04/2020:1220

Crataegi fructus

Owoc głogu

Hawthorn berries; Aubépine (baie d’)

DEFINICJA

Wysuszone pseudoowoce *Crataegus monogyna* Jacq. lub *C. laevigata* (Poir.) DC. (syn.  
*C. oxyacantha* L.) lub ich hybrydy lub mieszanina tych pseudoowoców.

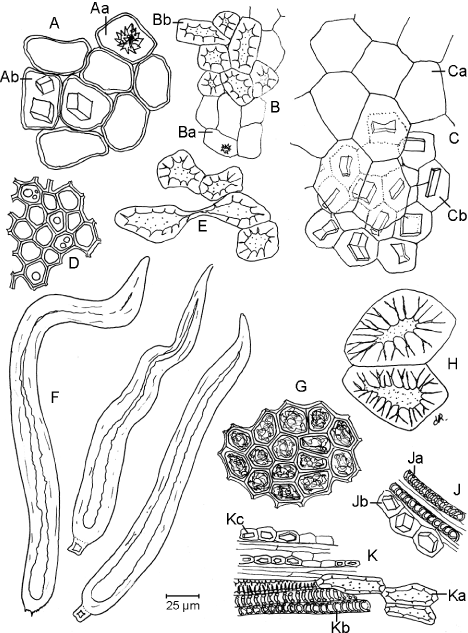
*Zawartość:* nie mniej niż 0,06% procyjanidyn, w przeliczeniu na chlorowodorek cyjanidyny (C15H11ClO6; m.cz. 322,7) (wysuszona substancja roślinna).

TOŻSAMOŚĆ

1. Owoc pozorny *C. monogyna* ma kształt odwrotniejajowaty lub kulisty zwykle 6–10 mm długi i 4–8 mm szeroki, czerwonawobrunatny lub ciemnoczerwony. Powierzchnia jest dołeczkowata lub rzadziej siatkowata. Szczyt owocu jest zakończony resztkami 5 odgiętych działek, otaczających małą zagłębioną tarczkę z płytkim wzniesionym brzegiem. W centrum tarczki znajduje się pozostałość szyjki słupka z kępkami sztywnych, bezbarwnych włosków u podstawy. Na dolnym końcu owocu jest krótka szypułka lub częściej mała, jasna, okrągła blizna w miejscu, gdzie przytwierdzona była szypułka. Dno kwiatowe mięsiste zawiera żółtawobrunatny jajowaty owoc o twardej grubej „ścianie” (pestka), z pojedynczym wydłużonym jasnobrunatnym gładkim i lśniącym nasieniem.

Owoc pozorny *C. laevigata* do 13 mm długości, zawiera 2–3 pestkowate owoce od strony wewnętrznej spłaszczone, z krótkimi włoskami na szczycie. W centrum krążka owocu pozornego (pseudoowocu) często widoczne są pozostałości 2 szyjek słupka.

1. Badanie mikroskopowe (*2.8.23*). Proszek jest szarawoczerwony. Obserwować pod mikroskopem używając *roztworu wodzianu chloralu OD.* Proszek wykazuje następujące cechy diagnostyczne (ryc. 1220.-1): włoski okrywowe [F] z wnętrza krążka, są one długie, jednokomórkowe, często zgięte, zwężające się ku szczytowi o ścianach silnie zgrubiałych i zdrewniałych; fragmenty czerwonej warstwy zewnętrznej dna kwiatowego (widziane z powierzchni [G]); fragmenty wewnętrznej warstwy dna kwiatowego [A], niektóre komórki zawierają gruzły [Aa] lub jedyńce [Ab] szczawianu wapnia; niekiedy fragmenty [J, K] zawierające grupy sklereid [Ka] i wiązki naczyniowe [Ja, Kb] z towarzyszącymi rzędami komórek zawierających jedyńce szczawianu wapnia [Jb, Kc]; fragmenty owocni [B] złożone z miękiszu o komórkach zawierających niekiedy gruzły szczawianu wapnia [Ba] i grupy sklereid o różnych wymiarach, z licznymi jamkami [Bb]; grubościenne sklereidy [E, H] głęboko jamkowane [E], niektóre jamki są wyraźnie rozgałęzione [H]; nieliczne fragmenty powłoki nasiennej [C] mającej warstwę zewnętrzną złożoną z sześciokątnych, ześluzowaciałych komórek [Ca] poniżej których znajduje się żółtawobrunatna warstwa pigmentowa zawierająca liczne jedyńce szczawianu wapnia [Cb]; miękisz bielma i liścieni złożony z komórek zawierających ziarna aleuronu i krople oleju [D].



Ryc. 1220.-1. *Rysunek do badania B tożsamości sproszkowanej substancji roślinnej*

*owocu głogu*

1. Wysokosprawna chromatografia cienkowarstwowa (*2.8.25*).

*Roztwór badany*. Do 0,5 g sproszkowanej substancji roślinnej(355) (*2.9.12*) dodać 5,0 mL *metanolu OD*. Poddawać 15 min działaniu ultradźwięków, przesączyć lub odwirować i użyć przesączu lub nadsączu.

*Roztwór porównawczy (a)*. Rozpuścić 2,5 mg *hiperozydu OD* i 3,5 mg *trójwodnego rutozydu OD* w *metanolu OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 10,0 mL.

