

# ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ФС.0.0.0000

Вводится впервые

## ЛИМОНА ОКОЛОПЛОДНИКОВ СВЕЖИХ МАСЛО ЭФИРНОЕ

*Citri limonis pericarpiorum recentum oleum aethereum*

Lemon oil

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Масло эфирное, полученное путём подходящей механической обработки, без нагревания, из свежих околоплодников лимона – *Citrus limon* (L.) Burm. f., сем. рутовых – *Rutaceae*.

### СВОЙСТВА

**Описание:** прозрачная, подвижная, светло-жёлтая или зеленовато-жёлтая жидкость с характерным запахом. При низких температурах может мутнеть.

### ИДЕНТИФИКАЦИЯ

*Первая идентификация:* Б.

*Вторая идентификация:* А.

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

*Испытуемый раствор.* 1 мл испытуемого образца смешивают с 1 мл толуола Р.

*Раствор сравнения.* 10 мг цитронтена Р и 50 мкл цитраля Р растворяют в толуоле Р и доводят тем же растворителем до объёма 10 мл.

*Условия хроматографирования:*

- ТСХ пластинка со слоем силикагеля GF<sub>254</sub> Р;
- подвижная фаза: этилацетат Р – толуол Р (15:85 об/об);
- объём вводимой пробы: 10 мкл, в виде полос;

- *пробег фронта подвижной фазы*: на расстоянии 15 см;
- *высушивание*: на воздухе;
- *детектирование А*: просматривают в ультрафиолетовом свете при длине волны 254 нм.

*Требования А:*

– на хроматограмме раствора сравнения должны обнаруживаться зона адсорбции с флуоресценцией светло-синего цвета (цитроптен), выше должна обнаруживаться зона гашения (цитраль);

– на хроматограмме испытуемого раствора должны обнаруживаться: зона гашения (биакангелицин), над ней обнаруживаться зона гашения (производные псоралена), выше обнаруживаться зона адсорбции с флуоресценцией светло-голубого цвета (цитроптен) на уровне зоны адсорбции цитроптена, над ней зона адсорбции тёмно-синего цвета (5-геранилокси-7-метокикумарин), выше зона гашения (цитраль) на уровне зоны гашения цитраля, над ней зона гашения (беграмотин); допускается обнаружение других зон адсорбции.

– *детектирование В*: просматривают в ультрафиолетовом свете при длине волны 365 нм.

*Требование В:*

– на хроматограмме раствора сравнения должна обнаруживаться зона адсорбции с флуоресценцией ярко-синего цвета (цитроптен), выше должна обнаруживаться зона гашения флуоресценции (цитраль);

– на хроматограмме испытуемого раствора должны обнаруживаться зона адсорбции оранжевого цвета (биакангелицин), над ней зона адсорбции с флуоресценцией жёлтого цвета (производные псоралена), выше зона адсорбции с флуоресценцией яркого фиолетово-синего цвета (цитроптен), на уровне зоны адсорбции цитроптена, над ней зона адсорбции с флуоресценцией ярко-синего цвета (5-геранилокси-7-метоксикумарин), выше зона гашения (цитраль), на уровне зоны гашения (цитраля), над ней зона адсорбции с флуоресценцией жёлтого цвета (беграмотин); допускается обнаружение

других зон адсорбции.

Б. Используют хроматограммы, полученные в испытании «Хроматографический профиль».

*Требование:* на хроматограмме испытуемого раствора время удерживания основных пиков должно соответствовать времени удерживания пиков на хроматограмме раствора сравнения.

## ИСПЫТАНИЯ

**Относительная плотность** (ОФС «Относительная плотность»). От 0,850 до 0,858.

**Показатель преломления** (ОФС «Показатель преломления (индекс рефракции)»). От 1,473 до 1,476.

**Угол оптического вращения** (ОФС «Оптическое вращение»). От +5,7° до +7,0°. Определение проводят с использованием кюветы для образца длиной 0,1 дм.

**Вода в эфирных маслах** (ОФС «Вода в эфирных маслах»).

**Жирные масла и осмолившиеся эфирные масла в эфирных маслах** (ОФС «Жирные масла и осмолившиеся эфирные масла в эфирных маслах»).

**Оптическая плотность** (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»). 0,250 г испытуемого образца растворяют в этаноле (96 %), перемешивают и доводят тем же растворителем до объёма 100,0 мл. Измеряют оптическую плотность в интервале длины волны от 260 нм до 400 нм. При использовании режима ручного сканирования измеряют оптическую плотность с интервалом 5 нм от длины волны 260 нм до достижения длины волны, которая приблизительно меньше на 12 нм ожидаемого максимума поглощения. Затем измеряют оптическую плотность 3 раза с интервалом 3 нм, далее измеряют с интервалом 1 нм до приблизительно 5 нм после максимума поглощения. Далее измеряют оптическую плотность с интервалом 10 нм до длины волны 400 нм. Строят график, где оптическая плотность откладывается по оси ординат, а длина волны – по оси абсцисс. На графике проводят прямую линию между точками

А и Б (рисунок 1). Максимум поглощения (точка В) находится при длине волны  $315 \pm 3$  нм. Из точки В проводят прямую перпендикулярную оси абсцисс, пересекающую прямую АБ в точке Г. Вычитают значение оптического поглощения, соответствующее точке Г, из значения оптического поглощения, соответствующего точке В, полученное значение должно быть от 0,20 до 0,96, а для лимона околоплодников свежего масла эфирного итальянского типа не менее 0,45.

