

ЧАСТНАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

«ФИТОСТЕРИН»

XX/2018:1911

Введена в действие с [] 2018 года
приказом Министерства здравоохранения Республики Беларусь
от [] № []

Новая статья
Разработана на основе частной фармакопейной
статьи Европейской фармакопеи 01/2008:1911
Phytosterol

XX/2018:1911

ФИТОСТЕРИН

Phytosterolum

PHYTOSTEROL

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Природная смесь стеринов, полученная из растений родов *Huroxis*, *Pinus* и *Picea*.

Содержание: не менее 70,0 % β -ситостерина (в пересчете на сухое вещество).

ОПИСАНИЕ (СВОЙСТВА)

Белый или почти белый порошок.

Практически нерастворим в воде, растворим в тетрагидрофуране, умеренно растворим в этилацетате.

ПОДЛИННОСТЬ (ИДЕНТИФИКАЦИЯ)

А. 1 мл уксусного ангидрида *P* смешивают с 0,5 мл раствора *S*, приготовленного, как указано в разделе «Испытания». После прибавления 0,1 мл кислоты серной *P* появляется красное окрашивание, которое быстро изменяется на фиолетовое, затем синее и в конечном счёте на зеленое.

В. Просматривают хроматограммы, полученные при количественном определении.

Результаты. На хроматограмме испытуемого раствора обнаруживается основной пик, соответствующий по времени удерживания пику на хроматограмме раствора сравнения (b).

ИСПЫТАНИЯ

Раствор S. 1,0 г испытуемого образца растворяют в *тетрагидрофуране P* и доводят до объема 20 мл этим же растворителем.

Прозрачность (2.2.1). Раствор S должен быть прозрачным.

Цветность (2.2.2, метод II). Окраска раствора S должна быть не интенсивнее эталона Y(Ж)₆.

Кислотность или щелочность. 0,20 г испытуемого образца встряхивают со смесью из 4,0 мл *этилацетата P* и 10,0 мл *воды, свободной от углерода диоксида, P* в течение 3 мин, выдерживают до разделения слоев. К водному слою прибавляют 0,1 мл *раствора бромтимолового синего P1*. Если раствор имеет желтое окрашивание, то при прибавлении не более 0,5 мл *0,01 M раствора натрия гидроксида* окраска раствора должна измениться на синюю. Если раствор имеет синее окрашивание, то при прибавлении не более 0,5 мл *0,01 M раствора кислоты хлористоводородной* окраска раствора должна измениться на желтую.

Удельное оптическое вращение (2.2.7). От -15,0 до -28,0 (в пересчете на сухое вещество). 0,500 г испытуемого образца растворяют в *этилацетате P* и доводят до объема 10,0 мл этим же растворителем.

Кислотное число (2.5.1). Не более 1,0. Определение проводят из 2,0 г испытуемого образца.

Переокисное (пероксидное) число (2.5.5). Не более 10,0.

Число омыления (2.5.6). Не более 1,0. Определение проводят, используя 2,50 г испытуемого образца, *0,1 M раствор калия гидроксида спиртовой, 0,1 M раствор кислоты хлористоводородной* и фактор 5,61 (вместо 28,05).

Другие стеринны. Просматривают хроматограммы испытуемого раствора, полученные при количественном определении (рисунок 1911.-1).

Состав других стеринов:

- *холестерин:* не более 0,5 %;
- *брассикастерин:* не более 0,5 %;
- *кампестерин:* не более 15,0 %;
- *кампестанол:* не более 5,0 %;
- *стигмастерин:* не более 5,0 %;
- *ситостанол:* не более 15,0 %;
- *Δ7-стигмастенол:* не более 5,0 %.

