

**Anlage 1****ÖAB 2008/002****Kalmuswurzelstock****Calami rhizoma**

Radix Calami

## DEFINITION

Kalmuswurzelstock besteht aus dem von Haarwurzeln und Blattresten befreiten, geschälten, meist der Länge nach gespaltenen, getrockneten, ganzen oder geschnittenen Wurzelstock von *Acorus calamus* L. (Araceae). Die Ganzdroge enthält mindestens  $20 \text{ ml} \cdot \text{kg}^{-1}$  ätherisches Öl, die Schnittdroge mindestens  $15 \text{ ml} \cdot \text{kg}^{-1}$ .

## EIGENSCHAFTEN

*Geruch:* aromatisch*Geschmack:* scharf, schwach bitter

## PRÜFUNG AUF IDENTITÄT

A. Die Ganzdroge besteht aus dem bis 2 cm dicken Wurzelstock mit meist leicht elliptischem Querschnitt. Die Oberfläche ist hell- bis rötlich braun, die innen liegenden Gewebeteile sind weißlich gelb. An der morphologischen Unterseite sind die Wurzelansätze als kleine, runde, scharfrandige, hell- bis dunkelbraune Narben sichtbar, an der Oberseite und den Flanken sind die spitz-dreieckigen Blattnarben vorhanden. Im Querschnitt ist bei Lupenbetrachtung das lockere Aerenchym auffällig, die Endodermis ist als durchgehende Linie im Lupenbild gekennzeichnet. Gefäßbündel sind als helle Punkte im Aerenchym erkennbar, sie treten unregelmäßig zerstreut sowohl außerhalb als auch innerhalb der Endodermis auf, direkt innerhalb der Endodermis stark gehäuft. Die Schnittdroge ist gekennzeichnet durch unregelmäßige, weißlich gelbe Rhizomstücke, an deren Oberfläche Wurzel- und Blattnarben zu erkennen sind. Die Fragmente sind von weicher Konsistenz, der Bruch ist kurz und körnig. Bei Lupenbetrachtung sind das Aerenchym, die Endodermis und die Gefäßbündel zu erkennen.

B. Querschnitt: Epidermis kleinzellig, Kork nur um Blatt- und Wurzelnarben. Das Grundgewebe des gesamten Rhizoms ist als Aerenchym ausgebildet: große axial gestreckte Hohlräume werden von meist einschichtigen Gewebeplatten umgeben, Sekretzellen mit ätherischem Öl vor allem an den Schnittpunkten der Gewebeplatten, Sekretzellen größer als Parenchymzellen, Zellwand leicht verdickt, Inhalt mit höherem Brechungsindex als umgebendes Medium. Gefäßbündel unregelmäßig über den Querschnitt zerstreut, außerhalb der Endodermis kollateral geschlossen, direkt innerhalb der Endodermis leptozentrisch, im Zentrum des Rhizoms wieder vorwiegend kollateral geschlossen. Besonders in älteren Rhizomen werden die Gefäßbündel von Fasern begleitet, gelegentlich auch von Kristallzellreihen. Zellen der Endodermis dünnwandig. In allen parenchymatischen Zellen kleinkörnige Stärke (bis ca  $10 \mu\text{m}$ ).

Längsschnitt: Aufsicht auf die Gewebeplatten: parenchymatische Zellen in axial orientierten, parallelen Reihen, Zellen axial gestreckt, mit zarter Tüpfelung der Zellwand, zwischen den Zellen charakteristische, sehr kleine dreieckige Interzellularen. In den Gefäßbündeln Tracheen mit verschiedensten Zellwandverdickungen (ringförmig, schraubenförmig, leiterförmig, netzartig, getüpfelt), Fasern, gelegentlich Kristallzellreihen.

Pulver: Die Droge wird pulverisiert. Das Pulver ist weißlich gelb.

