Аниса обыкновенного плоды

ФС

Anisi vulgaris fructus

Взамен ГФ ХІ, вып. 2,ст. 30

Собранные зрелые и высушенные плоды культивируемого однолетнего травянистого растения аниса обыкновенного (бедренца анисового) — *Pimpinella anisum L.* (*Anisum vulgare Gaerth.*), семейство сельдерейные — *Apiaceae*.

ПОДЛИННОСТЬ

Внешние признаки. Цельное сырье. Плоды — вислоплодники, состоящие из двух не отделенных друг от друга полуплодиков (мерикарпиев), иногда распавшиеся, иногда с плодоножкой. Плоды яйцевидной или обратногрушевидной формы, с боков слегка сплюснутые, к основанию более широкие, к верхушке суженные. На верхушке имеются остатки пятизубчатой чашечки и вздутый надпестичный диск с двумя расходящимися столбиками. Поверхность плода шероховатая.



Рисунок 1 – Внешний вид плодов аниса.

Наружная сторона мерикарпия выпуклая, внутренняя — плоская. Каждый мерикарпий имеет пять слабо выступающих продольных ребрышек: три из них находятся на выпуклой стороне, два по бокам. В мерикарпии одно семя, сросшееся с околоплодником. Длина плодов 3-5 мм, ширина 2-3 мм. Цвет плодов желтовато-серый или коричневато-серый. Запах сильный, ароматный. Вкус водного извлечения сладковато-пряный.

Порошок. Смесь кусочков плодов различной формы проходящих сквозь сито с отверстиями диаметром 2 мм.

При рассмотрении порошка под лупой (10×) или стереомикроскопом (16×) должны быть видны целые половинки вислоплодников или сломанные кусочки плодов, покрытые волосками, в основном одноклеточными, иногда изогнутыми с тупой вершиной зеленовато-жёлтого, коричневато-серого цвета. Запах сильный, ароматный. Вкус водного извлечения сладковатопряный.

Микроскопические признаки. Цельное сырье. На поперечном срезе плода должен быть виден эпидермис (экзокарпий) околоплодника, имеющий многочисленные одно-, реже двух клеточные, слегка изогнутые бородавчатые волоски. В паренхиме мезокарпия проходят многочисленные (15-35 в одном мерикарпии) эфирномасличные канальцы и 5 мелких проводящих пучков (в ребрышках). Эндокарпий и семенная кожура плотно срослись и видны в виде желто-коричневого слоя деформированных клеток. Эндосперм состоит из многоугольных клеток, заполненных алейроновыми зернами, каплями жирного масла и мелкими друзами оксалата кальция.

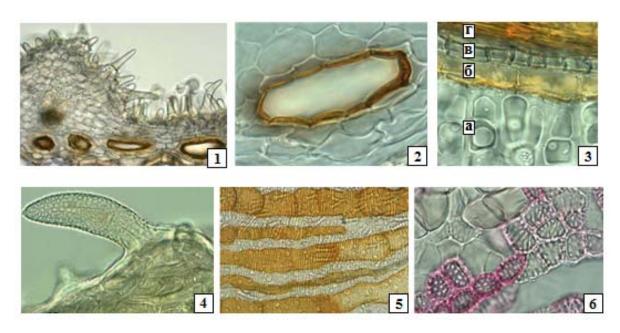


Рисунок 2 – Аниса плоды.

1 — поперечный разрез через ребро ($200\times$); 2 — эфиромасличные канальцы ($400\times$); 3 — поперечный срез аниса: а — эндосперм, б — кожура семени, в — эндокарпий, г — мезокарпий ($600\times$); 4 — экзокарпий (эпидерма с одноклеточными волосками с бородавчатой кутикулой) ($600\times$); 5 — эфиромасличные канальцы ($56\times$); 6 — склереиды мезокарпия ($280\times$).

Порошок. Фрагменты эпидермиса с одноклеточными волосками, покрытые бородавчатой кутикулой. Устьица аномоцитного типа, фрагменты с многочисленными узкими, ветвящимися эфиромасличными канальцами, фрагменты эндокарпия с толстостенными, удлиненными клетками; фрагменты семенной кожуры, состоящие из коричневых, многоугольных, тонкостенных клеток; фрагменты эндосперма, содержащего алейроновые зёрна и мелкие друзы оксалата кальция; квадратные или продолговатые склереиды перикарпия и склеренхиматических волокон карпофора и плодоножки, сосуды со спиральным или кольчатым утолщением.

Определение основных биологически активных веществ

Тонкослойная хроматография

Приготовление растворов.

Раствор стандартного образца (СО) судана III. Около 0,005 г СО судана III помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, доводят спиртом 96% до метки и перемешивают. Срок годности раствора не более 3 мес при хранении в прохладном, защищенном от света месте.

Раствор стандартного образца (СО) ментола. Около 0,01 г СО ментола помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, доводят спиртом 96% до метки и перемешивают. Срок годности раствора не более 3 месяцев при хранении в прохладном, защищенном отсвета месте.

Ванилина раствор. В колбе вместимостью 100 мл смешивают последовательно: 0,5 мг ванилина, 10,0 мл уксусной кислоты ледяной, 85,0 мл спирта 96% и 5,0 мл серной кислоты концентрированной. Срок годности раствора 30 суток при хранении в прохладном, защищенном от света месте.

1. Около 1,0 г сырья, измельченного до отсутствия цельных плодов, помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 100 мл, прибавляют 10,0 мл спирта 96% и кипятят с обратным холодильником на водяной бане в течение 20 минут. После охлаждения до комнатной температуры извлечение фильтруют через бумажный фильтр (испытуемый раствор).

