DOI 10.33952/2542-0720-2019-3-19-122-132
УДК 633.81: 543.8

Тимашева Л. А., Пехова О. А., Данилова И. Л.

О МЕТОДИКЕ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭФИРНОГО МАСЛА В ГИДРОЛАТАХ

ФГБУН «Научно-исследовательский институт сельского хозяйства Крыма»

Реферат. *Гидролат − это натуральный продукт переработки эфиромасличного сырья, который находит широкое применение в парфюмерно-косметической, пищевой промышленности, бытовой химии и медицине. Основным показателем качества гидролатов является содержание эфирного масла и его компонентного состава. Применяемые в настоящее время методы оценки качества гидролатов парфюмерного назначения по этому показателю характеризуются трудоемкостью, применением токсичных, легколетучих, взрыво- и пожароопасных веществ в качестве экстрагента и значительной абсолютной ошибкой определения. Цель исследований – разработка методики количественного определения содержания эфирного масла в гидролатах из эфиромасличного сырья (Rosa spp., Lavandula angustifolia Mill., Salvia sclarea L., Hyssopus officinalis L., Origanum vulgare L., Satureja hortensis L., Mentha piperita L., Melissa officinalis L., Rosmarinus officinalis L.). В результате исследований разработана методика ГЖХ анализа (газожидкостная хроматография) с внутренним стандартом определения содержания эфирного масла в гидролатах из эфиромасличного сырья и установлены ее метрологические характеристики. Проведены сравнительные испытания двух методик (ГЖХ и гравиметрической – контроль) по определению содержания эфирного масла в девяти гидролатах с разным содержанием эфирного масла в диапазоне 0,02–0,10 %. При гравиметрическом определении содержания эфирного масла в гидролатах результаты были на 0,009−0,015 % ниже результатов, полученных методом ГЖХ. При сравнении химического состава четырех образцов эфирного масла и гидролатов установлены качественные и количественные изменения состава летучих компонентов. Разработанная ГЖХ методика с внутренним стандартом позволяет более точно определять содержание эфирного масла в гидролатах из эфиромасличного сырья и может применяться для оценки их качества и идентификации.*

Ключевые слова: *гидролат, эфиромасличное сырье, методика, газохроматографический анализ.*

Введение

В настоящее время гидролат (душистая или ароматическая вода) – один из самых востребованных продуктов эфиромасличного производства.

Согласно международной терминологии ароматическая вода или гидролат (aromatic water, hydrolate) − это водный дистиллят, который остается после дистилляции эфиромасличного сырья и отделения эфирного масла [1].

Гидролаты – это прозрачные или слабо опалесцирующие жидкости, содержащие в растворенном состоянии небольшое количество водорастворимых или слаборастворимых компонентов эфирного масла (от 0,001 до 0,25 %) и обладающие вкусом и ароматом соответствующего эфирного масла. Кроме компонентов эфирного масла, гидролаты содержат и другие ценные водорастворимые компоненты: кислоты, биофлавоноиды, витамины [2].

Гидролаты из различных видов эфиромасличного сырья (свежеубранного или воздушно-сухого) широко применяют в парфюмерно-косметической и пищевой

промышленности, а также медицине и бытовой химии [3–5]. В медицине гидролаты считают препаратами и называют ароматными водами (Aquae aromaticae), содержащими эфирные масла в водном или в водно-спиртовом растворе [6].

Гидролаты можно получать двумя способами:

1. Дистилляцией (гидро- или паровая) эфиромасличного растительного сырья;
2. Растворением в воде эфирных масел.

Первый способ получения гидролатов основан на гидро- и пародистилляции и практически ничем не отличается от способа получения эфирных масел, так как конечным продуктом является эфирное масло, а гидролат (дистилляционная вода) – побочным. Если конечный продукт – гидролат, то технологический процесс проводят с расчетом наиболее полного насыщения воды компонентами эфирного масла и другими водорастворимыми компонентами эфиромасличного сырья, при этом увеличивается продолжительность дистилляции и расход пара.

Второй способ основан на эмульгировании эфирного масла в воде, применяется в медицинской и фармацевтической практике и осуществляется следующим образом. Эфирное масло растирают в ступке с тальком в соотношении 1:10. Полученную массу переносят в стеклянный сосуд и взбалтывают с водой, подогретой до 50–60 °С. Применение подогретой воды способствует более быстрому и полному растворению эфирного масла. Остывшую жидкость фильтруют через бумажный фильтр [7]. Данный способ можно применять в промышленных масштабах при определенном технологическом оформлении. Для растворения эфирных масел в настоящее время применяют и ПАВ − полисорбаты, которые являются эмульгаторами эфирных масел в воде [8].

Существующие нормативные документы, характеризующие качество гидролатов, в основном включены в технические условия конкретного производителя (ТУ). Основным показателем качества гидролатов в этих документах является показатель «массовая доля эфирного масла». Однако метод его определения (гравиметрический) – трудоемкий, продолжительный и опасный.

Цель исследований – разработка методики количественного определения содержания эфирного масла в гидролатах из эфиромасличного сырья методом газожидкостной хроматографии с применением внутреннего стандарта.

