

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**ПОБЕГИ АНАБАЗИСА БЕЗЛИСТНОГО****ГОСТ****Технические условия****2566—79**Shoots of anabasis leafless,
Specification**Взамен****ГОСТ 2566—70****ОКП 97 3540**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 мая 1979 г. № 1817 срок введения установлен

с 01.05.80

Постановлением Госстандарта СССР от 23.06.89 № 1945 срок действия продлен
до 01.05.95

Настоящий стандарт распространяется на высушенные однолетние побеги анабазиса безлистного — ANABASIS APHYLLA L. семейства маревых — CHENOPODIACEAE, используемые в качестве лекарственно-технического сырья.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Побеги анабазиса должны быть собраны в период от отрастания побегов до появления крыловидных выростов у плодов.

1.2. По показателям качества высушенные побеги анабазиса должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. I.

Таблица 1

| Наименование показателя | Характеристика и норма для сырья |
|---|---|
| Внешний вид | Кусочки побегов длиной до 50 мм, большей частью распавшиеся на чешуи, неодревесневшие, жесткие, неопущенные, цилиндрические, с неразвитыми тупыми листочками, едва выступающими в виде двух треугольных, сросшихся в короткое влагалище чешуй |
| Цвет | От серовато-зеленого до желтоватого |
| Запах | Слабый, своеобразный |
| Вкус | Не определяют (все части растения ядовиты) |
| Влажность, %, не более | 12,0 |
| Массовая доля анабазина, %, не менее | 1,4 |
| Массовая доля бурых и одревесневших кусочков многолетних стеблей анабазиса, %, не более | 10,0 |
| Массовая доля членников с галловыми образованиями и отдельных галл, %, не более | 2,0 |
| Массовая доля плодов с крыльями, %, не более | 1,0 |
| Массовая доля посторонних примесей, %, не более: | |
| органической (части других неядовитых растений) | 3,0 |
| минеральной (земля, песок, камешки) | 1,0 |
| Наличие частей ядовитых растений, помета грызунов и птиц | Не допускается |
| Наличие плесени и гнили | То же |
| Наличие устойчивого постороннего запаха, не исчезающего при проветривании | * |

1.3. Анатомическое строение побегов анабазиса (см. чертеж) должно соответствовать следующему описанию.

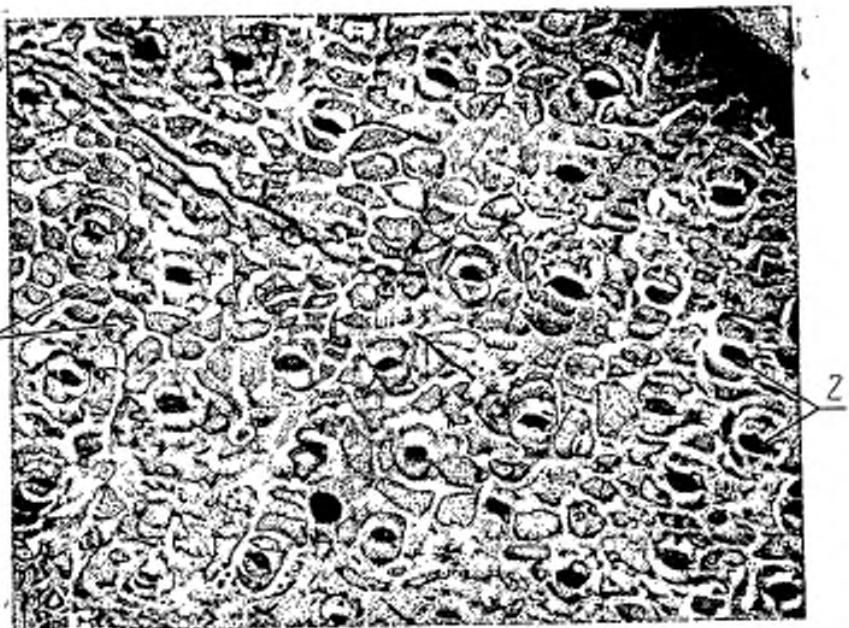
При рассмотрении побега анабазиса под микроскопом с поверхности виден эпидермис, клетки которого многоугольные с неравномерно сильно утолщенными стенками, сверху покрыты кутикулой. Устьица многочисленные, погруженные, с широко раскрытоей устьичной щелью и большой подустыничной воздухоносной полостью. Устьица ориентированы в одном направлении перпендикулярно длине оси побегов. В паренхиме встречаются друзы оксалата кальция.

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 24027.0—80 со следующим дополнением: определение массовой доли анабазина проводят потребитель.

В документе о качестве указывается месяц и год заготовки побегов анабазиса.

Анатомическое строение побега анабазиса под микроскопом
(увеличение 280×)



1 — клетки эпидермиса; 2 — устьица

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Отбор проб и методы испытаний — по ГОСТ 24027.0-80 — ГОСТ 24027.2-80 со следующим дополнением.

