ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ФС.0.0.0000

Вводится впервые

ШЕЛЛАК

Lacca

Shellac

[9000-59-3]

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Очищенный материал, полученный из смолистого секрета женской особи насекомого *Kerria lacca* (Kerr) Lindinger (*Laccifer lacca* Kerr). В зависимости от типа обработки первичного сырья (сырцового шеллака) получают четыре типа шеллака: воскосодержащий шеллак, отбеленный шеллак, депарафинизированный шеллак и отбеленный депарафинизированный шеллак.

Воскосодержащий шеллак получают из сырцового шеллака: его очищают фильтрацией расплавленного сырья и (или) горячей экстракцией подходящим растворителем.

Отбеленный шеллак получают из сырцового шеллака обработкой натрия гипохлоритом после растворения в подходящем щелочном растворе, осаждением разбавленной кислотой и высушиванием.

Депарафинизированный шеллак получают из воскосодержащего шеллака или сырцового шеллака обработкой подходящим растворителем и удалением нерастворимого воска фильтрацией.

Отбеленный депарафинизированный шеллак получают из воскосодержащего шеллака или сырцового шеллака обработкой натрия гипохлоритом после растворения в подходящем щелочном растворе; нерастворимый воск удаляют фильтрацией. Шеллак осаждают разбавленной кислотой и высушивают.

ПРОЕКТ

СВОЙСТВА

***Описание*:** коричневато-оранжевые или жёлтые, блестящие, полупрозрачные, прочные или ломкие, более или менее тонкие хлопья (воскосодержащий шеллак и депарафинизированный шеллак); или кремовато-белый или коричневато-жёлтый порошок (отбеленный шеллак и отбеленный депарафинизированный шеллак).

***Растворимость*:** практически нерастворима в воде, растворима с образованием более или менее опалесцирующего раствора (воскосодержащий шеллак и отбеленный шеллак) или прозрачного раствора (депарафинизированный шеллак и отбеленный депарафинизированный шеллак) в этаноле безводном.

При нагревании умеренно растворима или растворима в растворах гидроксидов щелочных металлов.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

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

Испытуемый раствор. 0,25 г испытуемого образца, измельчённого в порошок (сито № 500) (*ОФС «Ситовой анализ»*), нагревают на водяной бане с 2 мл *натрия гидроксида раствора разбавленного Р* в течение 5 мин. Охлаждают, прибавляют 5 мл *этилацетата Р* и медленно, при перемешивании, 2 мл *уксусной кислоты разбавленной Р*. Встряхивают и фильтруют верхний слой через *натрия сульфат безводный Р*.

Раствор сравнения. 6,0 мг *алеуритиновой кислоты Р* растворяют в 1,0 мл *метанола Р*, при необходимости слегка нагревая.

Условия хроматографирования:

− *ТСХ пластинка со слоем силикагеля F_{254} Р*;

− *подвижная фаза: уксусная кислота Р – метанол Р – метиленхлорид Р – этилацетат Р* (1:8:32:60 *об/об/об/об)*;

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

ПРОЕКТ

– *пробег фронта подвижной фазы*: после того как фронт подвижной фазы пройдёт более 15 см от линии старта, повторяют ещё раз аналогичным образом;

– *высушивание*: на воздухе;

– *детектирование*: опрыскивают *анисового альдегида раствором Р*, нагревают при температуре от 100 °С до 105 °С в течение 5 мин – 10 мин и просматривают при дневном свете.

Требование: на хроматограмме испытуемого раствора должно обнаруживаться несколько окрашенных зон адсорбции, одна из которых по положению и окраске должна быть схожа с зоной адсорбции на хроматограмме раствора сравнения, над этой зоной адсорбции должна обнаруживаться зона адсорбции розового цвета, под ними – несколько зон адсорбции фиолетового цвета; ниже зоны адсорбции алеуритиновой кислоты должна обнаруживаться зона адсорбции светло-голубого цвета (шеллоловая кислота) и рядом с ней зоны адсорбции того же цвета, но меньшей интенсивности; допускается наличие других зон адсорбции бледно-серого или фиолетового цвета.

Б. Используют хроматограммы, полученные в испытании *Канифоль*.

Требование: для воскосодержащего шеллака – на хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться более или менее интенсивная зона адсорбции голубовато-серого цвета, расположенная непосредственно над зоной адсорбции тимолфталеина на хроматограмме раствора сравнения; для депарафинизированного шеллака непосредственно над зоной адсорбции тимолфталеина на хроматограмме раствора сравнения такая зона адсорбции обнаруживаться не должна.

ИСПЫТАНИЯ

Кислотное число (*ОФС «Кислотное число»*). От 65 до 95 в пересчёте на сухое вещество.

ПРОЕКТ

Определение проводят с использованием 1,00 г крупно измельчённого испытуемого образца. Конечную точку титрования определяют потенциометрически (*ОФС «Потенциометрическое титрование»*).

Канифоль. Тонкослойная хроматография (*ОФС «Тонкослойная хроматография»*) в условиях, описанных в идентификационном испытании А, со следующими изменениями.

Испытуемый раствор. 50 мг испытуемого образца, измельчённого в порошок (сито № 500) (*ОФС «Ситовой анализ»*), растворяют при нагревании в смеси 0,5 мл *метиленхлорида Р* и 0,5 мл *метанола Р.*

Раствор сравнения. 2,0 мг *тимолфталеина Р* растворяют в 1,0 мл *метанола Р*.

Детектирование: в ультрафиолетовом свете при длине волны 254 нм; отмечают зоны гашения флуоресценции на хроматограмме испытуемого раствора, которые имеют схожие значения R_F с зоной гашения флуоресценции на хроматограмме раствора сравнения, соответствующей тимолфталеину; опрыскивают *анисового альдегида раствором Р*, нагревают при температуре от 100 °С до 105 °С в течение 5 мин – 10 мин и просматривают при дневном свете.

Требование: на хроматограмме раствора сравнения должна обнаруживаться основная зона адсорбции красновато-фиолетового цвета (тимолфталеин). Ни одна из зон гашения флуоресценции на хроматограмме испытуемого раствора, которая имеет схожее значение R_F с зоной гашения флуоресценции на хроматограмме раствора сравнения, соответствующей тимолфталеину, не должна иметь более или менее интенсивную фиолетовую или коричневатую окраску (канифоль). Не учитывают любые бледные фиолетовые зоны на данном уровне, которые не проявляли гашения перед опрыскиванием и нагреванием.

Мышьяк (*ОФС «Мышьяк», метод А*). Не более 3 ppm.

0,33 г испытуемого образца и 5 мл *серной кислоты Р* помещают в колбу для минерализации, осторожно прибавляют несколько миллилитров

ПРОЕКТ

водорода пероксида раствора концентрированного Р и нагревают до кипения до получения прозрачного, бесцветного раствора. Нагревание продолжают до максимально полного удаления воды и серной кислоты и доводят объём *водой Р* до 25 мл.

Потеря в массе при высушивании (*ОФС «Потеря в массе при высушивании»*). Не более 2,0 % для неотбеленного шеллака и не более 6,0 % для отбеленного шеллака.

1,000 г испытуемого образца, измельчённого в порошок (сито № 500) (*ОФС «Ситовой анализ»*), высушивают в сушильном шкафу при температуре от 40 °С до 45 °С в течение 24 ч.

ХРАНЕНИЕ

В защищённом от света месте. Отбеленный шеллак и отбеленный депарафинизированный шеллак хранят при температуре не выше 15 °С.

ИНФОРМАЦИЯ О МАРКИРОВКЕ

Указывают тип шеллака.

ПРОЕКТ