**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Аниса обыкновенного плодов масло эфирное** |  | **ФС.2.4.0022** |
| **Anisi vulgaris fructuum oleum aethereum** |  | **Взамен ГФ IX, ст. 337** |

|  |
| --- |
|  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Эфирное масло, получаемое перегонкой с водяным паром из высушенных зрелых плодов аниса обыкновенного (бедренца анисового) – *Anisum vulgare* Gaertn. *(Pimpinella anisum* L.), сем. сельдерейных – *Apiaceae*,применяемое для производства лекарственных препаратов.

СВОЙСТВА

**Описание.** Бесцветная или светло-жёлтая прозрачная жидкость с характерным запахом.

**Растворимость.** Легко растворимо в спирте 96 %; 1 объёмная часть субстанции должна растворяться в не более 3 частях спирта 90 % с образованием бесцветного прозрачного раствора.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

*1.* *ГХ.* Время удерживания пиков на хроматограмме испытуемого раствора должно соответствовать времени удерживания основных пиков на хроматограмме стандартного раствора (раздел «Количественное определение»).

*2.* *ТСХ* (ОФС «Тонкослойная хроматография»).

*Пластинка.* ТСХ пластинка со слоем силикагеля F254.

*Подвижная фаза (ПФ*). Этилацетат—толуол 7:93.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1 г субстанции, растворяют в толуоле и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Стандартный раствор.* В колбу помещают 10 мкл линалоола, 30 мкл анисового альдегида и 200 мкл анетола, растворяют в 15 мл толуола. В мерную колбу вместимостью 5 мл помещают 1 мл полученного раствора и доводят объём раствора толуолом до метки.

*Реактив для детектирования.* Метил-4-ацетилбензоат.

На линию старта пластинки полосами длиной 10 мм и шириной 2 мм наносят по 5 мкл испытуемого раствора и стандартного раствора. Пластинку с нанесёнными пробами сушат на воздухе, помещают в предварительно насыщенную камеру с ПФ в течение 1 часа и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдёт около 80–90 % длины пластинки от линии старта, её вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей и просматривают в УФ-свете при длине волны 254 нм.

*Результат*. На хроматограмме стандартного раствора в средней трети пластинки должна обнаруживаться тёмная зона адсорбции (анисовый альдегид), в верхней трети пластинки должна обнаруживаться тёмная зона адсорбции (анетол).

На хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться тёмная зона адсорбции на уровне зоны адсорбции анисового альдегида, над ней тёмная зона адсорбции и интенсивная тёмная зона адсорбции на уровне зоны адсорбции анетола; допускается обнаружение других зон адсорбции.

Пластинку опрыскивают реактивом для детектирования, выдерживают в сушильном шкафу при температуре 100–105 °С в течение 10 мин, просматривают ещё тёплую пластинку при дневном свете и фиксируют результаты разделения в течение не более 5 мин.

*Результат.* На хроматограмме стандартного раствора в нижней трети пластинки должна обнаруживаться зона адсорбции серого цвета (линалоол), в средней трети пластинки должна обнаруживаться зона адсорбции жёлтого цвета (анисовый альдегид) и в верхней трети пластинки должна обнаруживаться зона адсорбции коричневого цвета (анетол).

На хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться зона адсорбции серого цвета, над ней зона адсорбции серого цвета на уровне зоны адсорбции линалоола, зона адсорбции жёлтого цвета на уровне зоны адсорбции анисового альдегида, над ней зона адсорбции серого цвета, интенсивная зона адсорбции коричневого цвета на уровне зоны адсорбции анетола; допускается обнаружение других зон адсорбции.

ИСПЫТАНИЯ

**Относительная плотность**. От 0,979 до 0,991 (ОФС «Плотность», метод 1 или 4).

**Угол вращения**. От +1° до –2° (ОФС «Оптическое вращение»).

**Показатель преломления**. От 1,552 до 1,561 (ОФС «Показатель преломления (индекс рефракции)»).

**Температура затвердевания**. От 15 до 19 °С (ОФС «Температура затвердевания»).

**Спирт этиловый.** В соответствии с ОФС «Эфирные масла».

**Вода.** В соответствии с ОФС «Эфирные масла».

**Жирные и минеральные масла, в том числе осмолившиеся вещества**. Должны отсутствовать (ОФС «Эфирные масла»).

**Фенхон.** Определение проводят методом ГХ в условиях испытания «Количественное определение» со следующими изменениями.

*Раствор фенхона.* В химическую пробирку помещают 10 мкл фенхона и доводят массу содержимого до 1,2 г гексаном.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 2 мл помещают 400 мкл субстанции и доводят объём раствора гексаном до метки.