Материалы и методы исследований

Исследования проводили в 2017–2018 гг. в отделе переработки и стандартизации эфиромасличного сырья ФГБУН «Научно-исследовательский институт сельского хозяйства Крыма». Материал исследований – свежеубранное сырье следующих видов растений: розы эфиромасличной (*Rosa spp.*), лаванды узколистной (*Lavandula angustifolia* Mill.), мяты перечной (*Mentha piperita* L.), мелиссы лекарственной (*Melissa officinalis* L.), шалфея мускатного (*Salvia sclarea* L.), иссопа лекарственного (*Hyssopus officinalis* L.), душицы обыкновенной (*Origanum vulgare* L.), чабера душистого (*Satureja hortensis* L.), розмарина лекарственного (*Rosmarinus officinalis* L.) Гидролаты из эфиромасличного сырья получали методом дистилляции: гидро- или паровой. Паровую дистилляцию проводили с использованием лабораторных кубиков, а гидродистилляцию – на лабораторной установке для гидродистилляции [9]. Образцы гидролатов из каждой культуры объединяли для получения средней пробы, которую анализировали на наличие эфирного масла.

Для отработки методики использовали сырье четырех видов: розы эфиромасличной, лаванды узколистной, мяты перечной, розмарина лекарственного. В дальнейшем, эта методика апробирована на оставшихся видах, из чего следует, что она может применяться для всех видов эфиромасличных растений.

Содержание эфирного масла в гидролатах определяли гравиметрическим методом, основанным на экстракции эфирного масла из гидролатов серным эфиром с последующим гравиметрическим определением массовой доли эфирного масла в остатке после отгонки растворителя (контрольный метод по ДСТУ 4771) [10].

Разработку газохроматографической методики проводили на хроматографе «Кристалл 2000М» с пламенно-ионизационным детектором, капиллярная колонка длиной 50000 см, внутренний диаметр – 3,2 10^{-2} см, неподвижная фаза – ПЭГ-20М. Газ-носитель – азот. Количественное определение содержания эфирного масла в гидролатах основано на применении метода внутреннего стандарта, а именно на сопоставлении на хроматограмме пиков компонентов эфирного масла с пиком внутреннего стандарта, добавленного в известном количестве. Условия хроматографирования и внутренний стандарт экспериментально подобраны для каждого вида гидролата индивидуально. В качестве внутреннего стандарта можно использовать химически чистые вещества (с чистотой не менее 98 %), отсутствующие в анализируемом гидролате. Пик внутреннего стандарта на хроматограмме не должен накладываться на пики компонентов эфирного масла в гидролате. Продолжительность ГЖХ анализа в зависимости от длины капиллярной колонки составляла от 20 до 40 мин.

Метрологическую обработку результатов проводили согласно рекомендациям [11, 12].

Результаты и их обсуждение

В настоящее время для определения содержания эфирного масла в гидролатах и душистых водах применяют следующие методы:

− гравиметрический метод, основанный на экстракции эфирного масла из гидролатов серным эфиром с последующим гравиметрическим определением массовой доли эфирного масла в остатке после отгонки растворителя − контроль [10];

− объемный метод, который основан на экстракции душистых веществ из парфюмерных жидкостей толуолом или ксилолом [13];

− газохроматографический метод, основанный на определении суммы массовых долей душистых веществ как разности между общим содержанием компонентов парфюмерной жидкости (этиловый спирт, вода, душистые вещества), принятым за 100 %, и суммой массовых долей этилового спирта и воды, выраженных в процентах. При проведении анализа применяется хроматограф газовый с детектором по теплопроводности [13].

Существующие методики количественного определения эфирного масла в гидролатах характеризуются применением в качестве экстрагента (серный эфир, толуол, ксилол) токсичных, легколетучих, взрыво- и пожароопасных веществ, а также значительной относительной ошибкой определения. Например, в контрольном методе при количественном определении наблюдается потеря эфирного масла на уровне 5,2 %, для уточнения результатов определения вводится коэффициент поправки 5,2 % [14].

Суть разрабатываемой методики заключалась в хроматографическом разделении компонентов эфирного масла в гидролатах с последующим определением их суммарной доли с применением внутреннего стандарта [13].

Гидролаты получали в лабораторных условиях методом гидродистилляции (*Rosa spp., M. officinalis*) и паровой дистилляции (*L. angustifolia, M. piperita, O. vulgare, H. officinalis, S. hortensis, S. sclarea, R. officinalis*).

По данной методике подготовка гидролатов к проведению измерений заключалась в следующем:

− образец гидролата розы эфиромасличной нагревали на водяной бане при температуре воды 30–40 °С до полного растворения стеароптенов, добавляли внутренний стандарт и содержимое колбы перемешивали встряхиванием;

− к образцам гидролатов лаванды, мелиссы, мяты и др. для определения, растворенного и эмульгированного эфирного масла добавляли кратный объем этилового спирта (96 %). Если при добавлении этилового спирта раствор не становился гомогенным, то количество спирта увеличивали, содержимое в колбе постоянно перемешивали встряхиванием. Если масло не растворялось в трехкратном избытке спирта, содержимое подогревали на водяной бане при температуре воды 60–70 °С. После достижения гомогенности раствора добавляли внутренний стандарт с последующим перемешиванием.

Порядок приготовления раствора внутреннего стандарта. В предварительно взвешенную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см^3 помещали навеску внутреннего стандарта массой от 1,0 г до 2,0 г. К навеске добавляли 50 см^3 этилового спирта.

