

ЯСЕНА ▽ КИТАЙСЬКОГО ▲ КОРА

Fraxini ▽ chinensis ▲ cortex

FRAXINUS ▽ CHINENSIS ▲ BARK

Ціла або фрагментована висушена кора гілок або стовбурів ▽ *Fraxinus chinensis* subsp. *rhynchophylla* (Hance) A.E. Murray (син. *Fraxinus rhynchophylla* Hance) ▲, зібрана весною або восени.

Вміст: не менше 1.0 % суми ▽ ескулетину ($C_9H_6O_4$; *М.м.* 178.1) й ескуліну ($C_{15}H_{16}O_9$; *М.м.* 340.3) ▲, у перерахунку на суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Гілок кора має вигляд гнучких, зігнутих або жолобчастих, скручених або складчастих шматочків до 60 см завдовжки й 3 мм завтовшки; зовнішня поверхня від білувато-сірого до темно-коричнювато-сірого кольору, деколи плямиста, гладенька або дещо шершава, штрихована білувато-сірими округлими сочевичками; внутрішня поверхня гладенька, м'яка на дотик, жовтаво-білого або коричневого кольору. Злам волокнистий.

Стовбурів кора має вигляд щільних твердих дощечкоподібних шматочків до 6 мм завтовшки; зовнішня поверхня коричнювато-сірого кольору, з тонкими поздовжніми борозенками й численними червонувато-коричневими сочевичками, округлими або дещо поперечно-розщепленими; внутрішня поверхня гладенька, оранжево-коричневого кольору. Злам волокнистий.

В. ▽ Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок коричнюватого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошку виявляються такі діагностичні структури (Рис. 2452.-1): крупні склереїди до 300 мкм у діаметрі, поодинокі [J] або в групах [E], з дуже широкою порожниною та жолобчастими стінками з концентричною смугастістю; фрагменти коричнювато корка з багатокутних клітин із дещо потовщеними та пористими оболонками (вигляд із поверхні [A]) і накладеним шаром клітин із дещо потовщеними й жолобчастими оболонками (поперечний зріз [D]), іноді з прилеглими одним або більше шарами коленхіми [Da]; довгі волокна, зазвичай фрагментовані, з дуже товстими, дещо жолобчастими стінками й значно редукованою порожниною, ізольовані [B, G] або в групах [C, F, H], іноді з прилеглими склереїдами [Ca, Ha] або серцевинними променями з прямокутних клітин із тонкими голчастими кристалами кальцію оксалату [Fa]; групи клітин паренхіми [K], деякі з яких із тонкими кристалами кальцію оксалату [Ka].

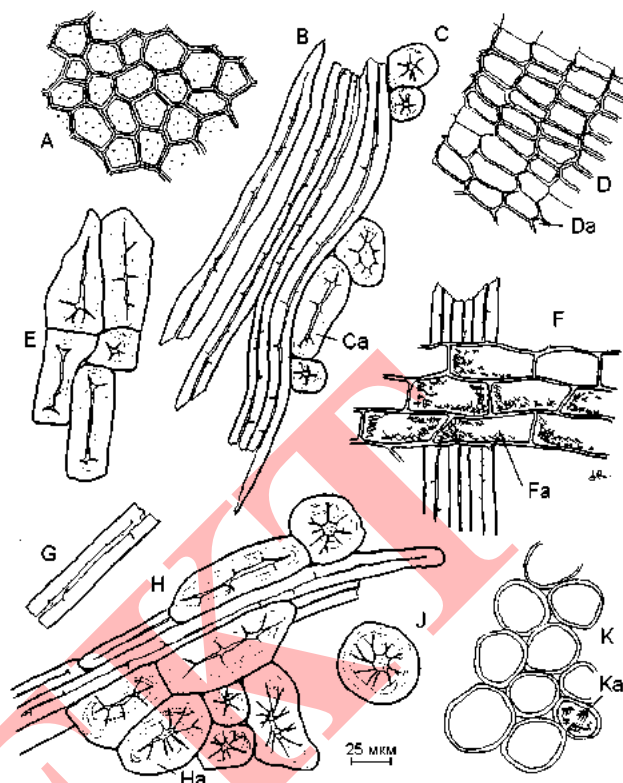


Рисунок 2452.-1. Діагностичні структури ясеня китайського кори (ідентифікація В) ▲

С. До 0.1 г здрібноної на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 10 мл *води Р*, попередньо нагрітої до 60 °С, витримують протягом 2 хв і фільтрують. Переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм, у розчині виявляється інтенсивна синя флуоресценція, яка значно знебарвлюється після додавання 2 мл *хлористоводневої кислоти Р*.