3.2. Определение содержания анабазина

3.2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения анализа применяют:

электромельницу;

шкаф сушильный лабораторный по ГОСТ 22524—77;

весы аналитические;
 баню водяную;
 сито по ТУ 23.2.2068—89;
 бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026—76;
 вату медицинскую гигроскопическую по ГОСТ 5556—81;
 бумагу индикаторную конго;
 воронки химические конусообразные для фильтрования по
 ГОСТ 25336—82;
 пробирки стеклянные вместимостью 20 мл по ГОСТ 25336—82;
 пипетки вместимостью 25 и 50 мл по ГОСТ 20292—74;
 микробюретки по ГОСТ 20292—74;
 колбы плоскодонные вместимостью 150 и 250—500 см³ по ГОСТ
 25336—82;
 воронку Бюхнера диаметром 6 см по ГОСТ 25336—82;
 колбу Бунзена вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336—82;
 колбы мерные вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;
 колбу для вакуумной отгонки по ГОСТ 25336—82;
 колбы плоскодонные с притертой пробкой вместимостью
 200—250 см³ по ГОСТ 25336—82;
 делительную воронку вместимостью 250 см³ по ГОСТ 8613—75;
 стакан химический вместимостью 100—150 см³ по ГОСТ
 25336—82;
 палочки стеклянные;
 этил хлористый технический (дихлорэтан) по ГОСТ 2769—92;
 натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77;
 натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76;
 кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
 метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфо-
 кислый натрий);
 кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;
 кислоту кремневольфрамовую;
 ртуть хлорную (суллему);
 калий йодистый по ГОСТ 4232—74;
 анабазина гидрохлорид;
 воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;
 тетрайодмеркурият калия.

3.2.2. Подготовка к анализу

3.2.2.1. Приготовление раствора комплексной соли тетрайод- меркуриата калия K₂HgI₄

Соль готовят непосредственно перед употреблением.

К 40 см³ 6 %-ного раствора хлорной ртути (суллемы) добавляют эквивалентное количество — 25 см³ 10 %-ного раствора йодида калия, избегая избытка, и интенсивно перемешивают. При сильном перемешивании осадок двойистой ртути быстро выпадает на дно. Прозрачный раствор образовавшегося хлорида калия слива-

ют с осадка, по возможности полностью, и свежеприготовленный осадок частично растворяют в 10—15 см³ 10 %-ного раствора йодида калия.

3.2.2.2. Приготовление 0,01 М раствора кремневольфрамовой кислоты

33 г кремневольфрамовой кислоты, взвешенной с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 300 см³ дистиллированной воды и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Фильтр промывают дистиллированной водой и объем жидкости в колбе доводят дистиллированной водой до метки.

Титр полученного раствора кремневольфрамовой кислоты устанавливают по 0,01 М раствору анабазина гидрохлорида.

3.2.2.3. Приготовление 0,01 М раствора анабазина гидрохлорида

1,9861 г анабазина гидрохлорида в пересчете на 100 %-ный анабазин гидрохлорид, взвешенного с погрешностью 0,0002 г, растворяют в 0,1 н. растворе соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и объем жидкости доводят до метки тем же раствором кислоты.

Для установления титра 0,01 М раствора кремневольфрамовой кислоты берут в пробирки по 5 см³ вышеописанного 0,01 М раствора анабазина гидрохлорида и титруют, как указано в п. 3.2.3.

3.2.3. Проведение анализа

12 г сырья, измельченного и просеянного сквозь сито с отверстиями размером 0,5 мм, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, помещают в плоскодонную колбу с притертой пробкой вместимостью 200—250 см³, приливают 150 см³ дихлорэтана и 10 см³ 25 %-ного раствора едкого натра и встряхивают смесь в течение 3 мин. Смесь настаивается в течение суток и встряхивается 3—4 раза по 3 мин. Смесь фильтруют через вату, после чего фильтрат сушат свежеприготовленным безводным сульфатом натрия в течение 15—20 мин и вновь фильтруют через вату в колбу вместимостью 200 см³. 100 см³ фильтрата переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ 0,2 н. раствора серной кислоты и встряхивают в течение 10 мин. Раствор должен быть кислым — пробы на бумагу конго. После полного разделения слоев жидкостей сернокислый раствор алкалоидов — верхний слой — фильтруют через бумажный складчатый фильтр в сухую колбу вместимостью 150 см³. 25 см³ профильтрованного раствора переносят пипеткой в стакан вместимостью 100 см³ и нейтрализуют 1,0 н. раствором едкого натра, используя индикатор метиловый оранжевый, затем добавляют в избыток 1 см³ того же раствора едкого натра. К полученному раствору, помешивая стеклянной палочкой, прибавляют приготовленный раствор комплексной соли тетрайодомеркуриата калия K₂HgI₄ вместе с нерастворившимся осадком

двойодистой ртути HgI_2 и для полноты осаждения анабазина раствор с выпавшим осадком оставляют на 10—15 ч, периодически перемешивая жидкость в течение первых 3 ч.

