

КАСІЇ ■ ПЛОДИ

Sennae fructus ■

SENNA PODS■

Висушені плоди (боби) ▽ *Senna alexandrina* Mill. (син. *Cassia acutifolia* Delile і *Cassia angustifolia* Vahl).

Вміст: не менше 2.0 % ▲ гідроксіантраценових глікозидів, у перерахунку на сенозид В ($C_{42}H_{38}O_{20}$; М.м. 863) і суху сировину.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Боби плоскі, ▽ більш або менш ниркоподібної форми, від жовтувато-коричневого до ▲ зеленувато-коричневого кольору із коричневими плямами проти насінин, зазвичай ▽ 35–60 мм завдовжки й 14–20 мм ▲ завширшки. На одному кінці наявний рубчик від стовпчика, на протилежному – коротка плодоніжка. Боби містять ▽ 5–8▲ плоских, оберненоїцеподібних насінин зеленого або блідо-коричневого кольору ▽ з більш або менш помітною сіткою поперечних хвилястих складок▲ на насінній шкірці.

В. Мікроскопічне дослідження (2.8.23). Порошок коричневого кольору. Переглядають під мікроскопом, використовуючи *хлоральгідрату розчин Р*. У порошок виявляються такі діагностичні структури (Рис. 0207.-1): фрагменти епікарпія (вигляд із поверхні [В, К]) із багатокутних клітин, продихових апаратів аномоцитного [Ва] або парацитного [Вb, Ка] типів (2.8.3) і покривних волосків [Кb] або рубців від них [Вс]; ізольовані конічні бородавчасті покривні волоски, зазвичай загнуті [С]; фрагменти мезокарпія (вигляд із поверхні [D]), які складаються з 2 перехресних шарів — шару волокон [Da] і прилеглого шару клітин із призматичними кристалами кальцію оксалату [Db], й іноді клітини прилеглого ендокарпія, що лежить під мезокарпієм [Dc]; фрагменти зовнішніх шарів насінної шкірки (у поперечному зрізі [J]), вкритих товстою кутикулою [Ja], з палісадними клітинами приблизно 50 мкм завдовжки, з товстими оболонками й редукованою порожниною [Jb] з прилеглою гіподермою із стовпчастих клітин [Jc]; палісадні клітини насінної шкірки (вигляд із поверхні [N]) і фрагменти гіподерми насіння, що виглядають як кільце (вигляд із поверхні [A]); фрагменти сім'ядолей (вигляд із поверхні [F], у поперечному зрізі [E]) з дрібних клітин епідерми [Ea, Fa] і палісадної тканини [Eb, Fb]; призматичні кристали й друзи кальцію оксалату, вільні [De, Ga] або в клітинах паренхіми [G]; фрагменти судинних пучків [L] зі спіральних судин [La] і волокон із помірно потовщеними й пористими оболонками [Lb]; склереїди [M,

O] і волокна [H] з прилеглою обкладкою кристалів кальцію оксалату [Ha] з плодоніжки.

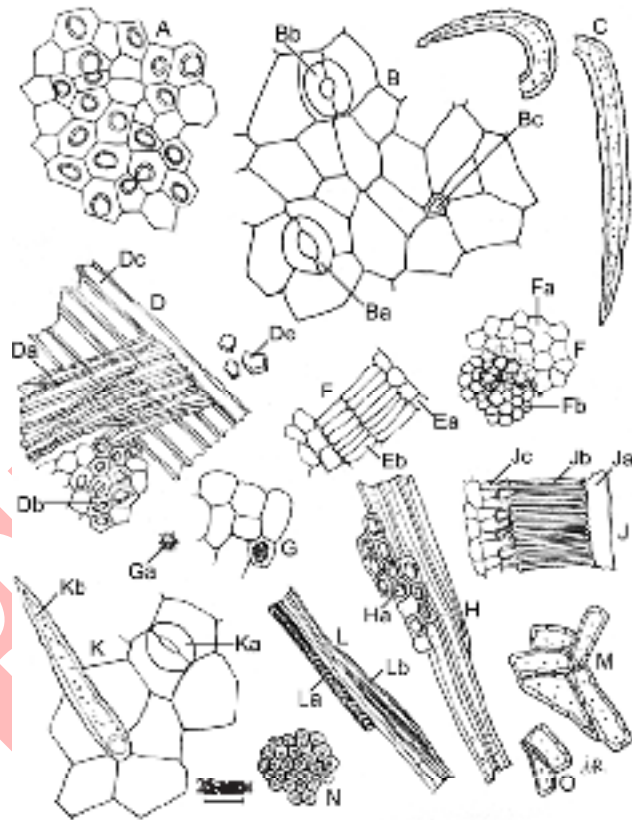


Рисунок 0207.-1. Діагностичні структури касії ■ плодів (ідентифікація В)

▼ **С.** Високоєфективна тонкошарова хроматографія (2.8.25).

