**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Определение содержания дубильных веществ в лекарственном растительном сырье и лекарственных средствах растительного происхождения**  |  | **ОФС.1.5.3.0008** |
|  |  | **Взамен ОФС.1.5.3.0008.18** |

|  |
| --- |
|  |

Настоящая общая фармакопейная статья предназначена для определения содержания дубильных веществ в лекарственном растительном сырье, фармацевтических субстанциях растительного происхождения и лекарственных препаратах растительного происхождения, в т. ч. лекарственных растительных препаратах.

Определение содержания дубильных веществ проводят титриметрическим (метод 1. Определение суммы дубильных веществ в пересчёте на танин) и спектрофотометрическими методами (метод 2. Определение суммы дубильных веществ в пересчёте на пирогаллол и метод 3. Определение суммы дубильных веществ в пересчёте на пирогаллол или (+)-катехин).

**Метод 1**

В коническую колбу вместимостью 500 мл, помещают 2,0 г (точная навеска) испытуемого образца, измельчённого до величины частиц, проходящих сквозь сито с размером отверстий 2 мм, добавляют 250 мл нагретой до кипения воды и кипятят с обратным холодильником на электрической плитке с закрытой спиралью в течение 30 мин при периодическом перемешивании. Полученное извлечение охлаждают до комнатной температуры и фильтруют через вату в мерную колбу вместимостью 250 мл так, чтобы частицы испытуемого образца не попали в колбу, доводят объём раствора водой до метки.

В коническую колбу вместимостью 1000 мл помещают 25,0 мл полученного водного извлечения или точный объём экстракта жидкого или настойки, указанный в фармакопейной статье, прибавляют 500 мл воды, 25 мл индигокармина раствора 0,1% и титруют при постоянном перемешивании калия перманганата раствором 0,02 М до золотисто-жёлтого окрашивания.

Параллельно проводят контрольный опыт: в коническую колбу вместимостью 1000 мл помещают 525 мл воды, 25 мл раствора индигосульфокислоты и титруют при постоянном перемешивании калия перманганата раствором 0,02 М до золотисто-жёлтого окрашивания.

1 мл калия перманганата раствора 0,02 М соответствует 0,004157 г дубильных веществ в пересчёте на танин.

***Обработка результатов***

Содержание суммы дубильных веществ в пересчёте на танин в абсолютно сухом испытуемом образце в процентах (*Х*) вычисляют по формуле:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $$X=\frac{(V-V\_{1})·0,004157·250·100·100}{a·25·(100-W)}$$ | (1) |
| где | *V* | – | объём калия перманганата раствора 0,02 М, израсходованного на титрование водного извлечения, мл; |
|  | *V* | – | объём калия перманганата раствора 0,02 М, израсходованного на титрование в контрольном опыте, мл; |
|  | *a* | – | навеска испытуемого образца, г; |
|  | *W* | – | влажность испытуемого образца, %; |
|  | *0,004157* | – | количество дубильных веществ, соответствующее 1 мл калия перманганата раствора 0,02 М (в пересчёте на танин), г; |
|  | *250* | – | общий объём водного извлечения, мл; |
|  | *25* |  | объём водного извлечения, взятого для титрования, мл. |

**Метод 2.**

***Пробоподготовка***

*1. Для лекарственного растительного сырья и лекарственного растительного препарата.* Точную навеску испытуемого образца, указанную в фармакопейной статье, измельчённую до величины частиц, проходящих сквозь сито с размером отверстий 1 мм, помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 150 мл воды и нагревают на водяной бане в течение 30 мин, затем охлаждают под проточной водой до комнатной температуры и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл. Круглодонную колбу ополаскивают водой, промывные воды переносят в мерную колбу с экстрактом, доводят объём водой до метки. После осаждения твёрдых частиц полученный раствор фильтруют через фильтр беззольный диаметром около 125 мм, отбрасывая первые 50 мл фильтрата.

Определение проводят в защищённом от света месте.

*2. Для экстракта жидкого или настойки.* Точный объём экстракта жидкого или настойки, указанный в фармакопейной статье, помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят объём раствора водой до метки и перемешивают. Полученный раствор фильтруют через фильтр беззольный диаметром около 125 мм, отбрасывая первые 50 мл фильтрата.

***Методика***

*Определение суммы дубильных веществ*. В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 5,0 мл фильтрата и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 2,0 мл полученного раствора, прибавляют 1 мл фосфорномолибденово-вольфрамового реактива и 10 мл воды, доводят объём раствора натрия карбоната раствором 10,6 % до метки (испытуемый раствор). Через 30 мин измеряют оптическую плотность испытуемого раствора (*А1*) на спектрофотометре при длине волны 760 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения воду.

*Определение суммы дубильных веществ, не адсорбируемых кожным порошком.* К 10,0 мл фильтрата прибавляют 0,1 г стандартного образца кожного порошка, перемешивают полученную смесь в течение 1 ч и фильтруют через фильтр беззольный. В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 5,0 мл полученного фильтрата и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 2,0 мл полученного раствора, прибавляют 1 мл фосфорномолибденово-вольфрамового реактива, 10 мл воды и доводят объём раствора натрия карбоната раствором 10,6 % до метки (испытуемый раствор). Через 30 мин измеряют оптическую плотность испытуемого раствора (*А2*) на спектрофотометре при длине волны 760 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения воду.

