

ЧАСТНАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

«КАШТАНА КОНСКОГО СЕМЯН СУХОЙ ЭКСТРАКТ СТАНДАРТИЗОВАННЫЙ»

11/2017:1829

*Введена в действие с 1 ноября 2017 года
приказом Министерства здравоохранения Республики Беларусь
от 20.11.2017 № 1319*

Новая статья

11/2017:1829

ⓔФ КАШТАНА КОНСКОГО СЕМЯН СУХОЙ ЭКСТРАКТ СТАНДАРТИЗОВАННЫЙ

Hippocastani seminis extractum siccum normatum

HORSE-CHESTNUT DRY EXTRACT, STANDARDISED

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Стандартизованный сухой экстракт, полученный из *Каштана конского семян* (1830).

Содержание: не менее 6,5 % и не более 10,0 % суммы тритерпеновых гликозидов в пересчете на протоэсцигенин ($C_{30}H_{50}O_6$; М.м. 506,7) (в пересчете на сухой экстракт).

ПРОИЗВОДСТВО

Экстракт получают из лекарственного растительного сырья подходящим способом, используя водно-спиртовую смесь с концентрацией этанола (40—80) % (об/об).

ОПИСАНИЕ (СВОЙСТВА)

Желтоватый или желтовато-коричневый гигроскопичный порошок или агломерат.

ПОДЛИННОСТЬ (ИДЕНТИФИКАЦИЯ)

Тонкослойная хроматография (2.2.27).

Испытуемый раствор. К 0,25 г испытуемого образца прибавляют 10 мл спирта (70 %, об/об) Р, встряхивают в течение 2 мин и фильтруют.

Раствор сравнения. 5 мг ФСО эсцина для количественного определения методом жидкостной хроматографии и 5 мг сахарозы Р растворяют в 1,0 мл спирта (70 %, об/об) Р.

Пластинка: ТСХ пластинка со слоем силикагеля F_{254} Р (5—40) мкм [или ТСХ пластинка со слоем силикагеля F_{254} Р (2—10) мкм].

Подвижная фаза: кислота уксусная Р — этилацетат Р — вода Р — пропанол Р (1,5:30:30:40, об/об/об/об).

Наносимый объем пробы: 10 мкл [или 3 мкл] в виде полос длиной 10 мм [или 6 мм].

Фронт подвижной фазы: не менее 12 см [или 6 см] от линии старта.

Высушивание: на воздухе.

Проявление: пластинку обрабатывают раствором анисового альдегида Р и нагревают при температуре от 100 °С до 105 °С в течение 10 мин. Просматривают при дневном свете.

Результаты: ниже приведена последовательность зон хроматограмм раствора сравнения и испытуемого раствора. На хроматограмме испытуемого раствора могут обнаруживаться и другие зоны.

Верх хроматографической пластинки	
_____	1 или 2 зоны желтовато-фиолетового цвета
Эсцин: интенсивная зона фиолетово-синего цвета	Интенсивная зона фиолетово-синего цвета (эсцин)
Сахароза: зона коричневатого-зеленого цвета	Зона коричневатого-зеленого цвета (сахароза)
_____	_____
Раствор сравнения	Испытуемый раствор

ИСПЫТАНИЯ

Потеря в массе при высушивании (2.8.17). Не более 6,0 %.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Жидкостная хроматография (2.2.29).

Смесь растворителей. Ацетонитрил Р1 — 0,05 % (об/об) раствор трифторуксусной кислоты Р (40:60, об/об).

Раствор маркеров. 25,0 мг метилсалицилата Р и 75,0 мг ибупрофена Р растворяют в смеси растворителей и доводят до объема 50,0 мл этой же смесью растворителей. 5,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объема 25,0 мл.

Испытуемый раствор. 0,1000 г испытуемого экстракта растворяют в растворе маркеров и доводят до объема 10,0 мл этим же растворителем. Обрабатывают ультразвуком в течение 10 мин и фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Раствор сравнения (а). 20,0 мг ФСО эсцина для количественного определения методом жидкостной хроматографии растворяют в растворе маркеров и доводят до объема 10,0 мл этим же растворителем. Обрабатывают ультразвуком в течение 10 мин и фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Раствор сравнения (b). 1,0 мл раствора маркеров доводят смесью растворителей до объема 50,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объема 10,0 мл.

