|  |  |
| --- | --- |
| Диоскореи ниппонской корневищ с корнями экстракт сухой | ФС |
| ***Dioscoreae nipponicae rhizomatum*** ***cum radicibus extractum siccum*** | Взамен ФС 42-2189-91 |

Настоящая фармакопейная статья распространяется на Диоскореи ниппонской корневищ с корнями экстракт сухой, получаемый из корневищ с корнями многолетнего дикорастущего или культивируемого травянистого растения диоскореи ниппонской - *Dioscorea nipponica* Makino, семейства диоскорейных - *Dioscoreaceae,* с помощью подходящего растворителя, и применяемый для производства лекарственных препаратов.

Содержит сумму фуростаноловых агликонов в пересчете на диосгенин и абсолютно сухую субстанцию не менее 1 %.

**Описание**. Аморфный порошок от светло-коричневого с желтоватым оттенком до коричневого цвета, допускаются включения темно-коричневого цвета. Запах характерный.

\*Гигроскопичен. Комкуется при хранении.

**Подлинность**.

***Тонкослойная хроматография***

На линию старта хроматографической пластинки со слоем силикагеля, предварительно выдержанной в течение 1 ч при температуре 100-105 °С, наносят 10 мкл испытуемого раствора Б и 10 мкл раствора СО диосгенина, приготовленных в разделе «Количественное определение». Пластинку с нанесенными пробами помещают в камеру, предварительно насыщенную в течение не менее 1 ч системой растворителей спирт 96 % – хлороформ – этилацетат (5:4:1), 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 серной кислотой концентрированной и просматривают при дневном свете.

На хроматограмме раствора СО диосгенина должна обнаруживаться зона адсорбции от желтого до желто-оранжевого цвета.

На хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться зона адсорбции от желтого до желто-оранжевого цвета на уровне зоны адсорбции СО диосгенина; допускается обнаружение других зон адсорбции (стероидные сапонины).

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 5,0 %. В соответствии с тре­бованиями ОФС «Потеря в массе при высушивании» (способ 1 из навески субстанции 0,5 г).

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

**Сульфатная зола.** Не более 6,0 %. В соответствии с тре­бованиями ОФС «Сульфатная зола» (навеска субстанции 1,0 г).

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

**Количественное определение.**

*Приготовление растворов*

*Раствор стандартного образца (СО) диосгенина.* Около 0,02 г (точная навеска) СО диосгенина помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, растворяют в 10 мл спирта 96 %, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают (раствор А СО диосгенина).

Срок годности раствора не более 1 мес при хранении в прохладном, защищенном от света месте.

0,5 мл раствора А СО диосгенина помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, осторожно прибавляют 10 мл серной кислоты концентрированной и перемешивают. После охлаждения до комнатной температуры объем раствора доводят серной кислотой концентрированной до метки и перемешивают (раствор Б СО диосгенина).

Раствор используют свежеприготовленным.

*Колонка с полиамидом-6.* 3 г полиамида-6 помещают в стакан вместимостью 25 мл, прибавляют 20 мл хлороформа, перемешивают и переносят с помощью воронки в стеклянную колонку длиной 25 см и диаметром 15 мм, в нижней части которой помещают небольшой ватный тампон, предварительно смоченный хлороформом. Колонку промывают 5 мл хлороформа.

Около 1,0 г (точная навеска) субстанции помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 250 мл, прибавляют 50 мл серной кислоты разведённой 9,8 % и нагревают в водяной бане с обратным холодильником в течение 3 ч. Не прекращая нагревание, в колбу через холодильник прибавляют 10 мл хлороформа и нагревают в течение 10 мин. Затем колбу с холодильником вынимают из водяной бани и охлаждают до комнатной температуры. Содержимое колбы количественно с помощью 5 мл хлороформа переносят в делительную воронку вместимостью 200 мл. После разделения фаз хлороформное извлечение сливают в сухую коническую колбу, водную фазу экстрагируют хлороформом еще 3 раза порциями по 10 мл, каждый раз встряхивая в течение 2 мин. Объединенные хлороформные извлечения фильтруют через бумажный фильтр, содержащий 2 г натрия сульфата безводного, предварительно смоченный хлороформом. Колбу и фильтр ополаскивают 3 мл хлороформа, который присоединяют к основному фильтрату. Полученный раствор наносят на колонку с полиамидом-6 и элюируют хлороформом со скоростью 3 мл/мин в мерную колбу вместимостью 100 мл. Элюирование продолжают до заполнения номинального объема мерной колбы (испытуемый раствор А).

50,0 мл испытуемого раствора А помещают в сухую круглодонную колбу вместимостью 100 мл и упаривают на водяной бане под вакуумом при температуре не выше 60 °С до полного удаления растворителя. Полученный остаток растворяют в 5 мл спирта 96 % и переносят в мерную колбу вместимостью 10 мл. Колбу ополаскивают 3 мл спирта 96 % и присоединяют к основному раствору, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают (испытуемый раствор Б).

0,5 мл испытуемого раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, осторожно прибавляют 10 мл серной кислоты концентрированной и перемешивают. После охлаждения до комнатной температуры объем полученного раствора доводят серной кислотой концентрированной до метки и перемешивают (испытуемый раствор В).

Оптическую плотность испытуемого раствора В измеряют на спектрофотометре при длине волны 410 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Параллельно в аналогичных условиях измеряют оптическую плотность раствора Б СО диосгенина.

В качестве раствора сравнения используют серную кислоту концентрированную.

 Содержание суммы фуростаноловых агликонов в пересчете на диосгенин и абсолютно сухую субстанцию в процентах (Х) вычисляют по формуле:

$$Х=\frac{A∙aₒ∙100∙10∙25∙0,5∙100∙100∙P}{Aₒ∙a∙50∙0,5∙25∙25∙100∙(100-W)}=\frac{A∙aₒ∙80∙P}{Aₒ∙a∙(100-W)}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *А* | − | оптическая плотность испытуемого раствора В; |
|  | *Аₒ* | − | оптическая плотность раствора Б СО диосгенин; |
|  | *а* | − | навеска субстанции, г; |
|  | *аₒ* | − | навеска СО диосгенин, г; |
|  | *P* | − | содержание основного вещества в СО диосгенин, %; |
|  | *W* | − | потеря в массе при высушивании субстанции, %. |

**Хранение**. В соответствии с ОФС «Хранение лекарственных средств».