Концентрацию внутреннего стандарта С вн. ст. в граммах на кубический сантиметр вычисляли по формуле (1):

$$C_{\text{вн.ст.}} = \frac{m_{\text{вн.ст.}} \times \text{ч}_{\text{вн.ст.}}}{V} \times 100, \quad (1)$$

где $m_{\text{вн. ст.}}$ − масса навески внутреннего стандарта, г;
$\text{ч}_{\text{вн ст.}}$ − чистота внутреннего стандарта (не менее 98 %), %;
V − объем этилового спирта, см^3;
100 – коэффициент пересчета в проценты.

Определение массовой доли эфирного масла в гидролатах проводили следующим образом. В колбу вместимостью 50−100 см^3 помещали от 20 до 30 см^3 гидролата и добавляли от 0,5 до 2,0 см^3 раствора внутреннего стандарта. Содержимое колбы тщательно перемешивали встряхиванием, отбирали пробу и вводили в испаритель хроматографа микрошприцем путем прокалывания самоуплотняющейся резиновой прокладки. По полученной хроматограмме делали вывод о количестве добавленного внутреннего стандарта. При этом высота пика внутреннего стандарта не должна превышать высоту пиков растворенных компонентов эфирного масла в гидролате.

Определение массовой доли эфирного масла (ЭГ) в гидролатах (%), проводили по формуле (2):

$$\text{ЭГ} = \frac{C_{\text{вн.ст.}} \times V_{\text{вн.ст.}} \times \sum_{i=1}^{n} S_i}{m_{\text{образца}} \times S_{\text{вн.ст.}}} \times 100, \quad (2)$$

где $C_{\text{вн. ст.}}$ − концентрация внутреннего стандарта, г/см^3;
$V_{\text{вн. ст.}}$ − объем спиртового раствора внутреннего стандарта, см^3;
$\sum_{i=1}^{n} S_i$ − сумма площадей пиков компонентов эфирного масла, мм^2;
$m_{\text{образца}}$ − масса навески гидролата, г;
$S_{\text{вн. ст.}}$ − площадь пика внутреннего стандарта, мм^2;
100 – коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводили с точностью до четвертого десятичного знака с последующим округлением результата до третьего десятичного знака.

Метрологические характеристики разработанной методики определяли в серии последовательных и параллельных определений. Установлено, что расхождение между результатами двух параллельных определений (сходимость) не должно превышать 0,002 %. Установлено, что относительная ошибка измерения при р = 0,95 не должна превышать 3,0 % (при гравиметрическом методе измерения относительная ошибка составила 5,0 %).

При сравнении химического состава четырех образцов эфирных масел и гидролатов наиболее типичных видов, на которых отрабатывалась методика (*Rosa*

spp., L. angustifolia, M. piperita, R. officinalis), установлены качественные и количественные изменения состава летучих ароматических компонентов в гидролатах. Это отмечено и в работах других исследователей для гидролатов *Lythrum salicaria* L. и *Citrus aurantium* L. [15, 16].

Типичные хроматограммы эфирных масел и гидролатов розы, лаванды, мяты, розмарина с указанием основных компонентов приведены на рисунках 1–4 и 1а–4а.

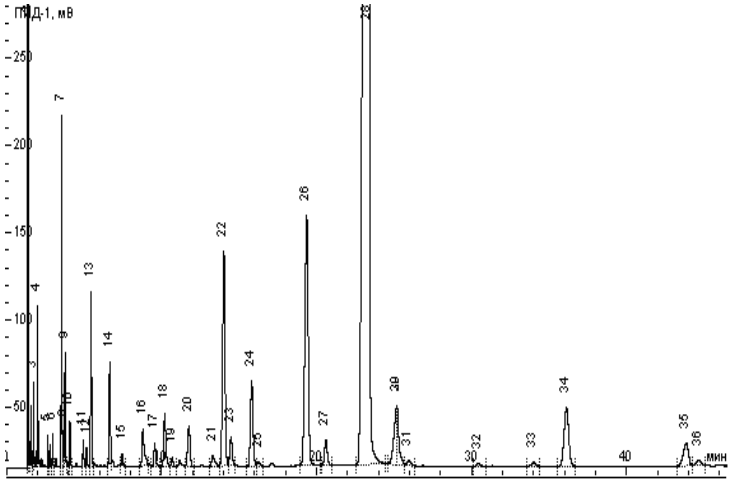

Рисунок 1 – Типичная хроматограмма эфирного масла *Rosa spp.* на капиллярной полярной колонке (2018 г.)

Примечание. *2. Вода + этиловый спирт; 7. Линалоол; 19. Нераль; 21. Гераниаль; 22. Цитронеллол; 24. Нерол; 26. Гераниол; 27. Стеароптен; 28. β-ФЭС; 29. Стеароптен; 30. Стеароптен.*