Суміш розчинників. Етанол (96 %) Р – вода Р (50:50).

Випробовуваний розчин. До 0.5 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) додають 5.0 мл суміші розчинників, обробляють ультразвуком протягом 10 хв, фільтрують або центрифугують і використовують фільтрат або надосадову рідину.

Розчин порівняння (а). 3 мг сенозиду А Р і 3 мг сенозиду В Р розчиняють у суміші рівних об'ємів етанолу (96 %) Р і розчину 1 г/л натрію гідрокарбонату Р, доводять тією самою сумішшю до об'єму 20.0 мл.

Розчин порівняння (b). 2.5 мл розчину порівняння (а) доводять сумішшю розчинників до об'єму 10.0 мл.

Розчин порівняння (с). 10 мг ФСЗ касії екстракту розчиняють в 1 мл суміші розчинників (залишається невелика кількість нерозчинених частинок).

Маркер інтенсивності: сенозид А.

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

Рухома фаза: вода Р – етилацетат Р – пропанол Р (30:40:40).

Нанесення: 1 мкл випробовуваного розчину й 2 мкл розчинів порівняння (а), (b) і (с), 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 110 °С протягом 10 хв, теплу пластинку обробляють розчином 50 г/л *калію гідроксиду Р* у суміші розчинників, нагрівають за температури 110 °С протягом 10 хв і відразу переглядають в УФ-світлі за довжини хвилі 366 нм.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (с):

— на хроматограмі виявляються дві чіткі зони на межі між нижньою та середньою третиною хроматограми, які можуть стикатися; нижня зона (сенозид А) виявляється як світло-жовта флуоресціююча зона, верхня зона (сенозид D) — як слаба коричнювато-жовта флуоресціююча зона.

Результати: нижче наведено послідовність зон на хроматограмах розчину порівняння (а) та випробовуваного розчину. На хроматограмі випробовуваного розчину також можуть виявлятися інші сині й/або червонуваті зони, переважно над зоною сенозиду А. Для сенозидів значення R_f незначно варіює і зони можуть бути вигнуті залежно від концентрації.

Верхня частина пластинки	
	світло-жовта зона, від дуже слабої до слабої (сенозид С)
	коричнювато-жовта зона, слаба (сенозид D)
сенозид А: світло-жовта зона	світло-жовта зона, від еквівалентної до інтенсивної (сенозид А)
сенозид В: коричнювато-жовта зона	коричнювато-жовта зона, інтенсивна (сенозид В)
Розчин порівняння (а)	Випробовуваний розчин

Суміш розчинників. Розчин 1 г/л *натрію гідрокарбонату Р* — *метанол Р* (30:70).

Випробовуваний розчин. 0.500 г здрібненої на порошок сировини (355) (2.9.12) поміщають у посуд із загвинчувальною кришкою місткістю 250 мл, додають 100.0 мл суміші розчинників, обробляють ультразвуком протягом 30 хв і струшують протягом 2 год. Фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор — 0.45 мкм).

Розчин порівняння (а). 10 мг *алоє емодину Р* і 10.0 мг *ФСЗ реїну* розчиняють у *тетрагідрофурані Р* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 50.0 мл. 1.0 мл отриманого розчину доводять до об'єму 20.0 мл сумішшю розчинників.

Розчин порівняння (b). 10 мг *ФСЗ касії екстракту* розчиняють у 8 мл суміші розчинників, використовуючи ультразвук протягом 5 хв, і доводять тією самою сумішшю до об'єму 10.0 мл (залишається невелика кількість нерозчинених частинок). Фільтрують крізь мембранний фільтр (номінальний розмір пор — 0.45 мкм).

Розчин порівняння (с). 5.0 мг *ФСЗ сенозиду В* розчиняють у 25 мл *метанолу Р*, використовуючи ультразвук, і доводять до об'єму 50.0 мл *водою Р*.

