**Валерианы экстракт густой ФС**

**Valerianae extractum spissum Взамен ФС 42-3685-98**

Валерианы экстракт густой, получаемый из корневищ с корнями валерианы лекарственной – *Valerianae officinalis*  *L.s.l*. сем. валериановых – *Valerianaceae* (ФС.2.5.0009.15),экстракцией спиртом 40 %при соотношении сырье : экстракт густой (3-5 : 1),применяемый для производства лекарственных препаратов.

**Описание**. Густая масса темно-коричневого цвета с характерным запахом.

**Подлинность**.

***1. Тонкослойная хроматография.***

*Приготовление растворов*.

*Раствор стандартного образца (СО) валереновой кислоты*. 5 мг СО валереновой кислоты растворяют в 10 мл метанола и перемешивают. Срок годности раствора 30 сут.

В колбу с притертой пробкой вместимостью 25 мл помещают 0,5 г экстракта и взбалтывают с 10 мл спирта 70 %, полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр (испытуемый раствор).

На линию старта аналитической хроматографической пластинки со слоем силикагеля на полимерной или алюминиевой подложке размером 15 × 15 см наносят в виде полосы 0,01 мл (10 мкл) испытуемого раствора и

5 мкл раствора СО валереновой кислоты. Пластинку с нанесенными пробами помещают в камеру, предварительно насыщенную в течение не менее 30 мин смесью растворителей ацетон – гексан (1 : 2), и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт растворителей пройдет около 80 – 90 % длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей, обрабатывают ванилина раствором в серной кислоте, выдерживают при температуре 80 °С в течение 3-5 мин и просматривают при дневном свете.

На хроматограмме раствора СОвалереновой кислоты должна обнаруживаться зона адсорбции фиолетового цвета в средней трети.

На хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться доминирующая зона адсорбции фиолетового цвета на уровне зоны адсорбции раствора СО валереновой кислоты в форме «шапочки»; допускается обнаружение других зон адсорбции, среди которых могут обнаруживаться зоны адсорбции коричневого цвета.

2. В колбу с притертой пробкой вместимостью 25 мл помещают 0,3 г субстанции, растворяют в 10 мл спирта 40 % и интенсивно перемешивают. Полученный раствор наносят на хроматографическую колонку диаметром 5 мм, заполненную 10 г алюминия оксида нейтрального. 1 мл полученного элюата упаривают на водяной бане при температуре 70 - 80 °С досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл гидроксиламина щелочного раствора 5 % и оставляют на 5 мин. Затем к раствору прибавляют 2 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты и 1 мл железа(III) хлорида раствора 1 % в хлористоводородной кислоте 0,1 М; должно наблюдаться красно-коричневое окрашивание (сложные эфиры карбоновых кислот).

**Потеря в массе при высушивании.** Не менее25 %. В соответствии с требованиями ОФС «Потеря в массе при высушивании».

**Тяжелые металлы.** Не более 0,01 %. В соответствии с требованиями ОФС «Экстракты».

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

**Количественное определение.** Содержание суммы сложных эфиров карбоновых кислот в пересчёте на валереновую кислоту должно быть не менее 1,8 %.

*Приготовление растворов*.

*Железа(III) хлорида раствор 1 % в 0,1 М растворе хлористоводородной кислоты.* 1,0 г железа(III) хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 90 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты, доводят объем раствора той же кислотой до метки и перемешивают.

Срок годности раствора 6 месяцев.

В делительную воронку вместимостью 50 мл помещают 0,3 г (точная навеска) субстанции, прибавляют 10 мл воды, 10 мл смеси хлороформ-спирт 95 % (5 : 1) и взбалтывают в течение 2 мин. После разделения смеси, хлороформное извлечение фильтруют через бумажный фильтр, содержащий 3 г натрия сульфата безводного, предварительно смоченный смесью хлороформ-спирт 95 % (5 : 1), в фарфоровую чашку. Извлечение повторяют ещё 2 раза, используя каждый раз по 10 мл смеси хлороформ-спирт 95 % (5 : 1), фильтрую через тот же фильтр в ту же фарфоровую чашку. Фильтр промывают 10 мл смеси хлороформ-спирт 95 % (5 : 1). Объединённые извлечения выпаривают на водяной бане при температуре 70 – 80 °С досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл гидроксиламина щелочного раствора 5 % и оставляют на 20 мин при комнатной температуре, затем прибавляют 10 мл железа(III) хлорида раствора 1 % в хлористоводородной кислоте 0,1 М, перемешивают и фильтруют, отбрасывая первые 5 - 7 мл фильтрата (испытуемый раствор).

Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора с помощью спектрофотометра при длине волны 512 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм относительно раствора сравнения.

В качестве раствора сравнения используют смесь из 5 мл гидроксиламина щелочного раствора 5 % и 10 мл железа(III) хлорида раствора 1 % в

0,1 М растворе хлористоводородной кислоты.

Содержание суммы сложных эфиров карбоновых кислот в пересчёте на валереновую кислоту в процентах (Х) в пересчёте на абсолютно сухую субстанцию вычисляют по формуле:

,

где А - оптическая плотность испытуемого раствора;

$А\_{ 1см}^{1\%}$ - удельный показатель поглощения продукта реакции валереновой кислоты с гидроксиламином щелочным раствором и железа(III) хлоридом при 512 нм, равный 10,5;

а - навеска субстанции, г;

W – потеря в массе при высушивании, %.

**Хранение.** В защищенном от света месте при температуре от 8 до

15 °С.