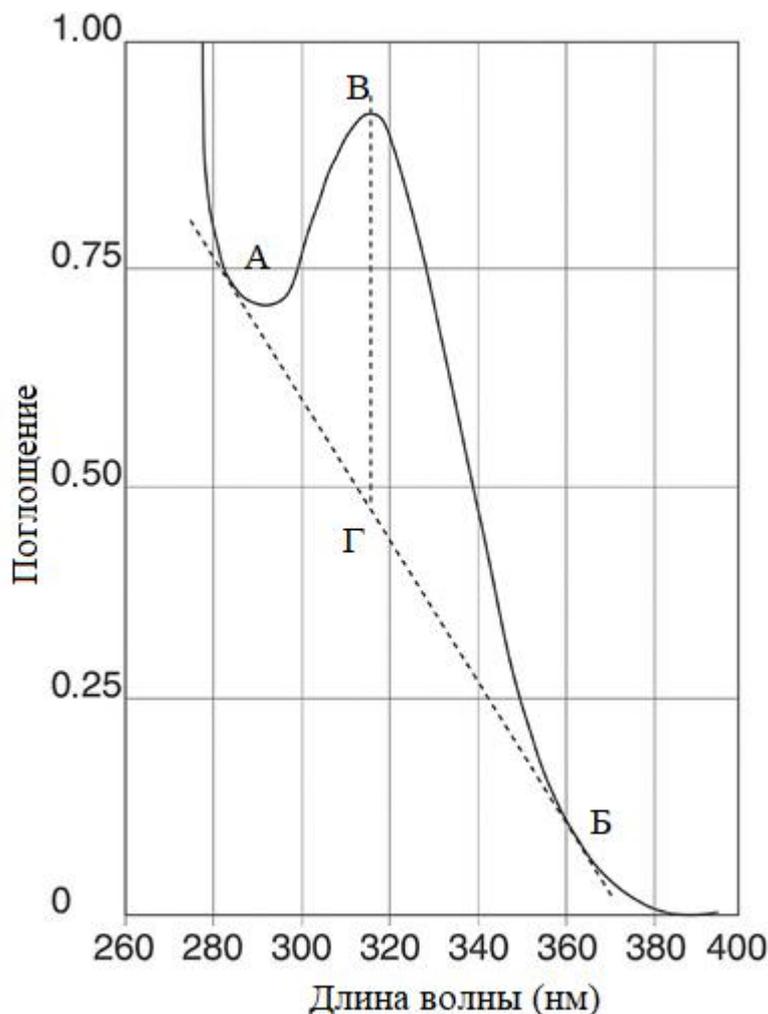


Рисунок 1 – стандартный спектр оптической плотности лимона околоплодников свежих масла эфирного.

**Хроматографический профиль.** Определение проводят методом газовой хроматографии (ОФС «Газовая хроматография») с использованием метода нормализации.

*Испытуемый раствор.* Испытуемый образец.

*Раствор сравнения.* 20 мкл  $\beta$ -пинена *P*, 10 мкл сабинена *P*, 100 мкл лимонена *P*, 10 мкл  $\gamma$ -терпинена *P*, 5 мкл  $\beta$ -кариофиллена *P*, 20 мкл цитраля *P* (состоящего из нералья и гераниаля), 5 мкл  $\alpha$ -терпинеола *P* 5 мкл нерилацетата *P* и 5 мкл геранилацетата *P* растворяют в 1 мл ацетона *P*.

*Условия хроматографирования:*

– колонка: из плавленного кварца, длиной от 30 м (толщина плёнки 1 мкм) до 60 м (толщина плёнки 0,2 мкм) и внутренним диаметром 0,25 – 0,53 мм, заполненная макрогелом 20 000 *P*;

– газ носитель: гелий для хроматографии *P*;

– скорость потока: 1,0 мл/мин;

– деление потока: 1:100;

– температура:

Элемент	Время (мин)	Температура (°C)
Колонка	0–6	45
	6–21	45→90
	21–39	90→180
	39–55	180
Инжектор		220
Детектор		220

– детектор: пламенно-ионизационный;

– объём вводимой пробы: 0,5 мкл раствора сравнения и 0,2 мкл испытуемого раствора;

*Порядок элюирования веществ:* соответствует порядку, указанному в методике приготовления раствора сравнения; отмечают времена удерживания этих компонентов.

*Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения):*

– разрешение ( $R_s$ ): не менее 1,5 между пиками  $\beta$ -пинена и сабинена, не менее 1,5 между пиками гераниаля и геранилацетата.

*Идентификация пиков компонентов:* для идентификации пиков компонентов на хроматограмме испытуемого раствора используют времена удерживания соответствующих компонентов на хроматограмме раствора

сравнения. Содержание указанных компонентов в испытуемом образце вычисляют в процентах.

*Пределы содержания компонентов:*

- $\beta$ -пинена: от 7,0 % до 17,0 %;
- сабинена: от 1,0 % до 3,0 %;
- лимонена: от 56,0 % до 78,0 %;
- $\gamma$ -терпинена: от 6,0 % до 12,0 %;
- $\beta$ -кариофиллена: не более 0,5 %;
- нераль: от 0,3 % до 1,5 %;
- $\alpha$ -терпинеол: не более 0,6 %;
- нерилацетата: от 0,2% до 0,9 %;
- гераниаль: от 0,5 % до 2,3 %;
- геранилацетата: от 0,1 % до 0,8 %;

**Остаток после выпаривания** (ОФС «Остаток после выпаривания эфирных масел»). От 1,8 % до 3,6 %.

Выпаривают на водяной бане в течение 4 ч.

## ХРАНЕНИЕ

В соответствии с ОФС «Масла эфирные».

## ИНФОРМАЦИЯ О МАРКИРОВКЕ

*При необходимости, в информации указывают, что содержится лимона околоплодников свежих масло эфирное итальянского типа.*