*Roztwór porównawczy (b)*. Uzupełnić 2,5 mL roztworu porównawczego (a) *metanolem OD* do 10,0 mL.

*Roztwór porównawczy (c)*. Rozpuścić 2,5 mg *hiperozydu OD* i 3 mg *kwasu chlorogenowego OD* w *metanolu OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 10 mL.

*Marker intensywności:* hiperozyd.

*Płytka:* *płytka TLC z żelem krzemionkowym F254 OD* (2–10 μm).

*Faza ruchoma:* *bezwodny kwas mrówkowy OD*, *woda OD*, *octan etylu OD* (10:10:80 *V/V/V*).

*Naniesienie:* 4 μL w postaci pasm 8 mm.

*Rozwijanie:* 70 mm od dolnej krawędzi płytki.

*Suszenie:* 5 min w strumieniu powietrza w temperaturze pokojowej.

*Detekcja:* ogrzewać płytkę 5 min w temp. 100–105℃; ciepłą płytkę poddać działaniu roztworu (10 g/L) *estru aminoetylowego kwasu difenyloborowego OD* w *metanolu OD*, następnie poddać działaniu roztworu (50 g/L) *makrogolu 400 OD* w *metanolu OD* lub alternatywnie zanurzyć ciepłą płytkę w roztworze (5 g/L) *estru aminoetylowego kwasu difenyloborowego OD* w *octanie etylu OD*, następnie w roztworze (50 g/L) *makrogolu 400 OD* w *chlorku metylenu OD*; pozostawić ok. 1 min do wysuszenia na powietrzu i obejrzeć w nadfiolecie przy 366 nm.

*Przydatność układu:* roztwór porównawczy (c):

* chromatogram wykazuje 2 wyraźne pasma w środkowej 1/3 części chromatogramu, które mogą łączyć się; dolne pasmo (kwas chlorogenowy) wykazuje jasnoniebieską fluorescencję, a górne pasmo (hiperozyd) wykazuje żółtą lub pomarańczową fluorescencję.

*Wyniki:* poniżej podano kolejność fluoryzujących pasm obecnych na chromatogramach roztworu porównawczego (a) i roztworu badanego. Ponadto, na chromatogramie roztworu badanego mogą być obecne inne słabe niebieskie, zielonawe, pomarańczowe lub żółte pasma fluoryzujące.

|  |  |
| --- | --- |
| **Górna część chromatogramu** | |
| \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  Hiperozyd: żółte lub pomarańczowe pasmo  \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  Rutozyd: żółte lub pomarańczowe pasmo | 1–2 niebieskie pasma, bardzo słabe do słabych  \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  Żółte lub pomarańczowe pasmo, bardzo słabe do słabego  Żółte lub pomarańczowe pasmo, słabe do równoważnego (hiperozyd)  Jasnoniebieskie pasmo, słabe (kwas chlorogenowy)  \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  Żółte lub pomarańczowe pasmo, bardzo słabe (rutozyd) |
| **Roztwór porównawczy (a)** | **Roztwór badany** |

BADANIA

**Zanieczyszczenia** (*2.8.2*): nie więcej niż 5% uszkodzonych owoców pozornych i nie więcej niż 2% innych zanieczyszczeń. Nie zawiera owoców pozornych innych gatunków rodzaju *Crataegus* (*C*. *nigra* Waldst. et Kit., *C. pentagyna* Waldst. et Kit. ex Willd. i *C. azarolus* L.), które charakteryzuje obecność więcej niż 3 pestek.

**Strata masy po suszeniu** (*2.2.32*): nie więcej niż 12,0%; po suszeniu 1,000 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (*2.9.12*) 2 h w suszarce w temp. 105℃.

**Popiół całkowity** (*2.4.16*): nie więcej niż 5,0%.

ZAWARTOŚĆ

Do 2,50 g sproszkowanej substancji roślinnej (355) (*2.9.12*) dodać 30 mL *etanolu (70% V/V) OD*. Ogrzewać pod chłodnicą zwrotną 30 min, przesączyć. Przemyć pozostałość 10,0 mL *etanolu (70% V/V) OD*. Dodać do przesączu 15,0 mL *kwasu solnego OD1* i 10,0 mL *wody OD*. Ogrzewać pod chłodnicą zwrotną 80 min. Pozostawić do ochłodzenia, przesączyć i przemywać pozostałość *etanolem (70% V/V) OD* dopóki przesącz będzie bezbarwny. Uzupełnić przesącz *etanolem (70% V/V) OD* do 250,0 mL. Odparować 50,0 mL tego roztworu w kolbie okrągłodennej do ok. 3 mL i przenieść do rozdzielacza. Przemyć kolbę okrągłodenną 10 mL, a następnie 5 mL *wody OD* i przenieść do rozdzielacza. Połączone roztwory wytrząsnąć 3 porcjami, każda po 15 mL *butanolu OD*. Połączyć warstwy organiczne i uzupełnić *butanolem OD* do 100,0 mL.

Zmierzyć absorbancję (*2.2.25*) roztworu przy 555 nm.

Obliczyć procentową zawartość procyjanidyn, w przeliczeniu na chlorek cyjanidyny, wg poniższego wzoru:

tj. przyjmując absorbancję właściwą dla chlorku cyjanidyny równą 1200.

*A* = absorbancja przy 555 nm;

*m* = masa badanej substancji roślinnej, w gramach.