**МИНИСТЕРСТВО**

|  |  |
| --- | --- |
| **Диоскореи ниппонской** **корневища с корнями** | **ФС** |
| ***Dioscoreae nipponicae***  ***rhizomata cum radicibus*** | **Взамен ФС 42-1521-80** |

**АРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

Собранные в течение всего вегетационного периода (начиная с конца апреля и до конца ноября), тщательно очищенные от земли, освобожденные от остатков стеблей, разрезанные на куски и высушенные корневища с корнями многолетнего дикорастущего или культивируемого травянистого растения диоскореи ниппонской - *Dioscorea nipponica* Makino, семейства диоскорейных - *Dioscoreaceae.*

ПОДЛИННОСТЬ

***Внешние признаки.*** *Цельное сырье*. Куски корневищ длиной до 30 см и толщиной до 2 см, простые, цилиндрические, внутри сплошные, слегка изогнутые или перекрученные. Поверхность, слабо продольно-морщинистая, с четко видными остатками отмерших стеблей, покрыта тонким слоем пробки, которая обычно легко отслаивается. От корневищ отходят немногочисленные упругие тонкие корни длиной до 40 см и толщиной около 1 мм. Излом корневищ ровный, белого и светло-желтого цвета. Корневища и корни светло-коричневые или желтоватые, после отслаивания пробки желтоватые.

Запах слабый, характерный.

*Измельченное сырье.* Смесь кусочков корневищ и корней различной формы, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 7 мм.

Цвет от белого до светло-желтого или светло-коричневого.

Запах слабый, характерный.

***Микроскопические признаки.*** *Цельное сырье, измельченное сырье.* При рассмотрении поперечного среза корневища должна быть видна пробка, ниже нее располагается узкая полоска коры, состоящая из мелких, тангентально-вытянутых клеток с неодревесневшими оболочками. В крупных клетках коры находятся рафиды оксалата кальция, ориентированные вдоль корневища. Эндодерма выражена неясно. Запасающая ткань представлена многоугольными, плотно прилегающими друг к другу клетками паренхимы, содержащими в большом количестве зерна крахмала различной формы и небольшие капли жирного масла. Оболочки клеток одревесневшие с многочисленными окаймленными крупными порами. В центральном цилиндре расположены закрытые коллатеральные пучки, по периферии мелкие, слегка радиально вытянутые, ближе к центру крупные, почти округлые в очертании. Стенки сосудов плотные, содержат многочисленные окаймленные поры. В ксилеме паренхима почти полностью отсутствует.



Рисунок - Диоскореи ниппонской корневища с корнями

1 - поперечный срез корневищ с корнями (63×): а - пробка, б - кора, в - рафиды оксалата кальция, г - запасающая парехима; 2 - проводящая система (100×): а - ксилема, б - флоэма; 3 - сосуды с многочисленными окаймленными порами (400×); 4 - рафиды оксалата кальция (400×);

5 - зерна крахмала различной формы (400×).

**Определение основных групп биологически активных веществ**

***Высокоэффективная жидкостная хроматография***

Время удерживания пика основного вещества на хроматограмме испытуемого раствора должно соответствовать времени удерживания пика диосгенина на хроматограмме раствора СО диосгенина, полученной в разделе «Количественное определение».

ИСПЫТАНИЯ

**Влажность.** *Цельное сырье, измельченное сырье* – не более 13 %.

**Зола общая.** *Цельное сырье, измельченное сырье* – не более 5 %.

**Зола, нерастворимая в хлористоводородной кислоте.** *Цельное сырье, измельченное сырье* – не более 1 %.

**Измельченность сырья.** *Измельченное сырье:* частиц, не проходящих сквозь сито с отверстиями размером 7 мм, − не более 5 %; частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 0,5 мм, − не более 5 %.

**Посторонние примеси**

***Отшелушившейся пробки и обломков мелких корней.*** *Цельное сырье –* не более 1,5 %.

***Органическая примесь.*** *Цельное сырье, измельченное сырье –* не более 0,5 %.

***Минеральная примесь.*** *Цельное сырье, измельченное сырье* – не более 0,5 %.

**Зараженность вредителями запасов.** В соответствии с требованиями ОФС «Определение степени зараженности лекарственного растительного сырья и лекарственных растительных препаратов вредителями запасов».

**Тяжелые металлы и мышьяк.** 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».

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

**Количественное определение.***Цельное сырье, измельченное сырье:*  диосгенина - не менее 1,0 %.

*Приготовление растворов*

*Раствор стандартного образца (СО) диосгенина.* Около 0,005 г (точная навеска) СО диосгенина помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, растворяют в 20 мл метанола, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают.

*Раствор для проверки разделительной способности хроматографической* *системы*. 2 мг (25R)-спирост-5-ен-3-он (CAS N20817-62-3) помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, растворяют в растворе СО диосгенина, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают.

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

*Проверка пригодности хроматографической системы.*

Хроматографическая система считается пригодной, если для хроматограммы раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы выполняется следующее условие:

- разрешениемежду пиками диосгенина и (25R)-спирост-5-ен-3-она должно быть не менее 1,9.

Аналитическую пробу сырья измельчают до величины частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 3 мм. Около 2,0 г (точная навеска) измельченного сырья помещают в круглодонную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 40 мл серной кислоты раствора 20 %, нагревают на водяной бане с обратным холодильником в течение 3 ч, затем охлаждают и фильтруют. Сырье на фильтре промывают водой до нейтральной реакции среды. Фильтр с сырьем переносят в колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 80 мл метанола, обрабатывают на ультразвуковой бане в течение 30 мин и фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 мл. Фильтр промывают 20 мл метанола в ту же мерную колбу, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают (испытуемый раствор).

Хроматографируют испытуемый раствор, раствор СО диосгенина, получая не менее 3 хроматограмм, и раствор для проверки разделительной способности, получая не менее 5 хроматограмм в нижеприведенных хроматографических условиях.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 150 × 4,6 мм, силикагель октадецилсилильный эндкепированный для хроматографии (С18), 5 мкм; |
| Подвижная фаза | ацетонитрил для хроматографии − вода для хроматографии (85:15) |
| Скорость потока, мл/мин | 1,5 |
| Детектор | спектрофотометрический |
| Длина волны, нм | 205 |
| Объём пробы, мкл | 5 |
| Время хроматографирования, мин | 20 |

*Относительное время удерживания*. Диосгенин – 1 (около 8 мин); (25R)-спирост-5-ен-3-он – около 1,25.

Содержание диосгенина в пересчете на абсолютно сухое сырье в процентах ($X$) вычисляют по формуле:

$$X=\frac{S∙aₒ∙100∙P∙100∙100}{Sₒ∙a∙25∙100∙(100-W)}=\frac{S∙aₒ∙P∙400}{Sₒ∙a∙(100-W)}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *S* | − | площадь пика диосгенина на хроматограмме испытуемого раствора; |
|  | *S0* | − | площадь пика диосгенина на хроматограмме раствора СО диосгенина; |
|  | *a* | − | навеска сырья, г; |
|  | *а0* | − | навеска СО диосгенина, г; |
|  | *P* | **–** | содержание основного вещества в СО диосгенина, %; |
|  | *W* | **–** | влажность, %. |

**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».