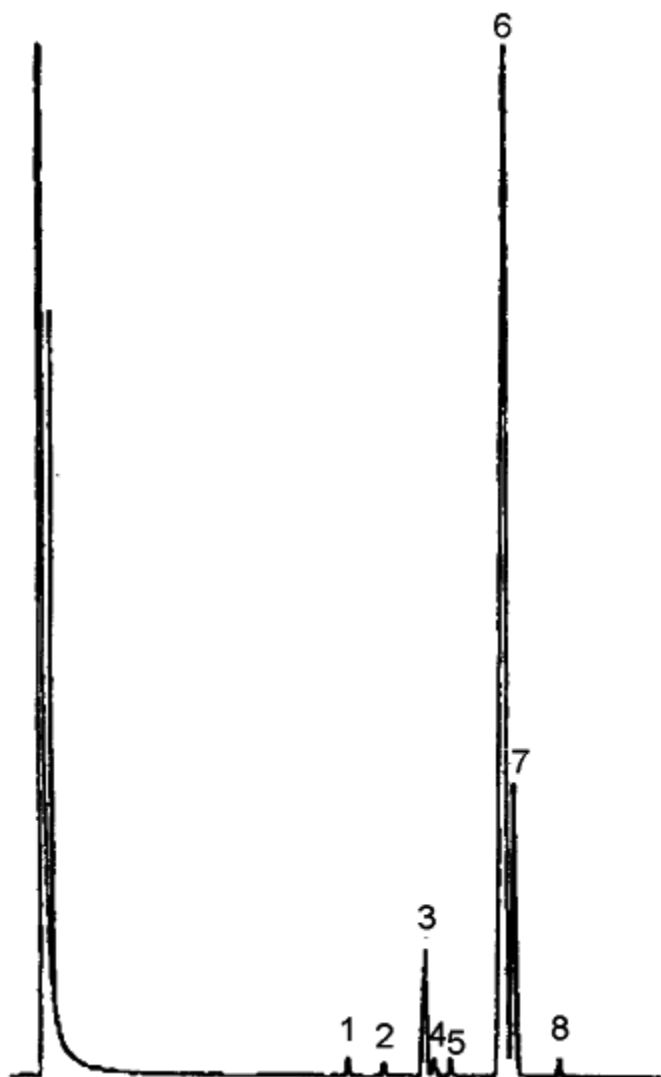
Потеря в массе при высушивании (2.2.32). Не более 4,0 %. 0,250 г испытуемого образца сушат при температуре 105 °C в течение 2 ч.

Общая зола (2.4.16). Не более 0,5 %. Определение проводят из 1,0 г испытуемого образца.

#Микробиологическая чистота (2.6.12, 2.6.13). Испытуемый образец должен выдерживать требования статьи 5.1.4.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Газовая хроматография (2.2.28): определение проводят методом внутренней нормализации.



- | | |
|-------------------|-----------------------------|
| 1. холестерин | 5. стигмастерин |
| 2. брассикастерин | 6. β -ситостерин |
| 3. кампестерин | 7. ситостанол |
| 4. кампестанол | 8. Δ^7 -стигмастенол |

Рисунок 1911.-1. Хроматограмма для количественного определения фитостерина (производные триметилсила).

Испытуемый раствор. 0,100 г испытуемого образца растворяют в тетрагидрофуране Р и доводят до объема 10,0 мл этим же растворителем. 100 мкл полученного раствора помещают в колбу вместимостью 3 мл и выпаривают досуха в потоке азота Р. Прибавляют 100 мкл свежеприготовленной смеси из 50

мкл 1-метилимидазола Р и 1,0 мл гептафтор-N-метил-N-(триметилсилил)бутанамида Р, колбу плотно закрывают и нагревают до температуры 100 °С в течение 15 мин. Охлаждают.

Раствор сравнения (а). 25 мг β-ситостерина Р и 25 мг ситостанола Р растворяют в тетрагидрофуране Р и доводят до объема 10,0 мл этим же растворителем. 100 мкл полученного раствора помещают в колбу вместимостью 3 мл и выпаривают досуха в потоке азота Р. Прибавляют 100 мкл свежеприготовленной смеси из 50 мкл 1-метилимидазола Р и 1,0 мл гептафтор-N-метил-N-(триметилсилил)бутанамида Р, колбу плотно закрывают и нагревают до температуры 100 °С в течение 15 мин. Охлаждают.

Раствор сравнения (б). 0,100 г β-ситостерина Р растворяют в тетрагидрофуране Р и доводят до объема 10,0 мл этим же растворителем. 100 мкл полученного раствора помещают в колбу вместимостью 3 мл и выпаривают досуха в потоке азота Р. Прибавляют 100 мкл свежеприготовленной смеси из 50 мкл 1-метилимидазола Р и 1,0 мл гептафтор-N-метил-N-(триметилсилил)бутанамида Р, колбу плотно закрывают и нагревают до температуры 100 °С в течение 15 мин. Охлаждают.

Условия хроматографирования:

– колонка кварцевая длиной 25 м и внутренним диаметром 0,3 мм, покрытая слоем поли(диметил)(дифенил)(дивинил)силоксана Р (толщина слоя 1 мкм);

– газ-носитель: водород для хроматографии Р;

– скорость потока: 2 мл/мин;

– деление потока: 1:20;

– температура:

– колонка: 280 °С;

– блок ввода проб и детектор: 300 °С;

– детектор: пламенно-ионизационный;

– объем вводимой пробы: 1 мкл.

Относительное удерживание (по отношению к β-ситостерину, время удерживания — около 16 мин): холестерин — около 0,7; brassикастерин — около 0,77; кампестерин — около 0,84; кампестанол — около 0,86; стигмастерин — около 0,9; ситостанол — около 1,02; Δ7-стигмастенол — около 1,1.

Пригодность хроматографической системы: раствор сравнения (а):

– разрешение: не менее 1,0 между пиками β-ситостерина и ситостанола.

ХРАНЕНИЕ

В воздухонепроницаемом контейнере, в защищенном от света месте.