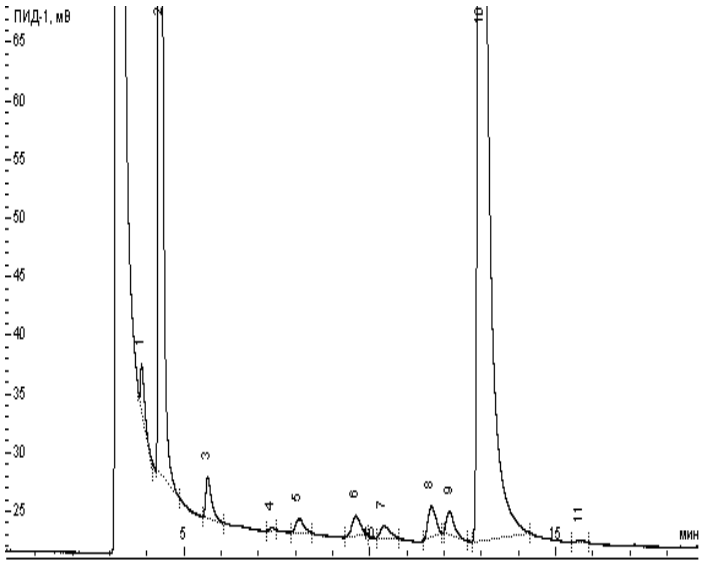

Рисунок 1а – Типичная хроматограмма гидролата *Rosa spp.* с внутренним стандартом на капиллярной полярной колонке (2018 г.)

Примечание. *2. Внутренний стандарт; 3. Линалоол; 6. Цитронеллол; 7. Нерол; 8. Гераниол; 9, 11. Стеароптены; 10. β-ФЭС.*

Сравнительный анализ эфирных масел и гидролатов *Rosa spp., L. angustifolia, M. piperita* показал, что гидролаты в основном содержат водорастворимые компоненты эфирных масел (терпеновые спирты: гераниол, нерол, цитронеллол,

ментол и его изомеры, линалоол, ароматический спирт – β-ФЭС; терпинен-4-ол, α-терпинеол, лавандулол; кетоны – ментон и его изомеры).

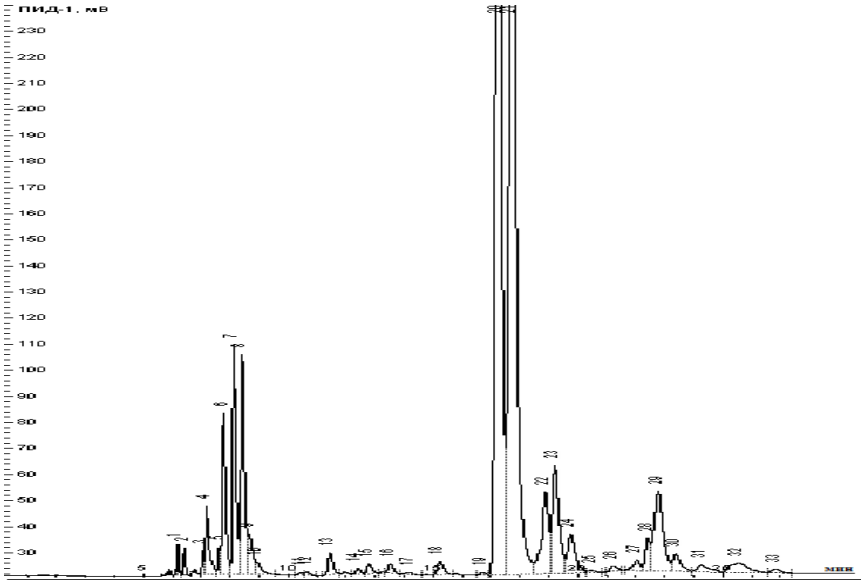

Рисунок 2 – Типичная хроматограмма эфирного масла *Lavandula angustifolia* на капиллярной полярной колонке (2018 г.)

Примечание. *6. α-пинен; 7. Камфен; 8. 1,8-цинеол; 9. Транс- β-оцимен; 10. Сабинен; 12. Цис- β-оцимен; 18. Камфора; 20. Линалоол; 21. Линалилацетат; 22. Терпинен-4-ол; 23. α-терпинеол; 24. Терпенилацетат; 29. Геранилацетат; 30. Лавандулол.*

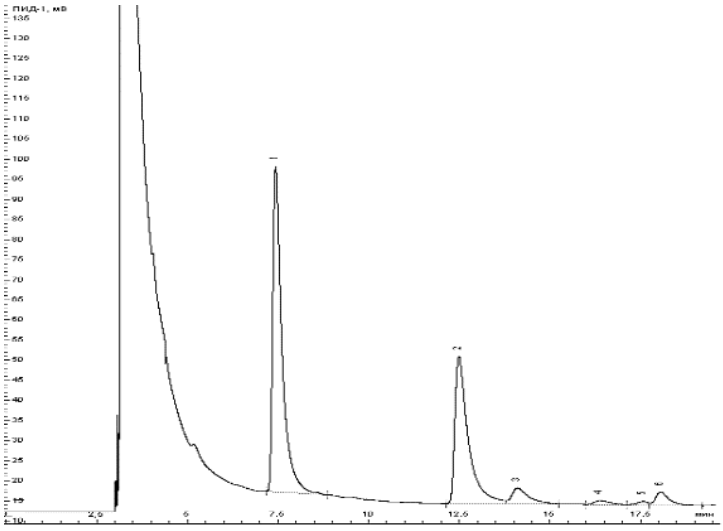

Рисунок 2 а – Типичная хроматограмма гидролата *Lavandula angustifolia* с внутренним стандартом на капиллярной полярной колонке (2018 г.)

