**Подорожника большого сок ФС**

***Plantaginis majoris succus* Взамен BФС 42-1311-83**

Подорожника большого сок, получаемый из собранных в фазу бутонизации и начала цветения свежих листьев культивируемого многолетнего травянистого растения подорожника большого – *Plantago major* L., сем. подорожниковых – *Plantaginaceae*,применяемый в качестве лекарственного препарата.

Содержание суммы восстанавливающих моносахаридов в пересчете на глюкозу должно быть не менее 0,05 %.

Для получения препарата необходимо:

|  |  |
| --- | --- |
| Подорожника большого листьев свежих | - достаточное количество для полу- чения 77 мл сока  |
| спирта этилового 95 % | - достаточное количество для полу- чения 100 мл препарата |

**Описание**. Жидкость от коричневого до темно-коричневого цвета с характерным запахом. При хранении допускается выпадение осадка.

**Подлинность**.

1. ***Тонкослойная хроматография***

*Приготовление растворов.*

*Раствор стандартного образца (СО) рамнозы.* 0,02 г СО рамнозы, растворяют в 3 мл воды, доводят объем раствора спиртом 70 % до 10 мл и перемешивают.

Срок годности раствора 30 сут.

*Раствор стандартного образца (СО) ксилозы.* 0,02 г СО ксилозы растворяют в 3 мл воды, доводят объем раствора спиртом 70 % до 10 мл и перемешивают.

Срок годности раствора 30 сут.

*Раствор стандартного образца (СО) арабинозы.* 0,02 г СО арабинозы растворяют в 3 мл воды, доводят объем раствора спиртом 70 % до 10 мл и перемешивают.

Срок годности раствора 30 сут.

*Раствор стандартного образца (СО) глюкозы.* 0,02 г СО глюкозы растворяют в 3 мл воды, доводят объем раствора спиртом 70 % до 10 мл и перемешивают.

Срок годности раствора 30 сут.

*Раствор стандартного образца (СО) галактозы.* 0,02 г галактозы растворяют в 3 мл воды, доводят объем раствора спиртом 70 % до 10 мл и перемешивают.

Срок годности раствора 30 сут.

5 мл испытуемого препарата помещают в колбу и упаривают на кипящей водяной бане досуха. Сухой остаток смешивают с 3 мл спирта 96 % и фильтруют через бумажный фильтр (испытуемый раствор).

На линию старта хроматографической пластинки со слоем силикагеля на полимерной или алюминиевой подложке размером 10 × 15 см наносят в виде полосы длиной 10 мм и шириной не более 2 мм 10 мкл (0,01 мл) испытуемого препарата и рядом по 5 мкл (0,005 мл) точечно каждого из растворов СО в следующей последовательности: раствор СО рамнозы, раствор СО ксилозы, раствор СО арабинозы, раствор СО глюкозы, раствор СО галактозы. Пластинку с нанесенными пробами высушивают на воздухе в течение 30 мин, помещают в камеру, предварительно насыщенную в течение не менее 1 ч, со смесью растворителей этилацетат - 2-пропанол - муравьиная кислота (10:7:3), 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, опрыскивают свежеприготовленной смесью карбазола раствор 0,5 % : серная кислота концентрированная (1:1), выдерживают при температуре (100-105) °С в течение 5 мин и просматривают при дневном свете.

На хроматограмме растворов СО рамнозы и СО ксилозы на светло-голубом фоне должны обнаруживаться зоны адсорбции от розовато-голубого до розовато-фиолетового цвета. На хроматограммах растворов СО арабинозы, СО глюкозы и СО галактозы на светло-голубом фоне должны обнаруживаться зоны адсорбции светло-розового цвета.

На хроматограмме испытуемого препарата на светло-голубом фоне должны обнаруживаться две выраженные зоны адсорбции от розовато-голубого до розовато-фиолетового цвета на уровне зон адсорбции СО рамнозы и СО ксилозы и зоны адсорбции светло-розового цвета на уровне зон адсорбции СО арабинозы, СО глюкозы и СО галактозы; допускается обнаружение других зон адсорбции.

 К 10 мл испытуемого препарата прибавляют 40 мл спирта 96 %, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин; должно наблюдаться образование осадка (полисахариды).

К 5 мл испытуемого препарата прибавляют 5 мл медно-тартратного реактива, нагревают до кипения, затем выдерживают в течение 30 мин; должно наблюдаться образование осадка от красного до красно-коричневого цвета (восстанавливающие сахара).

