

ГЛОДУ ПЛОДИ

Crataegi fructus

HAWTHORN BERRIES

Висушені несправжні плоди *Crataegus monogyna* Jacq. ■ або *C. laevigata* (Poir.) DC. (син. *C. oxyacantha* L.), або їх гібридів, або суміш цих несправжніх плодів.

Вміст: не менше 0.06 % проціанідинів, у перерахунку на ціанідину хлорид ($C_{15}H_{11}ClO_6$; *M.m.* 322.7) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

A. Несправжній плід *C. monogyna* має яйцеподібну або кулясту форму, зазвичай 6–10 мм завдовжки й 4–8 мм завширшки, червонувато-коричневого або темно-червоного кольору. Поверхня ямчата або рідше, сітчаста. Верхівка плоду увінчана залишками п'яти згорнутих чашолистків, що оточують невеликий занурений ▼ диск чашечки ▲ з дрібнорельєфним обідком. У центрі ▼ диска ▲ виявляються залишки стовпчика з пучками жорстких безбарвних волосків біля його основи. На нижньому кінці плоду наявні короткі залишки плдоніжки або, частіше, невеликий блідий круглий рубець на місці прикріплення плдоніжки. Квітколоже (гіпантій) м'ясисте, оточує жовтаво-коричневий яйцеподібний плід із твердою товстою стінкою, що містить одну довгасту блідо-коричневу гладеньку й блискучу насінину.

▼ Несправжній плід *C. laevigata* до 13 мм завдовжки. Він містить 2–3 твердих вентрально сплюснених кісточок-плодів із короткими волосками на верхівці. ▲ Часто в центрі ▼ диска чашечки ▲ несправжнього плоду виявляються залишки двох стовпчиків.

B. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок сірувато-червоного кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин P*. У порошок виявляються такі діагностичні структури (Рис. 1220.-1): покривні волоски [F] з внутрішнього боку ▼ ободку чашечки ▲, довгі, одноклітинні, часто зігнуті, звужені до верхівки, з дуже потовщеними й здерев'янілими оболонками; фрагменти червоного зовнішнього шару квітколожа (гіпантія) (вигляд із поверхні [G]); фрагменти внутрішнього шару гіпантія [A], деякі клітини якого містять друзи [Aa] або призматичні кристали [Ab] кальцію оксалату; іноді фрагменти [J, K], що містять групи склерейд [Ka] і провідних пучків [Ja, Kb] з оточуючими їх рядами клітин, що містять призматичні кристали кальцію оксалату [Jb, Kc]; фрагменти перикарпія [B], що складаються з паренхіми, деякі клітини якої містять друзи кальцію оксалату [Ba], і груп склерейд, різних за розміром, із численними порами [Bb]; товстостін-

ні склерейди [E, H], ■ жолобчасті [E], деякі з помітно розгалуженими порами [H]; нечисленні фрагменти насінної шкірки [C], зовнішній шар яких складається із шестикутних слизуватих клітин [Ca], нижче яких розташований жовтаво-коричневий пігментний шар із численними призматичними кристалами кальцію оксалату [Cb]; паренхіма ендосперму й сім'ядолей, клітини яких містять алейронові зерна й кульки жирної олії [D].