*Prüfung mit Chloralhydratlösung:* Das Pulver zeigt folgende Merkmale: Fragmente des Aerenchyms in Längsansicht, wobei die parenchymatischen, zart getüpfelten Zellen in parallelen Reihen liegen und leicht

axial gestreckt sind; zwischen den Zellen kleine, dreieckige Interzellularen; Sekretzellen mit ätherischem Öl größer als Parenchymzellen, kugelig, leicht verdickte Zellwand; Fragmente von Fasern, gelegentlich Kristallzellreihen; Tracheen mit verschiedenen Formen der Zellwandverdickung.

*Prüfung mit Wasser (ohne Aufkochen):* kleinkörnige Stärke (bis ca. 10 µm) in allen parenchymatischen Zellen.

C. Dünnschichtchromatographie (2.2.27).

*Untersuchungslösung:* 1,0 g gepulverte Droge (710) wird mit 10 ml Methanol R 1 min lang zum Sieden erhitzt und nach dem Erkalten abfiltriert.

*Referenzlösung:* 20 mg Anethol R und 20,0 mg β-Asaron R werden in 10 ml Methanol R gelöst.

*Platten:* DC-Platte mit Kieselgel F<sub>254</sub> R (5 bis 40 µm)

[oder DC-Platte mit Kieselgel F<sub>254</sub> R (2 bis 10 µm)]

*Fließmittel:* Toluol R, Ethylacetat R (93:7 V/V)

*Auftragen:* 30 µl [oder 15 µl] Untersuchungslösung und 10 µl [oder 5 µl] Referenzlösung; bandförmig (10 mm)

*Laufstrecke:* 15 cm [oder 8 cm]

*Trocknen:* an der Luft

*Detektion:* Die Platte wird mit Anisaldehyd-Reagenz R besprüht, bei 150 °C unter Beobachtung bis zur deutlichen Farbentwicklung der Zonen erhitzt und im Tageslicht ausgewertet.

*Ergebnis:* Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung und Untersuchungslösung ist aus den nachstehenden Angaben ersichtlich. Im Chromatogramm der Untersuchungslösung können die braunviolette Zone des β-Asaron sowie weitere verschiedenfarbige Nebenzonen vorhanden sein.

#### **Oberer Plattenrand**

---

	eine rotviolette Zone
Anethol: eine violette Zone	
	eine blauviolette Zone
	eine braunviolette Z
β-Asaron: eine braunviolette Zone	eine braunviolette Zone (β-Asaron)
	eine violette Zone

#### **Referenzlösung**

#### **Untersuchungslösung**

#### **PRÜFUNG AUF REINHEIT**

**Fremde Bestandteile** (2.8.2): höchstens 2 Prozent

**β-Asaron:** Flüssigchromatographie (2.2.29): max. 0,5 %

*Untersuchungslösung:* 0,200 g gepulverte Droge (710) werden mit 60 ml Methanol *R* 10 min lang unter Rückfluss zum Sieden erhitzt. Nach dem Erkalten wird die Mischung in einen 100-ml-Messkolben filtriert. Das Filtrat wird unter Nachwaschen des Filters und des Rückstands mit Methanol *R* auf 100,0 ml ergänzt und anschließend durch ein Membranfilter aus regenerierter Cellulose von 0,45 µm nominaler Porenweite filtriert.

*Referenzlösung a:* 10,0 mg β-Asaron *R* werden mit Methanol *R* zu 100,0 ml gelöst. 10,0 ml dieser Lösung werden mit Methanol *R* zu 100,0 ml ergänzt.

*Referenzlösung b:* 10,0 mg α-Asaron *R* werden mit Methanol *R* zu 100,0 ml gelöst. 2,0 ml dieser Lösung werden mit Referenzlösung a zu 20,0 ml ergänzt.

