# ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ФС.0.0.0000

Вводится впервые

## ЛИМОНА МАСЛО

*Limonis aetheroleum*

Lemon oil

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Масло эфирное, полученное без нагревания подходящим механическим способом из свежих околоплодников *Citrus limon* (L.) Burm. f.

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 *цитроптена 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 $GF_{254}$ Р*;

– *подвижная фаза*: *этилацетат Р – толуол Р* (15:85 *об/об*);

– *объём наносимой пробы:* 10 мкл, в виде полос;

– *пробег фронта подвижной фазы*: более 15 см;

ПРОЕКТ

– *высушивание*: на воздухе;

– *детектирование А*: просматривают в ультрафиолетовом свете при длине волны 254 нм;

*Требование А*:

– на хроматограмме раствора сравнения должна 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 зона гашения (производные псоралена), выше – зона адсорбции с флуоресценцией светло-синего цвета (цитроптен) на уровне зоны адсорбции цитроптена, над ней – зона адсорбции тёмно-синего цвета (5-геранилокси-7-метоксикумарин), выше – зона гашения (цитраль) на уровне зоны гашения цитраля, над ней – зона гашения (бергамотин); допускается обнаружение других зон адсорбции.

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

*Требование Б*:

– 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 (бергамотин); допускается обнаружение других зон адсорбции.

ПРОЕКТ

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

*Требование*: на хроматограмме испытуемого раствора время удерживания основных пиков должно совпадать с временем 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 маслах эфирных** (*ОФС «Вода в маслах эфирных»*). Испытуемый образец должен выдерживать испытание.

**Масла жирные и масла эфирные осмолившиеся в маслах эфирных** (*ОФС «Масла жирные и масла эфирные осмолившиеся в маслах эфирных»*). Испытуемый образец должен выдерживать испытание.

**Оптическая плотность** (*ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»*). 0,250 г испытуемого образца растворяют в *этаноле (96 %) Р*, перемешивают и доводят тем же растворителем до объёма 100,0 мл. Измеряют оптическую плотность в диапазоне 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

ПРОЕКТ

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 ± 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 масла итальянского типа – не менее 0,45.

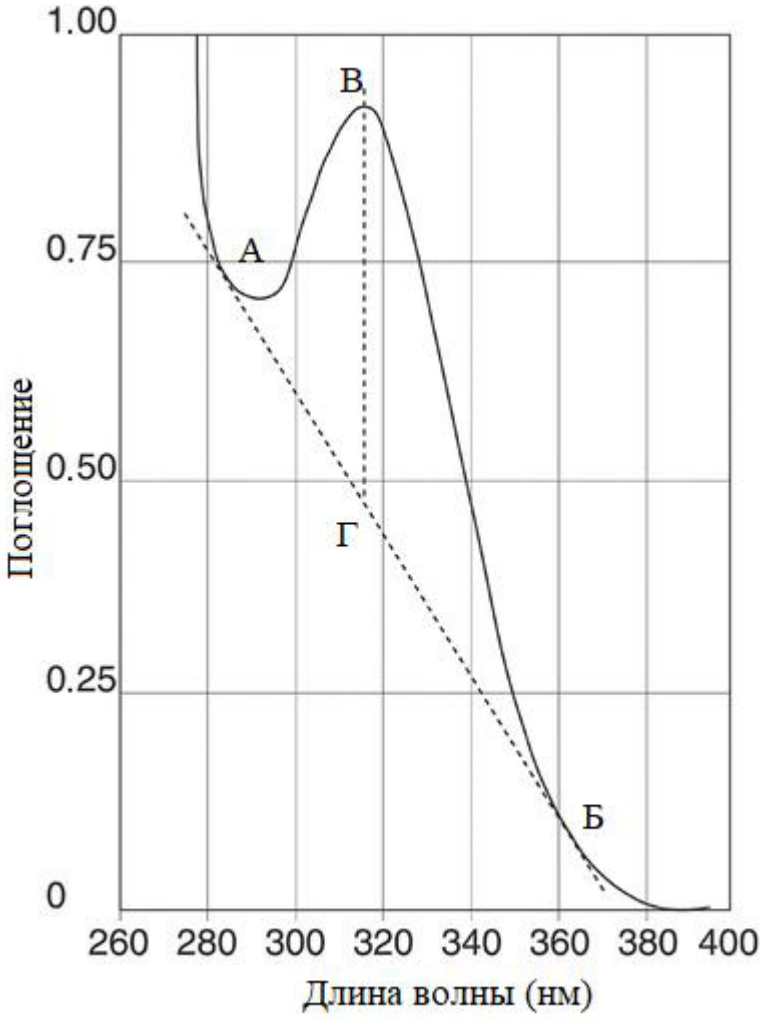


*Рисунок 1 – Стандартный спектр оптической плотности лимона масла эфирного.*

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

*Испытуемый раствор.* Испытуемый образец.

*Раствор сравнения.* 20 мкл *β-пинена Р*, 10 мкл *сабинена Р*, 100 мкл *лимонена Р*, 10 мкл *γ-терпинена Р*, 5 мкл *β-кариофиллена Р*, 20 мкл *цитраля Р* (состоящего из нераля и гераниаля), 5 мкл *α-терпинеола Р*, 5 мкл *нерилацетата Р* и 5 мкл *геранилацетата Р* растворяют в 1 мл *ацетона Р*.

*Условия хроматографирования*:

– *колонка*: из плавленого 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 *макроголом 20 000 Р*;

– *газ носитель: гелий для хроматографии Р*;

– *скорость потока:* 1,0 мл/мин;

– *деление потока:* 1:100;

– *температура*:

| | **Время (мин)** | **Температура (°С)** |
|---|---|---|
| Колонка | 0–6<br>6–21<br>21–39<br>39–55 | 45<br>45→90<br>90→180<br>180 |
| Порт ввода | | 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 время удерживания этих компонентов.

*Пригодность хроматографической системы* (раствор сравнения):

– *разрешение*: не менее 1,5 между пиками β-пинена и сабинена, не менее 1,5 между пиками гераниаля и геранилацетата.

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

ПРОЕКТ

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

*Пределы содержания компонентов:*

– *β-пинен*: от 7,0 % до 17,0 %;

– *сабинен*: от 1,0 % до 3,0 %;

– *лимонен*: от 56,0 % до 78,0 %;

– *γ-терпинен*: от 6,0 % до 12,0 %;

– *β-кариофиллен*: не более 0,5 %;

– *нераль*: от 0,3 % до 1,5 %;

– *α-терпинеол*: не более 0,6 %;

– *нерилацетат*: от 0,2 % до 0,9 %;

– *гераниаль*: от 0,5 % до 2,3 %;

– *геранилацетат*: от 0,1 % до 0,8 %;

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

Выпаривают на водяной бане в течение 4 ч.

ХРАНЕНИЕ

В соответствии с *ОФС «Масла эфирные»* при температуре, не превышающей 25°С.

ИНФОРМАЦИЯ О МАРКИРОВКЕ

*В информации указывают, где применимо, что содержится лимона масло итальянского типа.*

ПРОЕКТ