ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ФС.2.7.0002

НЕРОЛИ МАСЛО

Neroli aetheroleum

Neroli oil

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Масло эфирное, полученное перегонкой с водяным паром из свежих цветков *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium* L. (*C. aurantium* L. subsp. *Amara* Engl.).

СВОЙСТВА

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

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Первая идентификация: Б.

Вторая идентификация: А.

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

Просматривают хроматограммы, полученные в испытании *Бергаптен*.

Требование А:

– на хроматограмме раствора сравнения должна обнаруживаться зона адсорбции с флуоресценцией зеленовато-жёлтого цвета (бергаптен) в средней части пластинки, над ней – зона адсорбции с флуоресценцией синего цвета (метилантранилат);

– на хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться зона адсорбции со слабой флуоресценцией синего цвета на уровне зоны адсорбции метилантранилата; допускается обнаружение других зон адсорбции.

ПРОЕКТ

Детектирование Б: опрыскивают *анисового альдегида раствором Р*; нагревают при температуре от 100 °С до 105 °С в течение 10 мин и просматривают в ультрафиолетовом свете при длине волны 365 нм.

Требование Б:

– на хроматограмме раствора сравнения должна обнаруживаться зона адсорбции с флуоресценцией зеленовато-жёлтого цвета (бергаптен) в средней части пластинки, над ней – зона адсорбции с флуоресценцией коричневато-красного цвета (линалоол), выше неё – зона адсорбции с флуоресценцией синего цвета (метилантранилат); зона адсорбции с флуоресценцией коричневато-красного цвета (линалилацетат) в верхней части пластинки;

– на хроматограмме испытуемого раствора должны обнаруживаться несколько зон адсорбции с флуоресценцией синего и коричневато-красного цвета в нижней части пластинки, зона адсорбции с флуоресценцией коричневато-красного цвета на уровне зоны адсорбции линалоола, над ней – зона адсорбции со слабой флуоресценцией коричневато-красного цвета, выше неё – зона адсорбции со слабой флуоресценцией синего цвета на уровне зоны адсорбции метилантранилата; зона адсорбции с яркой флуоресценцией коричневато-красного цвета на уровне зоны адсорбции линалилацетата, над ней – зона адсорбции с флуоресценцией коричневого цвета; допускается обнаружение других зон адсорбции.

На хроматограмме испытуемого раствора интенсивность зоны адсорбции линалоола выше, чем зоны адсорбции линалилацетата.

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

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

ИСПЫТАНИЯ

Относительная плотность (*ОФС «Относительная плотность»*).

ПРОЕКТ

От 0,863 до 0,880.

Показатель преломления (*ОФС «Показатель преломления (индекс рефракции)»*). От 1,464 до 1,474.

Угол оптического вращения (*ОФС «Оптическое вращение»*). От +1,5° до +11,5°.

Кислотное число (*ОФС «Кислотное число»*). Не более 2,0.

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.

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

Испытуемый раствор. 0,1 г испытуемого образца растворяют в *этаноле (96 %) Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 5,0 мл.

Раствор сравнения. 2 мкл *метилантранилата Р*, 10 мкл *линалилацетата Р*, 20 мкл *линалоола Р* и 5 мг *бергаптена Р* растворяют в *этаноле (96 %) Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10,0 мл.

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 8 см];

– высушивание: на воздухе;

– детектирование: в ультрафиолетовом свете при длине волны 365 нм;

Требование: на хроматограмме испытуемого раствора должна отсутствовать зона, соответствующая зоне флуоресценции бергаптена на хроматограмме раствора сравнения.

Хиральная чистота. Газовая хроматография (*ОФС «Газовая*

ПРОЕКТ

хроматография»).

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

Раствор сравнения. К 10 мкл *линалоола Р* прибавляют 10 мкл *линалилацетата Р.* Доводят объём раствора *пентаном Р* до 10,0 мл.

Условия хроматографирования:

– *колонка*: из плавленого кварца длиной 25 м и внутренним диаметром 0,25 мм, покрытая слоем *β-циклодекстрина для хиральной хроматографии, модифицированного Р,* толщиной плёнки0,25 мкм;

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

– *скорость потока*: 1,3 мл/мин;

– *деление потока*: 1:30;

– *температура*:

	Время (мин)	**Температура (°С)**
Колонка	0–65	50→180
Порт ввода		230
Детектор		230

– *детектор*: пламенно-ионизационный;

– *объём вводимой пробы*: 1 мкл.

Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения):

– *разрешение*: не менее 5,5 между пиками (R)(-)-линалоола (первый пик) и (S)(+)-линалоола (второй пик); не менее 2,7 между пиками (R)(-)-линалилацетата (третий пик) и (S)(+)-линалилацетата (четвёртый пик).

Содержание указанных (S)-энантиомеров в процентах рассчитывают по формуле:

$$\frac{A_1}{A_1 + A_2} \cdot 100,$$

где: A_1 – площадь пика, соответствующего (S)-энантиомера;

A_2 – площадь пика, соответствующего (R)-энантиомера.

Пределы содержания примесей:

ПРОЕКТ

– *(S)(+)-линалоол*: не более 30 %;

– *(S)(+)-линалилацетат*: не более 5 %.

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

Испытуемый раствор. Испытуемый образец.

Раствор сравнения (а). 20 мкл *β-пинена Р*, 5 мг *сабинена Р*, 40 мкл *лимонена Р*, 40 мкл *линалоола Р, 20 мкл линалилацетата Р,* 5 мг *α-терпинеола Р*, 5 мкл *нерилацетата Р,* 5 мкл *геранилацетата Р*, 5 мкл *транс-неролидола Р*, 5 мкл *метилантранилата Р* и 5 мкл *(E,E)-фарнезола Р* растворяют в 2 мл *гептана Р*.

Раствор сравнения (б). 5 мкл *метилантранилата Р* растворяют в *гептане Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл.

Условия хроматографирования:

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

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

– *скорость потока*: 1,5 мл/мин;

– *деление потока*: 1:100;

– *температура*:

	Время (мин)	**Температура (°С)**
Колонка	0–4 4-42,8 42,8-63	75 75→230 230
Порт ввода		270
Детектор		270

– *детектор*: пламенно-ионизационный;

– *объём вводимой пробы*: 0,2 мкл.

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

Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения (а)):

ПРОЕКТ

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

Идентификация пиков компонентов: для идентификации пиков компонентов на хроматограмме испытуемого раствора используют времена удерживания соответствующих компонентов на хроматограмме раствора сравнения (а).

Пределы содержания компонентов:

– *β-пинен*: от 7,0 % до 17,0 %;

– *лимонен*: от 9,0 % до 18,0 %;

– *линалоол*: от 28,0 % до 44,0 %;

– *линалилацетат*: от 2,0 % до 15,0 %;

– *α-терпинеол:* от 2,0 % до 5,5 %;

– *нерилацетат*: не более 2,5 %;

– *геранилацетат*: от 1,0 % до 5,0 %;

– *транс-неролидол*: от 1,0 % до 5,0 %;

– *метилантранилат:* от 0,1 % до 1,0 %;

– *(E,E)-фарнезол P:* от 0,8 % до 4,0 %;

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

ХРАНЕНИЕ

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

ПРОЕКТ