*Säule:*

- Größe:  $l = 0,25 \text{ m}$ ,  $\varnothing = 4 \text{ mm}$

- Stationäre Phase: octylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie *R* (5 µm)

*Mobile Phase:* 60 Volumenteile Acetonitril *R* und 40 Volumenteile Wasser *R*

*Durchflussrate:*  $1,0 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

*Detektion:* Spektrometer bei 303 nm

*Einspritzen:* 20 µl

*Aufzeichnung:* 1,8 fache Dauer der Retentionszeit von β-Asaron

*Eignungsprüfung:* Referenzlösung b

- Auflösung: mindestens 1,2 zwischen den Peaks von β-Asaron und α-Asaron

Falls erforderlich wird der Anteil an Acetonitril in der mobilen Phase geändert.

Der Prozentgehalt an β-Asaron ( $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_3$ ) wird nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{F_u \times e_r \times 10 \times p}{F_r \times e_u \times 100}$$

$$F_r \times e_u \times 100$$

$F_u$  = Peakfläche von β-Asaron im Chromatogramm der Untersuchungslösung

$F_r$  = Peakfläche von β-Asaron im Chromatogramm der Referenzlösung

$p$  = Prozentgehalt an β-Asaron in β-Asaron *R*

$e_r$  = Einwaage β-Asaron *R* in Gramm

$e_u$  = Einwaage Droge in Gramm

**Trocknungsverlust** (2.2.32): höchstens 12,0 Prozent, mit 1,000 g pulverisierter Droge (710) durch 2 h langes Trocknen bei 105 °C bestimmt

**Asche** (2.4.16): höchstens 6,0 Prozent

GEHALTSBESTIMMUNG

Die Bestimmung erfolgt nach „Gehaltsbestimmung des ätherischen Öls in Drogen“ (2.8.12) unter Verwendung von 10,0 g unmittelbar vorher gepulverter Droge (710), einem 1000-ml-Rundkolben, 500 ml Wasser *R* als Destillationsflüssigkeit und 0,5 ml Xylol *R* als Vorlage. Es empfiehlt sich, zwei oder drei Tropfen Dimeticon als Entschäumer vor Beginn der Destillation in den Rundkolben zu geben. Die Destillation erfolgt 4 h lang mit einer Destillationsgeschwindigkeit von 2 bis 3 ml je Minute.

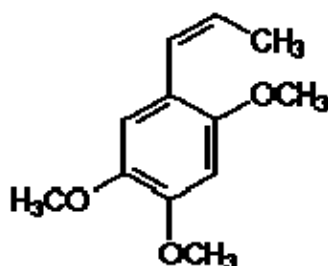
### LAGERUNG

In dicht verschlossenen Behältnissen, vor Licht geschützt

### ANHANG

Reagentien

#### $\beta$ -Asaron (1)



***cis*- $\beta$ -Asaron**

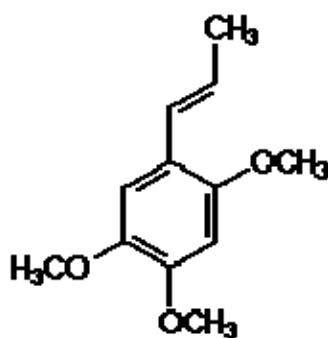
$C_{12}H_{16}O_3$

$M_r = 208,26$

CAS No. 5273-86-9

*cis*-1-Propenyl-2,4,5-trimethoxybenzol, 1,2,4-Trimethoxy-5-(*Z*)-1-propenylbenzol

#### $\alpha$ -Asaron (2)



***trans*- $\alpha$ -Asaron**

$C_{12}H_{16}O_3$

$M_r = 208,26$

CAS No. 2883-98-9

*trans*-1-Propenyl-2,4,5-trimethoxybenzol, 1,2,4-Trimethoxy-5-(*E*)-1-propenylbenzol

(1) Lieferant PhytoLab ist geeignet

www.ris.bka.gv.at

(2) Lieferant Fluka ist geeignet