фаза: *мурашина кислота безводна Р – вода Р – етилацетат Р* (10:10:80).

Нанесення: 2 мкл, смугами 8 мм.

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

Висушування: у потоці повітря за кімнатної температури протягом 5 хв.

Виявлення: нагрівають за температури від 100 °С до 105 °С протягом 3 хв, теплу пластинку обприскують розчином 10 г/л *дифенілборної кислоти аміноетилового ефіру Р* у *метанолі Р*, потім розчином 50 г/л *макроголу 400 Р* у *метанолі Р* або, як альтернатива, занурюють теплу пластинку в розчин 5 г/л *дифенілборної кислоти аміноетилового ефіру Р* в *етилацетаті Р*, потім у розчин 50 г/л *макроголу 400 Р* у *метиленхлориді Р*. Пластинку сушать на повітрі протягом 1 хв і переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 366 нм.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (с):
— на хроматограмі виявляються дві чіткі зони в середній третині хроматограми, які можуть стикатися; нижня зона (хлорогенова кислота) виявляється як блакитна флуоресціююча зона, верхня зона (гіперозид) — як жовта або оранжева флуоресціююча зона.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння (а) та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину також можуть виявлятися інші — від слабих до дуже слабих — флуоресціюючі зони.

Верхня частина пластинки	
	червона зона, від дуже слабої до еквівалентної жовта зона, від слабої до інтенсивної
————	————
ізокверцитрозид: жовта або оранжева зона	2 зеленувато-сині зони, від дуже слабих до еквівалентних (можливо, перекриті нижньою жовтою або оранжевою зоною) жовта або оранжева зона, від дуже слабої до слабої зеленувато-синя зона, еквівалентна синювата зона, від дуже слабої до слабої
————	————
рутозид: жовта або оранжева зона	жовта або оранжева зона, від дуже слабої до слабої
Розчин порівняння (а)	**Випробовуваний розчин**

ВИПРОБУВАННЯ

Втрата в масі при висушуванні (*2.2.32*). Не більше 10.0 %. 1.000 г здрібненої на порошок сировини (355) (*2.9.12*) сушать за температури 105 °С протягом 2 год.

Загальна зола (*2.4.16*). Не більше 12.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Рідинна хроматографія (*2.2.29*).

Випробовуваний розчин. 4.0 г здрібненої на порошок сировини (355) (*2.9.12*) поміщають у картридж апарата безперервної екстракції (типу Сокслет), 150 мл *метанолу Р* і магнітну мішалку поміщають у круглодону колбу місткістю 500 мл і нагрівають зі зворотним холодильником протягом 8 год. Одержаний екстракт переносять у мірну колбу й доводять об'єм розчину *метанолом Р* до 200.0 мл.

Розчин порівняння (а). 10.0 мг *ФСЗ* β-*екдистерону* розчиняють у *метанолі Р*, використовуючи ультразвук і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 50.0 мл.

Розчин порівняння (b). 2 мг *макістерону А Р* розчиняють у розчині порівняння (а) і доводять об'єм тим самим розчином до 10 мл.

Колонка:

ПРОЕКТ

— *розмір*: 0.25 м × 4.0 мм;
— *нерухома фаза*: *силікагель для хроматографії октадецилсилільний, сумісний із рухомими фазами з високим вмістом води, ендкепований Р* (5 мкм);
— *температура*: 25 °С.

Рухома фаза:
— *рухома фаза А*: розчин 0.125 % (*об/об*) *мурашиної кислоти безводної Р*;
— *рухома фаза В*: *ацетонітрил для хроматографії Р*;

Час (хв)	**Рухома фаза А (*%, об/об*)**	**Рухома фаза В (*%, об/об*)**
0–2	85	15
2–17	85 → 72.5	15 → 27.5
17–23	72.5 → 10	27.5 → 90

Швидкість рухомої фази: 1.0 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 248 нм.

Інжекція: 20 мкл.

Ідентифікація піків: використовують хроматограму розчину порівняння (a) для ідентифікації піка β-екдистерону; використовують хроматограму розчину порівняння (b) для ідентифікації піка макістерону А.

Час утримування: β-екдистерону — приблизно 11 хв.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (b):
— *ступінь розділення*: не менше 5.0 між піками β-екдистерону та макістерону А.

Вміст β-екдистерону, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_2 \times p \times 4}{A_2 \times m_1},$$

де A_1 — площа піка β-екдистерону на хроматограмі випробовуваного розчину;
A_2 — площа піка β-екдистерону на хроматограмі розчину порівняння (a);
m_1 — маса наважки сировини, використаної для приготування випробовуваного розчину, у грамах;
m_2 — маса наважки *ФСЗ β-екдистерону*, використаного для приготування розчину порівняння (a), у грамах;
p — вміст β-екдистерону у *ФСЗ β-екдистерону*, у відсотках.

ПРОЕКТ