Колонка:

— *розмір:* 0.25 м × 4.6 мм;
— *нерухома фаза:* силікагель для хроматографії пропоксибензольний, ендкепований Р (4 мкм);
— *температура:* 30 °С.

Рухома фаза:

— *рухома фаза А:* розчин 1.275 % (об/об) *мурашиної кислоти безводної Р*;
— *рухома фаза В:* *ацетонітрил Р*;

Час (хв)	Рухома фаза А (% об/об)	Рухома фаза В (% об/об)
0–3	87	13
3–40	87 → 37	13 → 63

Швидкість рухомої фази: 1.0 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 270 нм.

Інжекція: 10 мкл випробовуваного розчину й розчинів порівняння (а) і (b).

Ідентифікація піків: використовують хроматограму, що надається до *ФСЗ касії екстракту*, і хроматограму розчину порівняння (b) для ідентифікації піка ізорамнетин диглюкозиду і піків гідроксіантраценових глікозидів (піки 2–9); будь-яке плече на висхідній частині піка сенозиду В (пік 3) зараховується до його площі; піки 4 і 5 можуть елююватися спільно й піки 7 і 8 також можуть елююватися спільно; використовують хроматограму розчину порівняння (а) для ідентифікації піків *алоє емодину* й *реїну*.

Відносне утримування до сенозиду В (пік 3, час утримування — приблизно 14.2 хв): ізорамнетин

ВИПРОБУВАННЯ

▼ **Сума антрахінонів (алоє емодин і реїн).** Рідинна хроматографія (2.2.29). *Випробування проводять у захищеному від яскравого світла місці.*

диглюкозиду – приблизно 0.93; гідроксіантраценового глікозиду (пік 2) – приблизно 0.98 ; гідроксіантраценового глікозиду (пік 4) – приблизно 1.01; гідроксіантраценового глікозиду (пік 5) – приблизно 1.02; гідроксіантраценового глікозиду (пік 6) – приблизно 1.07; гідроксіантраценового глікозиду (пік 7) – приблизно 1.09; гідроксіантраценового глікозиду (пік 8) – приблизно 1.11; гідроксіантраценового глікозиду (пік 9) – приблизно 1.13; алое емодину – приблизно 2.2; реїну – приблизно 2.3.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (b):

– **ступінь розділення:** не менше 3.0 між піком ізорамнетин диглюкозиду й піком гідроксіантраценового глікозиду (пік 2).

Вміст суми антрахінонів (алое емодину і реїну) (*TA*), у перерахунку на реїн, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_2 \times p}{A_2 \times m_1 \times 10},$$

де A_1 – сума площ піків алое емодину й реїну на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_2 – площа піка реїну на хроматограмі розчину порівняння (a);

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

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

p – вміст реїну у ФСЗ реїну, у відсотках.

Вміст суми антрахінонів (*TA*), у перерахунку на суму гідроксіантраценових глікозидів (*THG*, див. «Кількісне визначення») і суму антрахінонів, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{TA}{THG + TA} \times 100.$$

Нормування:

– **сума антрахінонів (алое емодин і реїн), у перерахунку на реїн ($C_{15}H_8O_6$; М.м. 284.2):** не більше 7.0 %, у перерахунку на суму гідроксіантраценових глікозидів і суму антрахінонів, і суху сировину.▲

Сторонні домішки (2.8.2). Не більше 1 %.

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 9.0 %.

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

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

▼ **Рідинна хроматографія (2.2.29),** як описано у випробуванні «Сума антрахінонів (алое емодин і реїн)», з такими змінами.

Інжекція: випробовуваний розчин і розчин порівняння (c).

Вміст суми гідроксіантраценових глікозидів (піки 2–9) (*THG*), у перерахунку на сенозид В, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times m_2 \times 2 \times p}{A_2 \times m_1},$$

де A_1 – сума площ піків гідроксіантраценових глікозидів (піки 2–9) на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_2 – площа піка сенозиду В на хроматограмі розчину порівняння (c);

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

m_2 – маса наважки ФСЗ сенозиду В, використаного для приготування розчину порівняння (c), у грамах;

p – вміст сенозиду В у ФСЗ сенозиду В, у відсотках.▲

ЗБЕРІГАННЯ

У захищеному від вологи місці.