Параллельно измеряют оптическую плотность стандартного раствора.

*Раствор стандартного образца пирогаллола*. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 0,05 г (точная навеска) фармакопейного стандартного образца пирогаллола, растворяют в 50 мл воды и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 5,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

*Стандартный раствор*. В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 2,0 мл раствора стандартного образца пирогаллола, прибавляют 1 мл фосфорномолибденово-вольфрамового реактива, 10 мл воды и доводят объём раствора натрия карбоната раствором 10,6 % до метки (стандартный раствор). Через 30 мин измеряют оптическую плотность стандартного раствора (*А3*) на спектрофотометре при длине волны 760 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения воду.

***Обработка результатов***

Содержание суммы дубильных веществ в пересчёте на пирогаллол в абсолютно сухом испытуемом образце в процентах (*Х*) вычисляют по формуле:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $$X=\frac{62,5·(A\_{1}-A\_{2})·a\_{2}·P·100}{A\_{3}·a\_{1}·100·(100-W)}$$ | (2) |
| где | *А1* | – | оптическая плотность испытуемого раствора при определении суммы дубильных веществ; |
|  | *А2* | – | оптическая плотность испытуемого растворапри определении суммы дубильных веществ, не адсорбируемых кожным порошком, в пересчёте на пирогаллол; |
|  | *А3* | – | оптическая плотность стандартного раствора; |
|  |  *a1* |  | навеска испытуемого образца, г; |
|  |  *a2* |  | навеска фармакопейного стандартного образца пирогаллола, г; |
|  | *P* |  | содержание основного вещества в фармакопейном стандартном образце пирогаллола, %; |
|  | *W* |  | влажность испытуемого образца, %. |

**Метод 3.**

В коническую колбу вместимостью 500 мл помещают 2,0 г (точная навеска), если иное не указано в фармакопейной статье, измельченного испытуемого образца, просеянного сквозь сито с отверстиями размером 1 мм, заливают 250 мл воды и кипятят с обратным холодильником на электрической плитке с закрытой спиралью в течение 30 мин при периодическом перемешивании. Полученное извлечение охлаждают до комнатной температуры и фильтруют через вату в мерную колбу вместимостью 250 мл так, чтобы частицы испытуемого образца не попали в колбу и доводят объём раствора водой до метки. Полученный раствор фильтруют через фильтр беззольный диаметром около 125 мм, отбрасывая первые 50 мл фильтрата.

*Раствор А.* В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 1,0 мл фильтрата и доводят объём раствора водой до метки. Измеряют оптическую плотность раствора *А* (*А1*) на спектрофотометре при длине волны 266 нм (для гидролизуемых дубильных веществ) или 278 нм (для конденсированных дубильных веществ), если иное не указано в фармакопейной статье, в кювете с толщиной слоя 1,0 мм относительно раствора сравнения. В качестве раствора сравнения используют воду.

*Раствор Б.* К 5,0 мл фильтрата прибавляют 0,05 г кожного порошка, перемешивают полученную смесь в течение 30 мин и фильтруют через бумажный фильтр диаметром около 125 мм. В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 1,0 мл полученного фильтрата и доводят объём раствора водой до метки. Измеряют оптическую плотность раствора Б (*А2*) на спектрофотометре при длине волны 266 нм (для гидролизуемых дубильных веществ) или 278 нм (для конденсированных дубильных веществ), если иное не указано в фармакопейной статье, в кювете с толщиной слоя 10 мм относительно раствора сравнения. В качестве раствора сравнения используют воду.

*Раствор стандартного образца.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 0,1 г (точная навеска) фармакопейного стандартного образца пирогаллола (для гидролизуемых дубильных веществ) или ((+)-катехина (для конденсированных дубильных веществ), если иное не указано в фармакопейной статье, растворяют в воде и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 2,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки. Раствор используют свежеприготовленным. Измеряют оптическую плотность раствора стандартного образца (*А3*) на спектрофотометре при длине волны 266 нм (для гидролизуемых дубильных веществ) или 278 нм (для конденсированных дубильных веществ), если иное не указано в фармакопейной статье, в кювете с толщиной слоя 10 мм относительно раствора сравнения. В качестве раствора сравнения используют воду.

***Обработка результатов***

Содержание суммы дубильных веществ в пересчете на пирогаллол или (+)-катехин в абсолютно сухом испытуемом образце в процентах (*Х*) вычисляют по формуле:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $$Х = \frac{(А\_{1}-А\_{2})∙а\_{0}∙P∙12500}{А\_{3}∙а∙100∙(100-W)}$$ | (3) |
| где | *А1* | – | оптическая плотность раствора А; |
|  | *А2* | – | оптическая плотность раствора Б; |
|  | *А3* | – | оптическая плотность раствора стандартного образца пирогаллола или (+)-катехина; |
|  | *a1* | – | навеска испытуемого образца, г; |
|  | *a2* | – | навеска фармакопейного стандартного образца пирогаллола или (+)-катехина, г; |
|  | *P* | – | содержание основного вещества в фармакопейном стандартном образце пирогаллола или (+)-катехина, %; |
|  | *W* | – | влажность испытуемого образца, %. |