**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
| ФС.0.0.0000 |
| **ШЕЛЛАК** |
| *Lacca* |
| Shellac |
| [9000-59-3] |  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Полученное из смолистого секрета женских особей насекомых*Kerrialacca* (Kerr) Lindinger (*Lacciferlacca*Kerr) очищенное вещество. В зависимости от типа обработки первичного сырья (зернистого шеллака) получают 4 типа шеллака: воскосодержащий шеллак, отбеленный шеллак, депарафинизированный шеллак и отбеленный, депарафинизированный шеллак.

Воскосодержащий шеллак получают из зернистого шеллака: его очищают фильтрацией расплавленного сырья и/или горячей экстракцией подходящим растворителем.

Отбеленный шеллак получают из зернистого шеллака обработкой натрия гипохлоритом после растворения в подходящем щелочном растворе, осаждением разбавленной кислотой и высушиванием.

Депарафинизированный шеллак получают из воскосодержащего шеллака или зернистого шеллака обработкой подходящим растворителем и удалением нерастворимого воска фильтрацией.

Отбеленный, депарафинизированный шеллак получают из воскосодержащего шеллака или зернистого шеллака обработкой натрия гипохлоритом после растворения в подходящем щелочном растворе; нерастворимый воск удаляют фильтрацией.Шеллак осаждают разбавленной кислотой и высушивают.

СВОЙСТВА

*Описание.*Коричневато-оранжевые или жёлтые, блестящие, полупрозрачные, прочные или ломкие, более или менее тонкие хлопья (шеллак, содержащий воск, и депарафинизированный шеллак); или кремовато-белый или коричневато-жёлтый порошок (отбеленный шеллак и отбеленный, депарафинизированный шеллак).

*Растворимость.*Практически нерастворим в воде, растворим с образованием более или менее опалесцирующего раствора (шеллак, содержащий воск и отбеленный шеллак) или прозрачного раствора (депарафинизированный шеллак и депарафинизированный шеллак и отбеленный) в этаноле безводном.

При нагревании умеренно растворим или растворим в растворах гидроксидов щелочных металлов.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

А. Тонкослойная хроматография*(ОФС «Тонкослойная хроматография»).*

*Испытуемый раствор.* 0,25 г испытуемого образца, измельчённого в порошок (сито № 500), нагревают на водяной бане с 2 мл *натрия гидроксида раствора 8,5 %* в течение 5 мин. Охлаждают, прибавляют 5 мл *этилацетата* и медленно, при перемешивании, 2 мл *уксусной кислоты разведённой 12 %*.Встряхивают и фильтруют верхний слой через*натрия сульфат безводный*.

*Раствор сравнения.* 6,0 мг*алеуритиновой кислоты* растворяют в 1,0 мл*метанола*, при необходимости слегка нагревая.

*Условия хроматографирования:*

*- ТСХ пластинка со слоем силикагеля F254;*

*- подвижная фаза: уксусная кислота разведённая 30 % – метанол – метиленхлорид – этилацетат (*1:8:32:60 *об/об/об/об)*;

- *реактив для детектирования:анисового альдегида раствор уксуснокислый в метаноле*;

*- наносимый объём пробы:* по 10 мкл в виде полос 8 мм на 2 мм;

*- пробег фронта подвижной фазы:* дважды,не менее15 см от линии старта;

*- высушивание:* на воздухе;

*- детектирование:* пластинку обрабатывают *реактивом для детектирования* и нагревают при температуре 100–105 °С
в течение 10–15 мин и исследуют при дневном освещении.

*Требование:*

- на хроматограмме испытуемого раствора должно наблюдаться несколько окрашенных зон адсорбции, одна из которых по расположению и цвету должна быть сходна с зоной адсорбции на хроматограмме *раствора сравнения*, над этой зоной адсорбции должны наблюдаться несколько зон адсорбции фиолетового цвета, над ними – зона адсорбции розового цвета; ниже зоны адсорбции алеуритиновой кислоты должна наблюдаться зона адсорбции светло-голубого цвета (шеллоловая кислота) и рядом с ней зоны адсорбции светло-голубого цвета, но меньшей интенсивности;допускается наличие других зон адсорбции светло-серого или фиолетового цвета.

Б. **Исследование хроматограммы, полученной в испытании на канифоль.**

*Требование:*

- для шеллака, содержащего воск, на хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться более или менее интенсивная зона адсорбции голубовато-серого цвета, расположенная непосредственно над зоной адсорбции тимолфталеина на хроматограмме*раствора сравнения;*

*-*для депарафинизированногошеллака непосредственно над зоной адсорбции тимолфталеина на хроматограмме*раствора сравнения* такая зона адсорбции наблюдаться не должна.

ИСПЫТАНИЯ

**Кислотное число***(ОФС «Кислотное число»).* От 65 до 95 в пересчёте на сухое вещество.

Определение проводят с использованием 1,00 г крупноизмельчённого испытуемого образца. Конечную точку титрования определяют потенциометрическим методом (ОФС «Потенциометрическое титрование»).

**Канифоль.** Метод ТСХ (*ОФС «Тонкослойная хроматография»*). В условиях, описанных в идентификации А, со следующими изменениями.

*Испытуемый раствор*. 50 мг испытуемого образца, измельчённого в порошок (сито № 500), растворяют при нагревании в смеси 0,5 мл *метиленхлорида* и 0,5 мл *метанола.*

*Раствор сравнения*. 2,0 мг *тимолфталеина*растворяют в 1,0 мл *метанола*.

*Детектирование*: пластинку исследуют в УФ-свете при длине волны 254 нм; должна наблюдаться зонагашения флуоресценции на хроматограмме испытуемого раствора на уровне зоны гашения флуоресценции на хроматограмме раствора сравнения, соответствующей тимолфталеину;

Далее пластинку обрабатывают *анисового альдегида раствором уксуснокислым в метаноле*, нагревают при температуре 100–105 °С в течение 5–10 мин и исследуют при дневном свете.

*Требование:*

- на хроматограмме раствора сравнения должна наблюдаться зона адсорбции красновато-фиолетового цвета; ни одна из зон гашения на хроматограмме испытуемого раствора, которая соответствует зоне гашения флуоресценции на хроматограмме раствора сравнения (тимолфталеин), не должна менять цвет на более или менее интенсивный фиолетовый или коричневатый(канифоль). Любые бледные фиолетовые зоны на данном уровне, не исчезающие перед опрыскиванием и нагреванием, не учитывают.

**Мышьяк***(ОФС «Мышьяк», метод 1)*. Не более 3 ppm.

0,33 г испытуемого образца и 5 мл *серной кислоты концентрированной* помещаютв колбу для минерализации, осторожно прибавляют несколько мл *водорода пероксида раствора концентрированного* и нагревают до кипения, до получения прозрачного, бесцветного раствора. Нагревание продолжают до максимально полного удаления воды и серной кислотыи доводят объём *водой* до 25 мл.

**Потеря в массе при высушивании***(ОФС «Потеря в массе при высушивании»)*.Не более2,0 %для неотбеленного шеллака; не более 6,0 % для отбеленного шеллака.

1,0000 г испытуемого образца, измельчённого в порошок (сито № 500), высушивают в сушильном шкафу при температуре 40–45 °С в течение 24 ч.

**Остаточные органические растворители**(*ОФС «Остаточные органические растворители»*).

**Микробиологическая чистота.**Испытуемый образец должен выдерживать требования испытания на микробиологическую чистоту.

ХРАНЕНИЕ

В защищённом от света месте.Отбеленный шеллак и отбеленный, депарафинизированный шеллак хранят при температуре не выше 15 °С.