ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ФС.0.0.0000

Вводится впервые

МАНДАРИНА МАСЛО

Citri reticulatae aetheroleum

Mandarin oil

ПРОЕКТ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Масло эфирное, полученное без нагревания подходящей механической обработкой из свежих околоплодников плодов *Citrus reticulata* Blanco.

СВОЙСТВА

***Описание*:** зеленоватая, жёлтая или красновато-оранжевая жидкость, проявляющая голубую флуоресценцию, с характерным запахом.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Первая идентификация: *Б.*

Вторая идентификация: *А.*

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

Испытуемый раствор. 0,1 мл испытуемого образца растворяют в *толуоле Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 1 мл.

Раствор сравнения. 2 мкл *метил-N-метилантранилата Р*, 4 мг *гвайазулена Р* и 10 мг *α-терпинеола Р* растворяют в 10 мл *толуола Р*.

Условия хроматографирования:

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

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

– *объём наносимой пробы*: 10 мкл [или 2 мкл] в виде полос;

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

– *высушивание*: на воздухе;

– *детектирование А*: просматривают в ультрафиолетовом свете при 365 нм.

Требование А:

– на хроматограмме раствора сравнения должны обнаруживаться: зона адсорбции с флуоресценцией голубого цвета (метил-*N*-метилантранилат);

– на хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться зона адсорбции с флуоресценцией интенсивного голубого цвета на уровне зоны адсорбции метил-N-метилантранилата; допускается обнаружение других зон адсорбции.

– *детектирование В:* опрыскивают раствором 200 г/л *фосфорномолибденой кислоты Р* в *этаноле (96 %) Р,* нагревают при 100 °С в течение 10 мин и просматривают при дневном свете.

Требование В:

– на хроматограмме раствора сравнения должны обнаруживаться: зона адсорбции синего цвета (α-терпинеол) в нижней части пластинки и зона адсорбции синего цвета (гуаязулен) в верхней части пластинки;

– на хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться зона адсорбции синего цвета на уровне зоны адсорбции α-терпинеола; зона адсорбции синего цвета в средней части пластинки; в верхней части пластинки зона адсорбции синего цвета ниже уровня зоны адсорбции гуаязулена, зона адсорбции синего цвета на уровне зоны адсорбции гуаязулена, зона адсорбции синего цвета выше уровня зоны адсорбции гуаязулена; допускается обнаружение других зон адсорбции.

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

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

ПРОЕКТ

ИСПЫТАНИЯ

Относительная плотность (*ОФС «Относительная плотность»*). От 0,848 до 0,855.

Показатель преломления (*ОФС «Показатель преломления* (*индекс рефракции*)*»*). От 1,474 до 1,478.

Угол оптического вращения (*ОФС «Оптическое вращение»*). От +6,4° до +7,5° (измерение в трубке длиной 0,1 дм).

Остаток после выпаривания (*ОФС «Остаток после выпаривания масел эфирных»*). От 1,6 % до 4,0 %.

Испытуемый образец выпаривают на водяной бане в течение 4 ч.

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.

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

Испытуемый раствор. 0,20 г испытуемого образца растворяют в *гептане Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10,0 мл.

Раствор сравнения (а). 5 мкл *α-пинена Р,* 5 мкл *сабинена Р,* 5 мкл *β-пинена Р,* 5 мкл *β-мирцена Р,* 5 мкл *п-цимена Р*, 70 мкл *лимонена Р,* 20 мкл *γ-терпинена Р* и 5 мкл *метил-N-метилантранилата Р* растворяют в *гептане Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 5,0 мл.

Раствор сравнения (б). 5 мкл *лимонена Р* растворяют в 50 мл *гептана Р.* 0,5 мл полученного раствора доводят *гептаном Р* до объёма 5,0 мл.

Условия хроматографирования:

– *колонка*: из плавленого кварца длиной 60 м и внутренним диаметром 0,25 мм, покрытая слоем *фенил(5)метил(95)полисилоксана Р* толщиной 0,25 мкм.

ПРОЕКТ

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

– *скорость потока*: 1,4 мл/мин;

– *деление потока*: 1:70;

– *температура*:

	Время (мин)	**Температура (°С)**
Колонка	0–90	50→230
Порт ввода		250
Детектор		250

– *детектор:* пламенно-ионизационный;

– *объём вводимой пробы:* 1 мкл

Порядок элюирования веществ: соответствует порядку, указанному в методике приготовления раствора сравнения (а); отмечают время удерживания этих компонентов.

Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения (а)):

– *разрешение*: не менее 1,5 между пиками сабинена и β-пинена; не менее 1,5 между пиками п-цимена и лимонена.

Идентификация пиков компонентов: для идентификации пиков на хроматограмме испытуемого раствора используют времена удерживания соответствующих компонентов на хроматограмме раствора сравнения (а), пик гептана не учитывается.

Содержание каждого указанного компонента рассчитывают в процентах.

Пределы содержания компонентов:

– *α-пинен*: от 1,6 % до 3,0 %;

– *сабинен*: не более 0,3 %;

– *β-пинен*: от 1,2 % до 2,0 %;

– *β-мирцен*: от 1,5 % до 2,0 %;

– *п-цимен:* не более 1,0 %;

– *лимонен*: от 65,0 % до 75,0 %;

– *γ-терпинен:* от 16,0 % до 22,0 %;

ПРОЕКТ

– *метил-N-метилантранилат:* от 0,30 % до 0,60 %;

– *неучитываемый предел*: площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (б).

ХРАНЕНИЕ

В соответствии с *ОФС «Масла эфирные».*

ПРОЕКТ