**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |  |
| --- | --- |
| **Чеснока посевного луковиц** **масло жирное, капсулы** | **ФС****Вводится впервые** |

####

Настоящая фармакопейная статья распространяется на лекарственный препарат чеснока посевного луковиц масло жирное, капсулы. Препарат должен соответствовать требованиям ОФС «Капсулы» и ниже приведенным требованиям.

Содержит сумму сульфидов не менее 0,371 мг на среднюю массу капсулы.

**Описание.** Содержание раздела приводится в соответствии с ОФС «Капсулы».

**Подлинность**

***Качественная реакция***

*Приготовление растворов.*

*Испытуемый раствор.*Содержимое 5 капсул помещают в колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 5 мл метанола и встряхивают в течение 5 мин. Полученную смесь отстаивают до разделения фаз. Надосадочную жидкость отделяют и используют.

*Натрия сульфита раствор 10 %.* 10 г натрия сульфита растворяют в воде и доводят объём раствора тем же растворителем до 100,0 мл.

*Раствор стандартного образца (СО) чесночного масла.* 0,05 мл СО чесночного масла растворяют в 25,0 мл метанола и перемешивают.

5 мл испытуемого раствора и 1 мл раствора СО чесночного масла помещают в разные пробирки. В каждую из пробирок прибавляют 2 мл натрия сульфита раствора 10 % и нагревают на водяной бане в течение 2-3 мин. После охлаждения до комнатной температуры в пробирки добавляют 5 мл аммония молибдата раствора 20 % в серной кислоте. В течение 1 мин в обеих пробирках должно появиться синее окрашивание, цвет которого при стоянии изменяется в красно-фиолетовый.

**Однородность массы.** В соответствии стребованиями ОФС «Однородность массы дозированных лекарственных форм».

**Распадаемость.** Не более 30 мин. В соответствии стребованиями ОФС «Распадаемость таблеток и капсул».

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 0,275 %. В соответствии стребованиями ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1. Содержимое 50 капсул сушат при температуре 105 °С в течение 5 ч.

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

**Количественное определение**

***Сумма сульфидов*.** Определение проводят методом газовой хроматографии в соответствии с требованиями ОФС "Газовая хроматография".

*Приготовление растворов.*

*Испытуемый раствор*. Около 2,0 г (точная навеска) содержимого капсул помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, прибавляют 2-3 мл гексана и тщательно перемешивают, затем прибавляют 1,0 мл раствора внутреннего стандарта 1, доводят объем раствора гексаном до метки и перемешивают.

*Раствор внутреннего стандарта 1.* Около0,065 г (точная навеска) пропилдисульфида помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 10 мл гексана, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают.

*Раствор внутреннего стандарта 2.* Около0,02 г (точная навеска) диаллилсульфида помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, растворяют в 8 мл гексана, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают.

*Раствор стандартного образца (СО) чесночного масла и пропилдисульфида.* Около 0,065 г (точная навеска) СО чесночного масла помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 10 мл гексана, доводят объём раствора тем же растворителем до метки и перемешивают. 5,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, прибавляют 1,0 мл раствора внутреннего стандарта 1, встряхивают и доводят объём раствора гексаном до метки и перемешивают.

*Раствор для оценки чистоты стандартного образца (СО) чесночного масла.* 300 мг СО чесночного масла помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, растворяют в 5 мл гексана, доводят объём раствора тем же растворителем до метки и перемешивают.

Определение фактора чистоты СО чесночного масла. 0,5 мл раствора для оценки чистоты СО чесночного маславводят в хроматограф в условия количественного определения. Рассчитывается % суммы площадей, соответствующих пикам диаллилсульфида и пикам сульфидов с относительными временами удерживания (по пропилдисульфиду) около 0,92; 1,06 и 1,12. Не учитываются пики с относительными временами удерживания (по пропилдисульфиду) около 0,07 (гексан, около 0,9 мин) и около 1,23 (около 16,7 мин).

*Проверка пригодности хроматографической системы.*

Хроматографическая система считается пригодной, если для хроматограммы раствора СО чесночного масла и пропилдисульфида выполняются следующие условия:

 - разрешение между пиком пропилдисульфида и пиком сульфида с относительным временем удерживания (по пропилдисульфиду) около 1,06 должно быть не менее 3,0;

- эффективность хроматографической колонки, рассчитанная по пику СО чесночного масла и пропилдисульфида на хроматограмме раствора должна быть не менее 100000 теоретических тарелок;

- относительное стандартное отклонение площади пика пропилдисульфида должно быть не более 3,0 % (6 введений).

Хроматографируют раствор внутреннего стандарта 1, раствор внутреннего стандарта 2, испытуемый раствор, раствор СО чесночного масла и пропилдисульфида, получая не менее 6 хроматограмм для раствор СО чесночного масла и не менее 3 - для всех остальных растворов.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка  | капиллярная 30 м × 0,53 мм, полиэтиленгликоль, 1,0 мкм |
| Детектор | пламенно-ионизационный |
| Газ-носитель | азот |
| Скорость потока, мл/мин | 5 |
| Объем вводимой пробы, мкл | 2 |
| Температура, °C | колонка | 0-10 мин10 - 17,25 мин17,25-27,25 мин | 55 55 → 200 (20 °С/ мин)200  |
|  |  |
|  | инжектор |  | 250 |
|  | детектор |  | 270 |

Относительное время удерживания: диаллилсульфида около 0,70, пика сульфида - 0,92, пропилдисульфида - 1,00 (около 14,5 мин), пика сульфида - 1,06 и пика сульфида - 1,12.

Содержание суммы сульфидов в одной капсуле в мг (Х) вычисляют по формуле:

$$Х= \frac{S∙a\_{o} ∙5∙10∙ P∙G∙1000}{S\_{o}∙50∙10∙a} = \frac{S∙a\_{o} ∙ p∙G∙100}{S\_{o}∙a}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где: | *S* | – | среднее отношений суммы площадей пиков диаллилсульфида, пиков с относительным временем удерживания (по пропилдисульфиду) около 0,92; 1,06 и 1,12 к средней площади пропилдисульфида на хроматограмме испытуемого раствора; |
|  | *Sо* | – | среднее отношений суммы площадей пиков диаллилсульфида, пиков с относительным временем удерживания (по пропилдисульфиду) около 0,92; 1,06 и 1,12 к средней площади пропилдисульфида на хроматограмме раствора СО чесночного масла и пропилдисульфида; |
|  | *a* | – | навеска содержимого капсул, г; |
|  | *ао* | – | навеска СО чесночного масла, г; |
|  | *Р* | – | фактор чистоты СО чесночного масла и пропилдисульфида, %. |
|  | *G* | − | средняя масса содержимого одной капсулы, г; |

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