На линию старта аналитической хроматографической пластинки со слоем силикогеля на полимерной подложке размером 10x10 см наносят 20,0 мкл испытуемого раствора в виде полос длиной 10 мм и шириной не более 3 мм и рядом по 5,0 мкл раствора СО судана III и раствора СО ментола.

Пластинку с нанесенными пробами сушат при комнатной температуре, помещают в камеру, предварительно насыщенную в течение 30 мин смесью растворителей толуол-этилацетат (95:5), и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт растворителей пройдет около 80 – 90% длины пластинки от линии старта, её вынимают из камеры и сушат до удаления следов растворителей. Пластинку обрабатывают ванилина раствором, выдерживают в сушильном шкафу при температуре 100 – 105° С в течение 2 – 3 мин после чего сразу же просматривают при дневном свете.

На хроматограмме раствора СО судана III должна обнаруживаться зона адсорбции синего или красновато-фиолетового цвета.

На хроматограмме раствора СО ментола – зона адсорбции сине-

фиолетового или сине-голубого цвета.

На хроматограмме испытуемого раствора должно обнаруживаться не менее 7 зон адсорбции (в порядке возрастания): голубого цвета, синего цвета на уровне зоны адсорбции раствора СО ментола, далее жёлтого, фиолетового цвета, розово-фиолетового цвета на уровне зоны адсорбции раствора СО судана III, выше фиолетового и сине- фиолетового цвета. Допускается обнаружение дополнительных зон адсорбции.

Газовая хроматография

Для анализа берут 1,0 мл испытуемого раствора (см. раздел «Тонкослойная хроматография»). Анализ проводится на газовом хроматомасс-спектрометре.

Условия хроматографирования

Колонка капиллярная HP-5MS, $30 \text{ м} \times 0.25 \text{ мм} \times 0.25$

MKM

Температура колонки, °С начальная 50° С, 2 минуты, подъем 10°

С/мин до 150 ° С, выдержка 0 мин,

подъем 15 ° С/мин до 280 ° С, выдержка

10 мин

Температура инжектора 280 ° С

Объем вводимой пробы, мкл 1,0

Режим анализа с делением потока (деление 20:1)

Температура интерфейса 280 ° С

Газ-носитель гелий

Расход газов, мл/мин 0,8

Сканирование по полному ионному току, диапазон масс

29 - 500, задержка на выход

растворителя 2,5мин.

Детектор МС-детектор

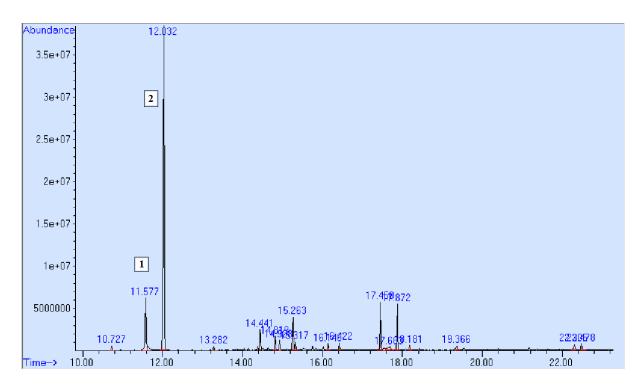


Рисунок 3. Хроматограмма спиртового извлечения плодов аниса (испытуемый раствор).

1 – анисовый альдегид (время выхода – 11,577); 2 – анетол (время выхода – 12,032)

Хроматографируют испытуемый раствор.

На хроматограмме должны преобладать пики анисового альдегида и анетола.

Относительные времена удерживания компонентов: анисовый альдегид – 1 (около 11,58 мин): анетол – около 1,05.

ИСПЫТАНИЯ

Влажность. Цельное сырье, порошок – не более 12 %.

Зола общая. Цельное сырье, порошок – не более 10 %.

Зола, нерастворимая в хлористоводородной кислоте. *Цельное сырье, порошок* – не более 2,5 %.

Измельченность сырья. Порошок: частиц, не проходящих сквозь сито с отверстиями размером 2 мм, – не более 5%; частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 0,18 мм, – не более 5%.

Посторонние примеси *Цельное сырье:* поврежденных, недоразвитых плодов и других частей аниса, – не более 5%;

Органическая примесь. Цельное сырьё, порошок — не более 2,0 %. **Минеральная примесь.** Цельное сырье, порошок — не более 1 %.

Тяжелые металлы. В соответствии с требованиями ОФС «Определение содержания тяжелых металлов и мышьяка в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах».

Радионуклиды. В соответствии с требованиями ОФС «Определение содержания радионуклидов в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах».

Остаточные количества пестицидов. В соответствии с требованиями ОФС «Определение содержания остаточных пестицидов в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах».

Микробиологическая чистота. В соответствии с требованиями ОФС «Микробиологическая чистота».

Количественное определение. *Цельное сырьё, порошок:* эфирного масла – не менее 1,5%;

Определение эфирного масла проводят в соответствии с требованиями ОФС «Определение содержания эфирного масла в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах» (метод 1 или 2, из 10,0 г сырья, измельченного до размера частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 1 мм, время перегонки 2 ч.)

Упаковка, маркировка и транспортирование. В соответствии с требованиями ОФС «Упаковка, маркировка и транспортирование лекарственного растительного сырья и лекарственных растительных препаратов».

Хранение. В соответствии с требованиями ОФС «Хранение лекарственного растительного сырья и лекарственных растительных препаратов».