Условия хроматографирования:

– колонка длиной 0,25 м и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная силикагелем октадецилсилильным эндкепированным для хроматографии Р (размер частиц 5 мкм) с размером пор 30 нм;

– температура: 25 °С;

– подвижная фаза:

– подвижная фаза А: 0,05 % (об/об) раствор трифторуксусной кислоты Р;

– подвижная фаза В: ацетонитрил Р1;

Время (мин)	Подвижная фаза А (%, об/об)	Подвижная фаза В (%, об/об)
0—15	70	30
15—25	70 → 65	30 → 35
25—35	65	35
35—65	65 → 50	35 → 50
65—70	50 → 10	50 → 90

– скорость подвижной фазы: 1,0 мл/мин;

– спектрофотометрический детектор, длина волны 210 нм;

– объем вводимой пробы: 20 мкл.

Идентификация пиков: идентифицируют пики А и В, соответствующие эсцину, используя хроматограмму раствора сравнения (а) и хроматограмму, прилагаемую к ФСО эсцина для количественного определения методом жидкостной хроматографии.

Пригодность хроматографической системы:

– хроматограмма раствора сравнения (а) должна соответствовать хроматограмме, прилагаемой к ФСО эсцина для количественного определения методом жидкостной хроматографии касательно пиков, расположенных между пиками метилсалицилата и ибупрофена;

– время удерживания: метилсалицилат — от 11,5 мин до 15,5 мин; ибупрофен — от 34,0 мин до 46,0 мин;

– разрешение: не менее 2,0 между пиками А и В, соответствующими эсцину на хроматограмме раствора сравнения (а);

– отношение сигнал/шум: не менее 10 для пика метилсалицилата на хроматограмме раствора сравнения (b).

Интегрирование:

– испытываемый раствор: интегрируют пики, элюируемые между пиками метилсалицилата и ибупрофена; интегрируют площадь индивидуальных пиков или интегрируют группы пиков в случае неполного разделения индивидуальных пиков;

– раствор сравнения (а): для количественного определения интегрируют как один интегральный пик от впадины к впадине, начиная с первого пика после пика метилсалицилата и заканчивая последним пиком перед пиком ибупрофена; если пик плохо отделяется от пиков метилсалицилата или ибупрофена, интегрируют его отдельно; для расчета используют сумму площадей пиков.

Процентное содержание тритерпеновых гликозидов в пересчете на протоэсцигенин рассчитывают по формуле:

$$\frac{A_1 \cdot m_2 \cdot p}{A_2 \cdot m_1},$$

где:

A_1 — общая площадь (интегрированная как описано выше) пиков, элюируемых между пиками метилсалицилата и ибупрофена на хроматограмме испытуемого раствора;

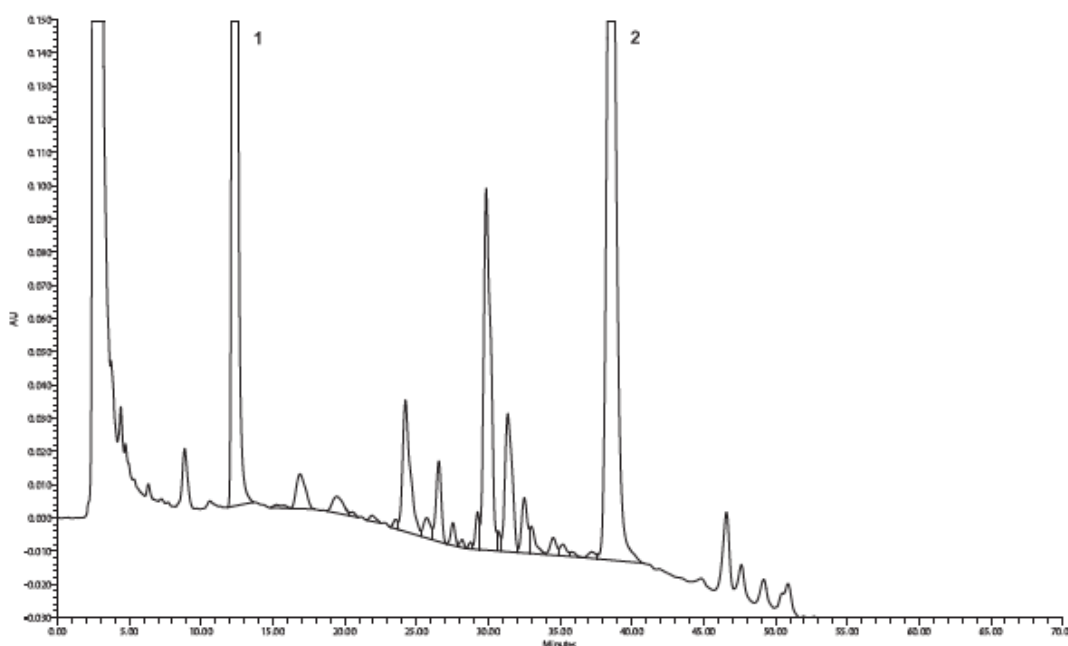
A_2 — общая площадь (интегрированная как описано выше) пиков, элюируемых между пиками метилсалицилата и ибупрофена на хроматограмме раствора сравнения (а);