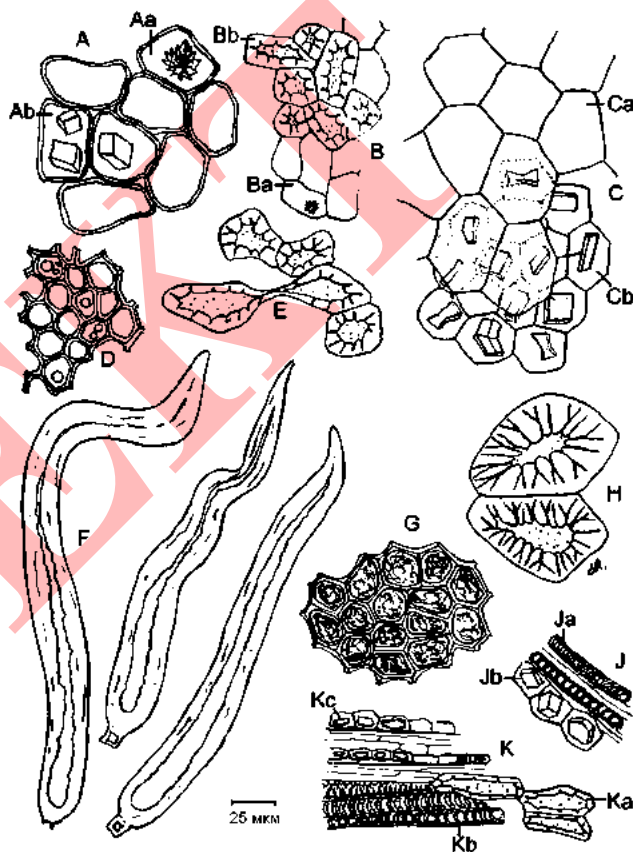


Рисунок 1220.-1. Діагностичні структури глоду плодів (ідентифікація B)

C. ▼ Високоєфективна тонкошарова хроматографія (2.8.25).

Випробовуваний розчин. До 0.5 г здрібноної на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 5.0 мл *метанолу P*, обробляють ультразвуком протягом 15 хв, фільтрують або центрифугують і використовують фільтрат або надосадову рідину.

Розчин порівняння (a). 2.5 мг *гіперозиду P* і 3.5 мг *рутозиду тригідрату P* розчиняють у *метанолі P* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10.0 мл.

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

Розчин порівняння (c). 2.5 мг *гіперозиду P* і 3 мг *хлорогенової кислоти P* розчиняють у *метанолі P* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Маркер інтенсивності: гіперозид.

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

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

Нанесення: 4 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 5 хв, теплу пластинку обприскують розчином 10 г/л дифенілборної кислоти аміноетилового ефіру P у метанолі P , потім розчином 50 г/л макрогону 400 P у метанолі P або, як альтернатива, занурюють теплу пластинку в розчин 5 г/л дифенілборної кислоти аміноетилового ефіру P в етилацетаті P , потім у розчин 50 г/л макрогону 400 P у метиленхлориді P . 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 флуоресцююча зона, верхня зона (гіперозид) — як жовта або оранжева 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, зеленуваті, жовті або оранжеві флуоресцюючі зони.

Верхня частина пластинки	
	1 або 2 сині зони, від дуже слабих до слабих
гіперозид: жовта або оранжева зона	жовта або оранжева зона, від дуже слабій до слабій жовта або оранжева зона, від слабій до еквівалентної (гіперозид) блакитна зона, слаба (хлорогенова кислота)
рутозид: жовта або оранжева зона	жовта або оранжева зона, дуже слаба (рутозид)
Розчин порівняння (а)	Випробовуваний розчин

ВИПРОБУВАННЯ

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 5 % зіпсованих несправжніх плодів і не більше 2 % інших сторонніх домішок. Сировина не має містити несправжніх плодів інших видів *Crataegus* (*C. nigra* Waldst. et Kit., *C. pentagyna* Waldst. et Kit. ex Willd. і *C. azarolus* L.), що мають більше трьох кісточок.

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 протягом 2 год.

Загальна зола (2.4.16). Не більше 5.0 %.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

До 2.50 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 30 мл етанолу (70 %, об/об) P , нагрівають зі зворотним холодильником протягом 30 хв і фільтрують. Залишок промивають 10.0 мл етанолу (70 %, об/об) P , до фільтрату додають 15.0 мл хлористоводневої кислоти $P1$ і 10.0 мл води P , нагрівають зі зворотним холодильником протягом 80 хв, охолоджують і фільтрують. Залишок промивають етанолом (70 %, об/об) P до знебарвлення фільтрату й доводять об'єм фільтрату етанолом (70 %, об/об) P до 250.0 мл. 50.0 мл одержаного розчину поміщають у круглодонну колбу, випарюють до об'єму приблизно 3 мл і переносять у ділильну лійку. Круглодонну колбу обполіскують послідовно 10 мл і 5 мл води P , яку потім переносять у ту саму ділильну лійку. Об'єднаний розчин струшують із трьома порціями, по 15 мл кожна, бутанолу P , органічні шари об'єднують і доводять бутанолом P до об'єму 100.0 мл.

Оптичну густина (2.2.25) одержаного розчину вимірюють за довжини хвилі 555 нм.

Вміст проціанідинів, у перерахунку на ціанідину хлорид, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A \times 500}{1200 \times m}$$

де A — оптична густина випробовуваного розчину за довжини хвилі 555 нм;

m — маса наважки випробовуваної сировини, у грамах.

Використовують питомий показник поглинання ціанідину хлориду, що дорівнює 1200.