*Раствор для проверки чувствительности хроматографической системы.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 100 мкл раствора фенхона и доводят объём раствора гексаном до метки.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме раствора для проверки чувствительности хроматографической системы *отношение сигнал/шум (S/N)* для основного пика должно быть не менее 10.

*Допустимое содержание примесей*. На хроматограмме испытуемого раствора:

- фенхон – не более 0,01 %.

**Феникулин.** Определение проводят методом ГХ в условиях испытания «Количественное определение» со следующими изменениями.

*Испытуемый раствор.* Испытуемая субстанция.

*Раствор для идентификации.* Фармакопейный стандартный образец феникулина для идентификации пика.

*Раствор для проверки чувствительности хроматографической системы.* В химическую пробирку помещают 10 мг субстанции и доводят массу содержимого до 1 г гексаном. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 0,5 мл полученного раствора и доводят объём раствора гексаном до метки.

*Пригодность хроматографической системы*

Хроматограмма раствора для проверки чувствительности хроматографической системы совпадает с хроматограммой, прилагаемой к фармакопейному стандартному образцу феникулина для идентификации пика.

На хроматограмме раствора для проверки чувствительности хроматографической системы *отношение сигнал/шум (S/N)* для основного пика должно быть не менее 10.

*Допустимое содержание примесей*. На хроматограмме испытуемого раствора:

- феникулин – не более 0,01 %.

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

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Определение проводят методом ГХ (ОФС «Газовая хроматография»).

*Испытуемый раствор*. В мерную колбу вместимостью 1 мл помещают 200 мкл субстанции и доводят объём раствора гексаном до метки.

*Стандартный раствор.* В мерную колбу вместимостью 1 мл помещают 20 мкл линалоола, 20 мкл эстрагола, 20 мкл α-терпинеола, 60 мкл анетола и 30 мкл анисового альдегида, доводят объём раствора гексаном до метки.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | кварцевая капиллярная 30 м × 0,25 мм, покрытая слоем макрогола 20 000, 0,25 мкм; |
| Детектор | пламенно-ионизационный; |
| Газ-носитель | гелий для хроматографии; |
| Деление потока | 1:100; |
| Скорость потока | 1,0 мл/мин; |
| Объём пробы | 0,2 мкл. |

*Температурная программа*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | Время, мин | Температура, °С |
| Колонка | 0–5 | 60 |
|  | 5–80 | 60 → 210 |
|  | 80–95 | 210 |
| Инжектор |  | 200 |
| Детектор |  | 220 |

Хроматографируют стандартный раствор и испытуемый раствор.

*Относительное время удерживания соединений*. Транс-анетол − 1 (около 42 мин); линалоол − около 0,67; эстрагол − около 0,82; α-терпинеол − около 0,84; цис-анетол − около 0,9; анисовый альдегид − около 1,2; феникулин − около 1,4; псевдоизоэвгенил-2-метилбутират − около 1,7.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного раствора *разрешение (RS)* между пиками эстрагола и α-терпинеола должно быть не менее 1,5.

Содержание компонентов в субстанции в процентах вычисляют согласно методу нормирования, при расчётах не учитывают пик гексана (ОФС «Хроматография»).

Содержит:

- линалоол – не более 1,5 %;

- эстрагол – от 0,5 % до 5,0 %;

- α-терпинеол – не более 1,2 %;

- цис-анетол – от 0,1 % до 0,4 %;

- транс-анетол – от 87 % до 94 %;

- анисовый альдегид – от 0,1 % до 1,4 %;

- псевдоизоэвгенил-2-метилбутират – от 0,3 % до 2,0 %.

ХРАНЕНИЕ

В соответствии с ОФС «Эфирные масла».