Д. Тонкошарова хроматографія (2.2.27).

Випробовуваний розчин. До 0.25 г здрібноної на порошок (355) (2.9.12) сировини додають 5 мл *метанолу Р*, нагрівають у водяній бані за температури 60 °С протягом 1 хв, центрифугують, використовують надосадову рідину; фільтрують, якщо потрібно.

Розчин порівняння. 1 мг *ескулетину Р* й 1 мг *ескуліну Р* розчиняють у 2 мл *метанолу Р*.

Пластинка: ТШХ-пластинка із шаром *силікагелю F₂₅₄ Р* (5–40 мкм) (або ТШХ-пластинка із шаром *силікагелю F₂₅₄ Р* (2–10 мкм)).

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

Нанесення: 10 мкл, смугами 15 мм (або 8 мм).

Відстань, що має пройти рухома фаза: 10 см (або 6 см) від лінії старту.

Висушування: на повітрі.

Виявлення: обробляють розчином 10 г/л *дифенілборної кислоти аміноетилового ефіру Р* і 50 г/л *макроголу 400 Р* у *метанолі Р*. Переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 365 нм.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину, крім того, можуть бути наявні інші флуоресцюючі зони.

Верхня частина пластинки	
ескулетин: зеленувато-жовта флуоресцююча зона	зеленувато-жовта флуоресцююча зона (ескулетин)
	зелена флуоресцююча зона (може бути наявна)
	синя флуоресцююча зона (може бути наявна)
ескулін: інтенсивна синя флуоресцююча зона	інтенсивна синя флуоресцююча зона (ескулін) білувато-синя флуоресцююча зона
Розчин порівняння	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

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

Загальна зола (2.4.16). Не більше 5.0 %.

Зола, нерозчинна в хлористоводневій кислоті (2.8.1). Не більше 2.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

Рідинна хроматографія (2.2.29).

Випробовуваний розчин. До 0.500 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 50.0 мл метанолу Р, зважують, нагрівають на водяній бані зі зворотним холодильником протягом 1 год, охолоджують, знову зважують, компенсують втрату розчинника метанолом Р, перемішують і фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор—0.45 мкм).

Розчин порівняння (а). 10.0 мг ФСЗ ескуліну розчиняють у рухомій фазі й доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 50.0 мл.

Розчин порівняння (б). 10.0 мг ФСЗ ескулетину розчиняють у 10 мл ацетонітрилу Р і доводять об'єм розчину рухомою фазою до 50.0 мл.

Розчин порівняння (с). 3.0 мл розчину порівняння (б) змішують із 5.0 мл розчину порівняння (а) і доводять об'єм розчину рухомою фазою до 10.0 мл.

Колонка:

— розмір: 0.15 м × 4.0 мм;

— **нерухома фаза:** силікагель для хроматографії октадецилсилільний, ендкепований Р (5 мкм).

Рухома фаза: ацетонітрил Р — розчин 0.1% (об/об) фосфорної кислоти Р (12:88).

Швидкість рухомої фази: 0.75 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 334 нм.

Інжекція: 10 мкл.

Час хроматографування: в 1.5 разу більший за час утримування ескулетину.

Час утримування: ескуліну — приблизно 4.5 хв; ескулетину — приблизно 8.5 хв.

Ідентифікація піків: використовують хроматограму розчину порівняння (а) для ідентифікації піка ескуліну й хроматограму розчину порівняння (б) для ідентифікації піка ескулетину.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (с):

— **ступінь розділення:** не менше 5.0 між піками ескуліну й ескулетину.

Вміст суми ескуліну й ескулетину, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_2 \times p_1 \times 0.5}{A_2 \times m_1} + \frac{A_3 \times m_2 \times p_2 \times 0.3}{A_4 \times m_1}$$

де A_1 — площа піка ескуліну на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_2 — площа піка ескуліну на хроматограмі розчину порівняння (с);

A_3 — площа піка ескулетину на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_4 — площа піка ескулетину на хроматограмі розчину порівняння (с);

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

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

m_3 — маса наважки ФСЗ ескулетину, використаного для приготування розчину порівняння (б), у грамах;

p_1 — вміст ескуліну у ФСЗ ескуліну, у відсотках;

p_2 — вміст ескулетину у ФСЗ ескулетину, у відсотках.