

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ФС.0.0.0000

Вводится впервые

СОСНЫ ЖИВИЦЫ МАСЛО ЭФИРНОЕ ОЧИЩЕННОЕ

Pini resinae oleum aethereum purificatum

Pine resin essential oil purified

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Масло эфирное, полученное перегонкой с водяным паром с последующей ректификацией при температуре ниже 180 °С из живицы, полученной путём надреза сосны приморской (*Pinus pinaster Aiton*) и/или сосны Массона (*Pinus massoniana D.Don*), сем. сосновых – *Pinaceae*. Возможно добавление подходящего антиоксиданта.

СВОЙСТВА

Описание: прозрачная, бесцветная или светло-жёлтая жидкость с характерным запахом.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Первая идентификация: Б.

Вторая идентификация: А.

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

Испытуемый раствор. 1 мл испытуемого образца разводят в толуоле *Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл.

Раствор сравнения. 10 мкл β -кариофиллена *Р*, 10 мг кариофиллена оксида *Р* растворяют в толуоле *Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл.

Условия хроматографирования:

– ТСХ пластинка со слоем силикагеля P (5-40 мкм) [или ТСХ пластинка со слоем силикагеля P (2-10 мкм)];

– подвижная фаза: этилацетат P – толуол P (5:95 об/об);

– объём наносимой пробы: 10 мкл [или 2 мкл] в виде полос длиной 10 мм [или 8 мм].

– пробег фронта подвижной фазы: на расстоянии 15 см [или 6 см];

– высушивание: на воздухе;

– детектирование: обрабатывают анисового альдегида раствором P и нагревают при 100–105 °С в течение 5–10 мин; просматривают при дневном свете.

Требование:

– на хроматограмме раствора сравнения должна обнаруживаться зона адсорбции розового цвета (кариофиллена оксид) в средней части пластинки; зона адсорбции розового цвета (β -кариофиллен) в верхней части пластинки.

– на хроматограмме испытуемого раствора должны обнаруживаться зона адсорбции фиолетово-коричневого цвета в нижней части пластинки; зона адсорбции розового цвета (кариофиллена оксид) в средней части пластинки; зона адсорбции розового цвета на уровне зоны адсорбции β -кариофиллена в верхней части пластинки; ниже зоны адсорбции кариофиллена оксида допускается обнаружение других зон адсорбции.

Б. Газовая хроматография (ОФС «Газовая хроматография»).
Используют хроматограммы, полученные в испытании на «Хроматографический профиль».

Требование: на хроматограмме испытуемого раствора время удерживания основных пиков должно совпадать с временем удерживания пиков на хроматограмме раствора сравнения (а).

ИСПЫТАНИЯ

Относительная плотность (ОФС «Относительная плотность»). От 0,856 до 0,872.

Показатель преломления (ОФС «Показатель преломления (индекс рефракции)»). От 1,465 до 1,475.

Угол оптического вращения (ОФС «Оптическое вращение»). От -40° до -28° .

Кислотное число (ОФС «Кислотное число»). Не более 1,0.

Пероксидное число (ОФС «Пероксидное число», метод 2.). Не более 20.

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

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

Хроматографический профиль. Газовая хроматография (ОФС «Газовая хроматография») с использованием метода нормализации.

Испытуемый раствор. 1,0 мл испытуемого образца разводят в гептане *P* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10,0 мл.

Раствор сравнения(а). 30 мкл α -пинена *P*, 10 мг камфена *P*, 20 мкл β -пинена *P*, 10 мкл кар-3-ена *P*, 10 мкл β -мирцена *P*, 20 мкл лимонена *P*, 10 мкл лонгифолена *P*, 10 мкл β -кариофиллена *P* и 10 мг кариофиллена оксида *P* растворяют в гептане *P* и доводят объём раствора тем же растворителем до 1,0 мл.

Раствор сравнения (б). 5 мкл β -кариофиллена *P* растворяют в гептане *P* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл, 0,1 мл полученного раствора доводят гептаном *P* до 1,0 мл.

Условия хроматографирования:

– колонка: из плавленого кварца длиной 60 м и внутренним диаметром 0,25 мм, покрытая слоем макрогела 20 000 *P* толщиной 0,25 мкм;

– газ-носитель: гелий для хроматографии *P*;

– скорость потока: 1,0 мл/мин;

– деление потока: 1:200;

– температура:

	Время (мин)	Температура (°C)
Колонка	0–10	60

	10–80 80–120	60→200 200
Инжектор		200
Детектор		250

– *детектор*: пламенно-ионизационный;

– *объём вводимой пробы*: 1,0 мкл.

Порядок элюирования веществ: соответствует порядку, в котором они перечислены в методике приготовления раствора сравнения (а); отмечают времена удерживания этих соединений.

Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения (а)):

– *разрешение (R_s)*: не менее 1,5 между пиками кар-3-ена и β -мирцена.

Определяют процентное содержание этих компонентов в испытуемом образце, которое находится в следующих пределах:

Пределы содержания компонентов:

– *α -пинен*: от 70,0 % до 85,0 %;

– *камфен*: от 0,5 % до 2,0 %;

– *β -пинен*: от 5,0 % до 20,0 %;

– *кар-3-ен*: не более 1,0 %;

– *β -мирцен*: от 0,4% до 1,5 %;

– *лимонен*: от 1,0 % до 7,0 %;

– *лонгифолен*: от 0,2 % до 4,0 %;

– *β -кариофиллен*: от 0,1 % до 3,0 %;

– *кариофиллена оксид*: не более 1,0 %;

Неучитываемый предел: площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (б) (0,05 %).

Остаток после выпаривания (ОФС «Остаток после выпаривания эфирных масел»). Не более 2,5%.

Определение проводят после нагревания на водяной бане в течение 3 ч.

ХРАНЕНИЕ

В соответствии с ОФС «Эфирные масла».