m_1 — масса испытуемого экстракта, использованного для приготовления испытуемого раствора, г;

m_2 — масса ФСО эсцина для количественного определения методом жидкостной хроматографии, использованного для приготовления раствора сравнения (а), г;

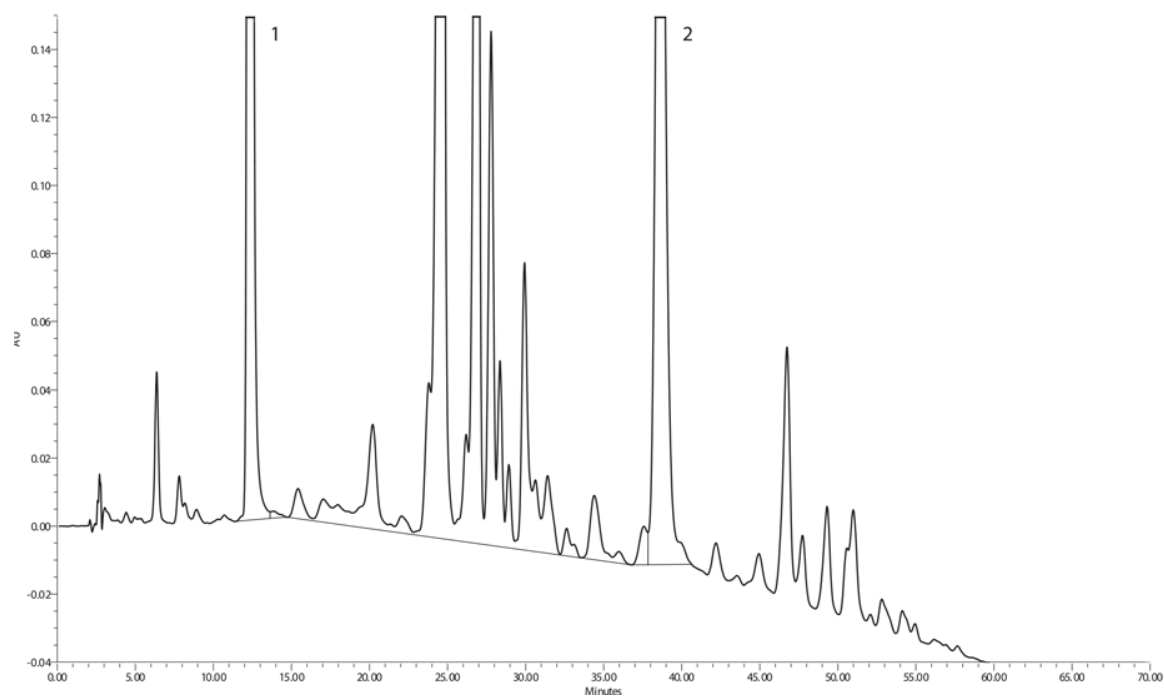
P — процентное содержание эсцина в пересчете на протоэсцигенин, в ФСО эсцина для количественного определения методом жидкостной хроматографии.

Следующие хроматограммы¹ приводятся для информации и не будут публиковаться в очередном издании Государственной фармакопеи Республики Беларусь.



1. Метилсалицилат.
2. Ибупрофен.

Рисунок 1830.-1. Хроматограмма испытуемого раствора для количественного определения тритерпеновых гликозидов в пересчете на протоэсцигенин.



1. Метилсалицилат.
2. Ибупрофен.

Рисунок 1830.-2. Хроматограмма раствора сравнения (а) для количественного определения тритерпеновых гликозидов в пересчете на протозэцигенин.

¹ *Pharmeuropa* Vol. 26, No. 3, August 2014. Council of Europe – 7 allée Kastner, CS 30026, F-67081 Strasbourg, France.