Примечание. *1. Внутренний стандарт; 2. Линалоол; 3. Терпинен-4-ол; 4. α-терпинеол; 6. Лавандулол.*

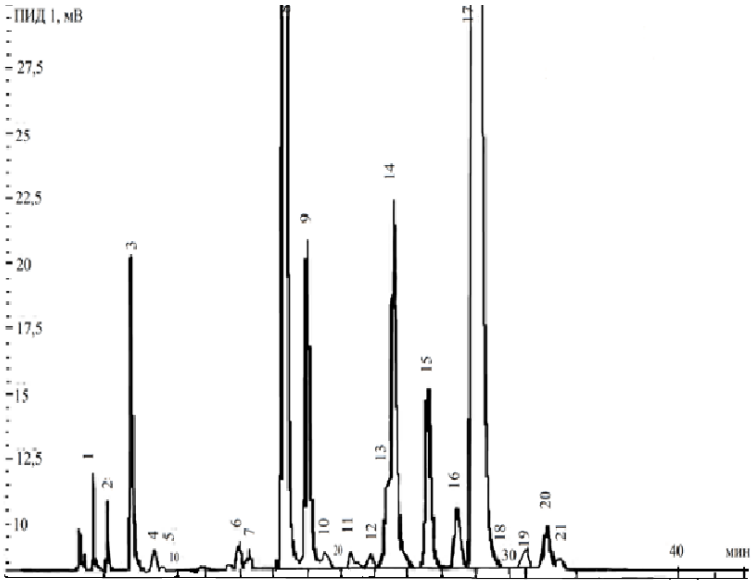

Рисунок 3 – Типичная хроматограмма эфирного масла *Mentha piperita* на капиллярной полярной колонке (2018 г.)

Примечание. *1. α-пинен; 2. β-пинен; 2. Лимонен; 4. Сабинен гидрат; 5. Линалоол; 8. Ментон; 9. Изоментон; 13. Ментилацетат; 14. Неоментол; 15. Изонеоментол; 17. Ментол; 18. Пулегон; 19. Пиперитон; 20. Гермакрен D; 21. Карвон.*

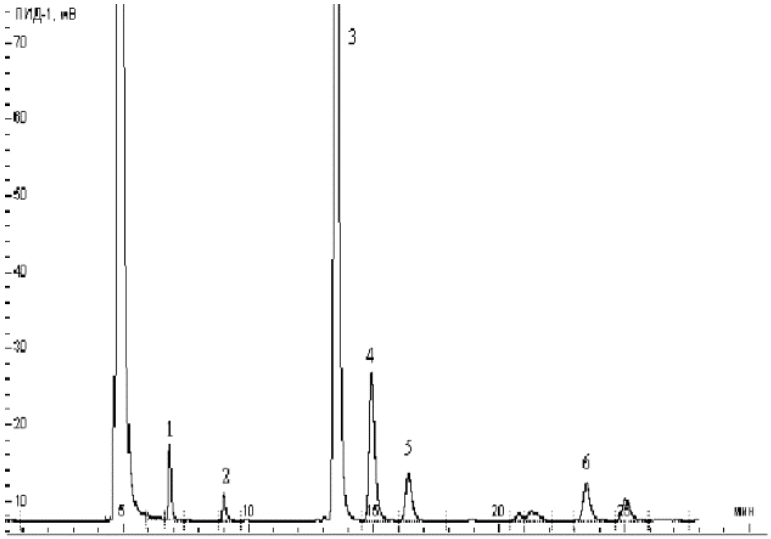

Рисунок 3 а – Типичная хроматограмма гидролата *Mentha piperita* с внутренним стандартом на капиллярной полярной колонке (2018 г.)

Примечание. *1. Ментон; 2. Изоментон; 3. Внутренний стандарт; 4. Ментол; 5. Изоментол; 6. Неоментол.*

А в гидролате *Rosa spp.*, кроме растворимых компонентов, содержатся нерастворимые в воде стероптены, которые являются признаком его натуральности. Химический состав гидролата *R. officinalis* следующий: терпеновые углеводороды: β-пинен, α-терпинен, лимонен, оксид – 1,8-цинеол; терпеновый спирт – линалоол.

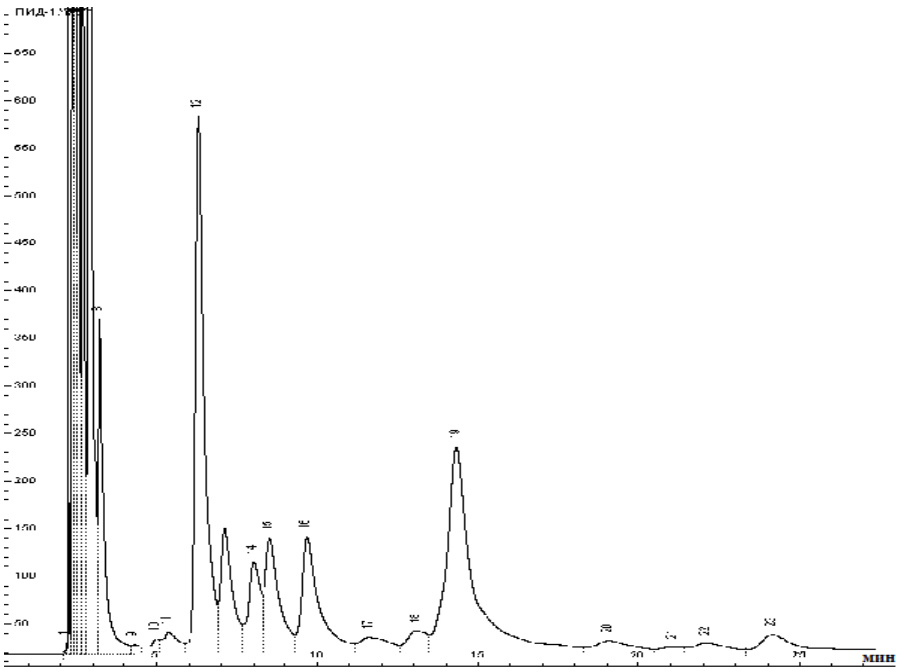

Рисунок 4 – Типичная хроматограмма масла *Rosmarinus officinalis* на капиллярной полярной колонке (2018 г.)