**pH.** От 4,5 до 5,5. В соответствии с требованиями ОФС «Соки».

**Спирт этиловый.** Не менее21,0 %. В соответствии с требованиями ОФС «Определение спирта этилового в лекарственных средствах».

**Метанол и 2-пропанол\*.** Не более 0,05 % метанола и не более 0,05 %

2-пропанола. В соответствии с требованиями ОФС «Определение метанола и 2-пропанола» (контролируется в процессе технологии получения).

**Железо.** Не более 0,01 %. В соответствии с требованиями ОФС «Железо», (Определение железа в растворах лекарственных средств, метод 1).

15 мл испытуемого препарата выпаривают досуха, сухой остаток сжигают и прокаливают на песчаной бане при температуре около 300 °С в течение 2 ч. Прокаленный остаток растворяют в 1 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, доводят объем раствора водой до 20 мл и фильтруют через бумажный фильтр. Для определения используют 10 мл полученного фильтрата.

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

**Сухой остаток.** Не менее 4,2 %. В соответствии с требованиями ОФС «Соки».

**Объем (масса) содержимого упаковки** В соответствии с требованиями ОФС «Соки».

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

**Количественное определение. Сумма восстанавливающих моносахаридов в пересчете на глюкозу**.

*Приготовление растворов.*

*Раствор стандартного образца (СО) глюкозы.* Около 0,1 г (точная навеска) СО глюкозы, предварительно высушенной при температуре (100-105) °С в течение 5 ч, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 60 мл воды, затем доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 10,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор А).

Раствор используют свежеприготовленным.

2,0 мл раствора А СО глюкозы помещают в плоскодонную колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 1,0 мл пикриновой кислоты раствора 1 %, 3,0 мл натрия карбоната раствора 20 % и перемешивают. Колбу нагревают в течение 10 мин на водяной бане, затем охлаждают до комнатной температуры. Содержимое конической колбы переносят количественно с помощью воды в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят объем водой до метки и перемешивают (раствор Б).

Раствор используют свежеприготовленным.

*Раствор сравнения.* 2,0 мл водыпомещают в плоскодонную колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 1,0 мл пикриновой кислоты раствора 1 %, 3,0 мл натрия карбоната раствора 20 % и перемешивают. Колбу нагревают в течение 10 мин на водяной бане, затем охлаждают до комнатной температуры. Содержимое конической колбы переносят количественно с помощью воды в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10,0 мл испытуемого препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 40,0 мл спирта 96 %, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин. Затем снова перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента». Фильтр промывают спиртом 96 %, затем ацетоном, порциями по 10 мл, после чего фильтрат отбрасывают.

Воронку с осадком на фильтре переносят в коническую колбу со шлифом вместимостью 100 мл. Фильтр промывают 40 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 % порциями, растворяя осадок. Колбу с фильтратом нагревают на водяной бане с обратным холодильником в течение 2 ч.

Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, переносят в стакан вместимостью 100 мл и нейтрализуют последовательно по каплям натрия гидроксида раствором 40 % до рН около 3 и затем натрия гидроксида раствором 10 % до рН около 6.

Полученный раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 мл через фильтр «синяя лента», доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор А испытуемого раствор).

2,0 мл раствора А испытуемого раствора помещают в плоскодонную колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 1,0 мл пикриновой кислоты раствора 1 %, 3,0 мл натрия карбоната раствора 20 % и перемешивают. Колбу нагревают в течение 10 мин на водяной бане, затем охлаждают до комнатной температуры. Содержимое конической колбы переносят количественно с помощью воды в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор Б испытуемого раствора).

Измеряют оптическую плотность раствора Б испытуемого раствора на спектрофотометре при длине волны 460 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм относительно раствора сравнения.

Параллельно в тех же условиях измеряют оптическую плотность раствора Б СО глюкозы относительно раствора сравнения.

Содержание суммы восстанавливающих моносахаридов в пересчете на глюкозу в процентах (*Х*) вычисляют по формуле:

$$Х= \frac{А∙100∙25∙аₒ∙10∙2∙Р}{Аₒ∙10∙2∙100∙25∙25 }=\frac{А∙аₒ∙Р}{Аₒ∙25}$$

где:

 $А $–  оптическая плотность раствора Б испытуемого раствора;

$Аₒ$–  оптическая плотность раствора Б СО глюкозы;

$аₒ$–  навеска СО глюкозы, г;

Р – содержание основного вещества в СО глюкозы, %.

**Хранение.** В защищенном от света месте при температуре от 8 до 15 °С.