После отстаивания осадок количественно отфильтровывают через двойной бумажный фильтр, готовя верхний фильтр в виде стаканчика, на воронке Бюхнера, вначале смывают осадок фильтратом, а затем дистиллированной водой (30—50 см³) порциями по 10 мл, проверяя полноту промывки 0,1 н. раствором соляной кислоты. Фильтрат не должен мутнеть при подкислении. Отфильтрованный осадок отжимают между листами фильтровальной бумаги и переносят в колбу вместимостью 200—250 см³ с притерой пробкой. Затем прибавляют 100 см³ 0,1 н. раствора соляной кислоты и сильно встряхивают в течение 30 мин. После этого раствора отфильтровывают через бумажный фильтр в колбу вместимостью 100 см³ и в фильтрате определяют содержимое анабазина титрованием 0,01 М раствором кремневольфрамовой кислоты из микробюретки.

Титрование проводят следующим образом: в пробирку с 5 м полученного фильтрата приливают из микробюретки определенное количество, например 0,6 см³, титрованного 0,01 М раствора кремневольфрамовой кислоты. После выпадения осадка пробирку энергично встряхивают и помещают на минуту в горячую воду, температура которой 60—70 °C, затем охлаждают холодной водой и фильтруют в чистую пробирку до полной прозрачности. Фильтрат разливают поровну в две пробирки, в одну из которых прибавляют каплю кремневольфрамовой кислоты, а в другую — каплю эквивалентного ей 0,01 М раствора анабазина гидрохлорида. По наличию мути в той или другой пробирке судят о недостатке или избытке взятой на осаждение кремневольфрамовой кислоты. Например, в случае недостатка кислоты, когда фильтрат дает сильное помутнение с кислотой, проводят осаждение анабазина в другой пробирке с заведомым избытком раствора кремневольфрамовой кислоты, например 1,2 см³, в точности повторяя весь процесс титрования.

В зависимости от содержания анабазина в анализируемом сырье на титрование расходуется обычно от 0,6 до 1,2 см³ кремневольфрамовой кислоты. Таким образом, служат интервал между недостаточным и избыточным количеством кислоты, находят точку эквивалентности с точностью до 0,01 см³, где количество израсходованной кремневольфрамовой кислоты будет точно соответствовать количеству анабазина, находящегося в 5 см³ испытуемого раствора. В точке эквивалентности пробы фильтрата после удаления осажденного анабазина должны давать одинаковой интенсивности помутнения как от одной капли кремневольфрамовой кислоты, так и от одной капли раствора анабазина гидрохлорида. Пример записи результатов титрования приведен в табл. 2.

Таблица 2

| Количество 0,01 М раствора кремневольфрамовой кислоты, прибавленного к 5 см ³ испытуемого раствора анабазина гидрохлорида, см ³ | Реакция при прибавлении к фильтрату капли раствора кремневольфрамовой кислоты | Реакция при прибавлении к фильтрату капли раствора анабазина гидрохлорида |
|---|---|---|
| 0,6 | +++ | - |
| 1,2 | - | ++++ |
| 0,9 | -- | +++ |
| 0,72 | ++ | - |
| 0,76 | - | ++ |
| 0,74 | + | + |

Примечание. Образование осадка обозначают «+++»; сильное помутнение — «++»; слабое — «+»; очень слабое — «+»; отсутствие помутнения «—».

В приведенном примере на 5 см³ раствора анабазина гидрохлорида израсходовано 0,74 см³ 0,01 М раствора кремневольфрамовой кислоты.

3.2.4. Обработка результатов

Массовую долю анабазина (X) в процентах в пересчете на абсолютно сухое сырье вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,00324 \cdot 150 \cdot 50 \cdot 100 \cdot 100}{10 \cdot 5 \cdot 100 \cdot 25(100 - W)} = \frac{V \cdot 1,944 \cdot 100}{100 - W},$$

где V — количество 0,01 М раствора кремневольфрамовой кислоты, израсходованной на титрование 5 см³ раствора анабазина гидрохлорида, см³;

W — потеря в массе при высушивании сырья, %;

0,00324 — количество основания анабазина, соответствующее 1 см³ 0,01 М раствора кремневольфрамовой кислоты, г.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Побеги анабазиса упаковывают по ГОСТ 6077—80 со следующим дополнением: побеги упаковывают в мешки по ГОСТ 18225—72 или ГОСТ 19317—73 массой нетто не более 30 кг и в тюки из ткани по ГОСТ 5530—81 массой нетто не более 50 кг.

4.2. Маркировка сырья анабазиса — по ГОСТ 6077—80, маркировка транспортной тары — по ГОСТ 14192—77.

4.3. Транспортирование и хранение сырья — по ГОСТ 6077—80.

5. ГАРАНТИИ ПОСТАВЩИКА

5.1. Поставщик гарантирует соответствие качества побегов анабазиса требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения сырья анабазиса — 2 года с момента заготовки.