Примечание. *3. α-пинен; 4. Камфен; 5. β-пинен; 6. Сабинен; 7. 1,8-цинеол; 8. Лимонен; 9. α-фелландрен; 10. α-терпинен; 11. β-мирцен; 12. Камфора; 13. Линалоол; 14. Кариофиллен; 15. Терпинен-4ол; 19. Борнеол; 23. α-терпинеол.*

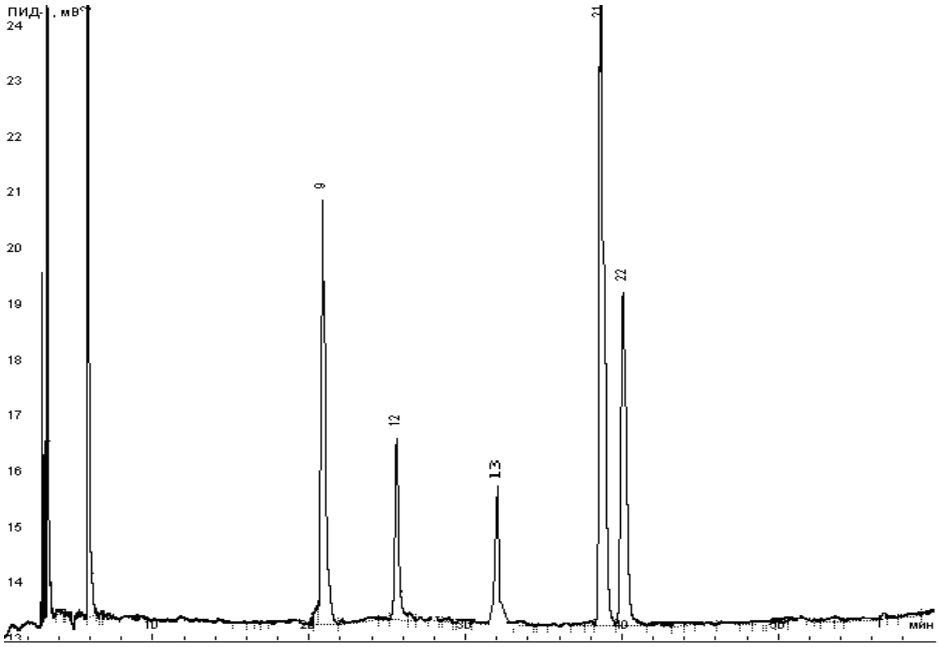

Рисунок 4 а – Типичная хроматограмма гидролата *Rosmarinus officinalis* с внутренним стандартом на капиллярной полярной колонке (2018 г.)

Примечание. *3. β-пинен; 9. Внутренний стандарт; 12. α-терпинен; 13. Линалоол; 21. 1,8-цинеол; 22. лимонен.*

Таким образом, при сравнении химического состава четырех образцов эфирных масел и гидролатов установлены качественные и количественные изменения состава летучих ароматических компонентов в гидролатах. Это отмечено и в работах других исследователей [14, 15].

Результаты сравнения содержания эфирного масла в гидролатах из эфиромасличного сырья разными методами приведены в таблице.

Таблица – Сравнительный анализ методов определения содержания эфирного масла в гидролатах, полученных из различных видов эфиромасличного сырья (среднее за 2017–2018 гг.)

Наименование образца	Массовая доля эфирного масла, %		
	Гравиметрический метод (контроль)	Газохроматографический метод с внутренним стандартом	± к контролю
Гидролат розы эфиромасличной	0,074 ± 0,004	0,085 ± 0,002	0,011
Гидролат лаванды узколистной	0,080 ± 0,004	0,094 ± 0,002	0,014
Гидролат мяты перечной	0,066 ± 0,003	0,076 ± 0,002	0,010
Гидролат мелиссы лекарственной	0,024 ± 0,001	0,033 ± 0,001	0,009
Гидролат душицы лекарственной	0,033 ± 0,002	0,045 ± 0,001	0,012
Гидролат чабера душистого	0,064 ± 0,003	0,079 ± 0,002	0,015
Гидролат шалфея мускатного	0,038 ± 0,002	0,048 ± 0,001	0,010
Гидролат иссопа лекарственного	0,090 ± 0,005	0,100 ± 0,002	0,010
Гидролат розмарина лекарственного	0,050 ± 0,003	0,061 ± 0,002	0,011

Анализ данных таблицы показал, что содержание эфирного масла в различных гидролатах при определении по разработанной методике было выше на 0,009–0,015 % по сравнению с контрольным гравиметрическим методом, приводящим к потере эфирного масла при отгонке серного эфира из вытяжки эфирного масла. Таким образом, разработанная ГЖХ методика позволяет более точно определять содержание эфирного масла в гидролатах и при этом идентифицировать растворенные компоненты эфирного масла. Применение газохроматографической методики позволяет исключить использование токсичного и взрывоопасного растворителя – серного эфира, обеспечить безопасность проведения анализа и повысить точность полученного результата.

Выводы

Экспериментально установлено, что разработанная ГЖХ методика позволяет более точно определять содержание эфирного масла в гидролатах. Относительная ошибка измерений составляет 3,0 % при доверительной вероятности P = 0,95, что ниже по сравнению с применяемым в настоящее время гравиметрическим методом анализа (контроль).

Разработанная методика ГЖХ анализа гидролатов является экспрессной (продолжительность анализа составляет 20–40 мин, что в пять–шесть раз меньше, чем при гравиметрическом методе), безопасной и может быть использована при оценке качества готовой продукции и при ее идентификации.

Литература

1. ISO 9235:2013. Aromatic natural raw materials – vocabulary. International Standard. Brussels: European Committee for Standartization, 2013. 14 p.
2. Полный медицинский справочник фармацевта // под ред. Вяткиной П. М.: Эксмо, 2013. 784 с.
3. Курмаева А. И., Горелова Е. Г., Богданова С. А. Компоненты на основе растительного сырья для косметических средств: экстракты и эфирные масла: методические указания к лабораторным работам. Казань: Казанский государственный технологический университет, 2005. 53 с.
4. Николаевский В. В. Ароматерапия. Справочник для терапевтов, хирургов, пульмонологов, кардиологов, невропатологов, педиатров, курортологов. М.: Медицина, 2000. 336 с.

5. Самуйлова Л. В., Пучкова Т. В. Косметическая химия: учебное издание в 2 ч. Ч. 1. Ингредиенты. М.: Школа косметических химиков, 2005. 336 с.

6. Краснюк И. И., Демина Н. Б., Анурова М. Н. Фармацевтическая технология. Руководство к практическим занятиям: учебное пособие. М.: ГЭОТАР-Медиа, 2018. 368 с.

7. Гуринович Л. К., Пучкова Т. В. Эфирные масла: химия, технология, анализ и применение. М.: Школа Косметических химиков, 2005. 192 с.

8. Плетнев М. Ю. Поверхностно-активные вещества и композиции. Справочник. М.: ИД Косметика и медицина, 2002. 752 с.

9. ГОСТ 34213-2017. Сырье эфиромасличное цветочно-травянистое. Методы отбора проб, определения влаги, примесей и эфирного масла. М.: Стандартинформ, 2018. 24 с.

10. ДСТУ 4771:2007. Води запашні натуральні. Загальні технічні умови. Київ: Держспоживстандарт України, 2008. 9 с.

11. Государственная Фармакопея СССР. Общие методы анализа. Лекарственное растительное сырье. 11-е изд. Вып. 1. М.: Медицина, 1987. 336 с.

12. ГОСТ 31678–2012. Продукция парфюмерная жидкая. Общие технические условия. М.: Стандартинформ, 2012. 11 с.

13. ГОСТ ISO 7609-2014. Масла эфирные. Анализ методом газовой хроматографии на капиллярных колонках. Общий метод. М.: Стандартинформ, 2014. 16 с.

14. Manayi A., Saeidnia S., Shekarchi M. Hadjiakhoondi A., Shams Ardekani M.R., Khanavi M. Comparative study of the essential oil and hydrolate composition of *Lythrum salicaria* L. obtained by hydro-distillation and microwave distillation methods // Research Journal of Pharmacognosy. 2014. Vol. 1. Iss. 2. P. 33–38.

15. Monsef-Esfahani H. R., Amanzade Y., Alhani Z., Hajimehdipour H., Faramarzi M. A. GC/MS analysis of *Citrus aurantium* L. hydrolate and its comparison with the commercial samples // Iranian Journal of Pharmaceutical Research. 2004. Vol. 3. No. 3. P. 177–179.

References

1. ISO 9235:2013. Aromatic natural raw materials – Vocabulary. International Standard. Brussels: European Committee for Standartization, 2013. 14 p.

2. Full pharmacist's medical reference // ed. by Vyatkina P. Moscow: Eksmo, 2013. 784 p.

3. Kurmaeva A. I., Gorelova E. G., Bogdanova S. A. Ingredients based on vegetable raw materials for cosmetics: extracts and essential oils: Methodological instructions to laboratory works. Kazan: Kazan State Technological University, 2005. 53 p.

4. Nikolaevskii V. V. Aromatherapy. Reference book for therapists, surgeons, pulmonologists, cardiologists, neurologists, pediatricians, balneologists. Moscow: Meditsina, 2000. 336 p.

5. Samuilova L. V., Puchkova T. V. Cosmetic chemistry: training manual in 2 parts. Part 1. Ingredients. Moscow: Shkola kosmeticheskikh khimikov, 2005. 336 p.

6. Krasnyuk I. I., Demina N. B., Anurova N. M. Pharmaceutical technology. Guide to practical training: textbook. Moscow: GEOTAR-Media, 2018. 368 p.

7. Gurinovich L. K., Puchkova T. V. Essential oils: chemistry, technology, analysis and application. Moscow: Shkola Kosmeticheskikh khimikov, 2005. 192 p.

8. Pletnev M. Yu. Surfactants and compositions. Handbook. Moscow: ID Kosmetika i meditsina, 2002. 752 p.

9. GOST 34213-2017. Essential oil floral-herbal raw material. Methods of sampling, determining the moisture, impurities and essential oil. Moscow: Standartinform. 2018. 24 p.

10. DSTU 4771:2007. Aromatic natural water. Specifications. Kiev: State standards of Ukraine, 2008. 9 p.

11. State Pharmacopoeia of the USSR. General methods of analysis. Medicinal raw materials. 11th edition. Issue 1. Moscow: Meditsina, 1989. 336 p.

12. GOST 31678-2012. Liquid perfumery products. General specifications. Moscow: Standartinform, 2012. 11 p.

13. GOST ISO 7609-2014. Essential Oils. Analysis by gas chromatography on capillary columns. General method. Moscow: Standartinform, 2014. 16 p.

14. Manayi A., Saeidnia S., Shekarchi M. Hadjiakhoondi A., Shams Ardekani M.R., Khanavi M. Comparative study of the essential oil and hydrolate composition of *Lythrum salicaria* L. obtained by hydro-distillation and microwave distillation methods. Research Journal of Pharmacognosy, 2014. P. 33–38.

15. Monsef-Esfahani H. R., Amanzade Y., Alhani Z., Hajimehdipour H., Faramarzi M. A. GC/MS analysis of *Citrus aurantium* L. hydrolate and its comparison with the commercial samples // Iranian Journal of Pharmaceutical Research. 2004. Vol. 3. No. 3. P. 177–179.

UDC 633.81: 543.8

Timasheva L. A., Pekhova O. A., Danilova I. L.

ON THE METHODOLOGY OF QUANTITATIVE DETERMINATION OF ESSENTIAL OIL IN HERBAL DISTILATES

Summary. *Hydrolate is a natural product of essential oil raw materials processing. It is widely used in perfumery, cosmetic, food industry, household chemistry, and medicine. The main indicator of the quality of hydrolates is the content of essential oil and its component composition. Currently used methods for assessing the quality of hydrolates are labor-intensive, use toxic, volatile, explosive and fire hazardous substances as an extracting agent and has a significant relative error of determination. The aim of our research was to develop a methodology for quantifying the content of essential oil and its component composition in hydrolates from essential oil raw materials (Rosa spp., Lavandula angustifolia Mill., Salvia sclarea L., Hyssopus officinalis L., Origanum vulgare L., Satureja hortensis L., Mentha piperita L., Melissa officinalis L., Rosmarinus officinalis L.). The methodology of gas-liquid chromatography analysis with an internal standard was developed as a result of research for determining the content of essential oil in hydrolates obtained from essential oil raw materials. Its metrological characteristics were also established. Comparative studies of two methods (GC and gravimetric – control) were carried out to determine the content of essential oil in 9 hydrolates with different content of essential oil in the range of 0.02 – 0.10 %. The results for the gravimetric determination of the content of essential oil were 0.009-0.015% lower than the results for GC analysis. Qualitative and quantitative changes in the composition of volatile components were established when comparing the chemical composition of four samples of essential oil and hydrolytes. The developed GC technique with an internal standard allows determining the content of essential oil more accurately and can be used for identification and assessment of their quality.*

Keywords: *hydrolate, aromatic raw materials, methodology, GC analysis.*

Тимашева Лидия Алексеевна, кандидат сельскохозяйственных наук, старший научный сотрудник, заведующая отделом переработки и стандартизации эфиромасличного сырья, ФГБУН «Научно-исследовательский институт сельского хозяйства Крыма»; 295453, Россия, Республика Крым, г. Симферополь, ул. Киевская, 150; e-mail: isocrimea@gmail.com.

Пехова Ольга Антоновна, кандидат сельскохозяйственных наук, ведущий научный сотрудник отдела переработки и стандартизации эфиромасличного сырья, ФГБУН «Научно-исследовательский институт сельского хозяйства Крыма»; 295453, Россия, Республика Крым, г. Симферополь, ул. Киевская, 150; e-mail: isocrimea@gmail.com.

Данилова Ирина Львовна, научный сотрудник отдела переработки и стандартизации эфиромасличного сырья, ФГБУН «Научно-исследовательский институт сельского хозяйства Крыма»; 295453, Россия, Республика Крым, г. Симферополь, ул. Киевская, 150; e-mail: isocrimea@gmail.com.

Timasheva Lidia Alekseevna, Cand. Sc. (Agr.), senior researcher, head of Department of processing and standardization of essential oil raw materials, FSBSI “Research Institute of Agriculture of Crimea”; 150, Kievskaya str., Simferopol, Republic of Crimea, 295493, Russia; e-mail: isocrimea@gmail.com.

Pekhova Olga Antonovna, Cand. Sc. (Agr.), leading researcher of Department of processing and standardization of essential oil raw materials, FSBSI “Research Institute of Agriculture of Crimea”; 150, Kievskaya str., Simferopol, Republic of Crimea, 295493, Russia; e-mail: isocrimea@gmail.com.

Danilova Irina Lvovna, researcher of Department of processing and standardization of essential oil raw materials, FSBSI “Research Institute of Agriculture of Crimea”; 150, Kievskaya str., Simferopol, Republic of Crimea, 295493, Russia; e-mail: isocrimea@gmail.com.

Дата поступления в редакцию – 11.06.2019.
Дата принятия к печати – 10.08.2019.