

## EAU DISTILLÉE DE FLEUR D'ORANGER

### *Citri aurantii floris hydrolatum*

#### DÉFINITION

L'eau distillée de fleur d'oranger est obtenue par entraînement à la vapeur d'eau des boutons floraux frais de *Citrus aurantium* L. var. *amara* Link. L'excès d'huile essentielle est séparé par décantation. L'eau distillée de fleur d'oranger contient de 0,10 g/L à 0,40 g/L de linalol. Elle peut contenir des agents antimicrobiens appropriés.

#### CARACTÈRES

*Aspect* : liquide limpide ou très légèrement opalescent, pratiquement incolore.

Odeur caractéristique.

#### IDENTIFICATION

*Première identification* : B

*Deuxième identification* : A

A. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

*Solution à examiner*. Agitez énergiquement 50 mL d'eau distillée de fleur d'oranger avec 5 mL de chlorure de méthylène R.

*Solution témoin (a)*. Diluez 5 µL d'anthranilate de méthyle R dans du chlorure de méthylène R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

*Solution témoin (b)*. Diluez 20 µL d' $\alpha$ -terpinéol R dans du chlorure de méthylène R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

*Solution témoin (c)*. Diluez 40 µL de linalol R dans du chlorure de méthylène R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

*Solution témoin (d)*. Diluez 5 µL de nérol R dans du chlorure de méthylène R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

*Solution témoin (e)*. Diluez 5 µL de géraniol R dans du chlorure de méthylène R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

*Plaque* : plaque au gel de silice G R.

*Premier développement* :

*Phase mobile* : acétone R, toluène R (10:90 V/V) en atmosphère non saturée.

*Dépôt* : 5 µL de solution à examiner sur le point A défini sur le schéma.

*Développement* : sur un parcours de 10 cm.

---

*Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.*

*Séchage* : à l'air pendant 30 min.

*Deuxième développement* :

*Phase mobile* : acétone R, hexane R (10:90 V/V), en atmosphère non saturée.

*Dépôt* : 5 µl des solutions témoins (a), (b), (c), (d), (e) (points B, C, D, E, F définis sur le schéma).

*Développement* : sur un parcours de 10 cm.

*Séchage* : à l'air.

*Détection A* : Examinez en lumière ultraviolette à 365 nm.

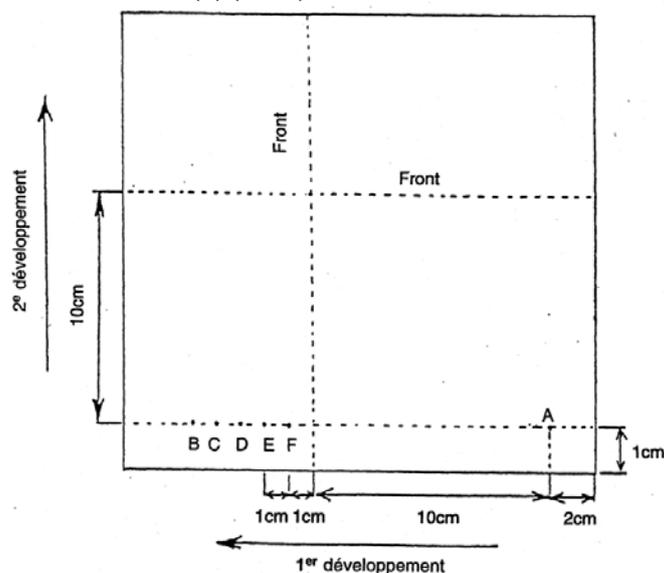
*Résultats A* : Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner présente une tache de fluorescence bleue semblable quant à sa position et sa fluorescence à celle du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (a) (anthranilate de méthyle).

*Détection B* : Pulvérisez du réactif à la vanilline R. Examinez à la lumière du jour.

*Résultats B* : Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner présente une tache jaune semblable quant à sa position et sa coloration à celle du chromatogramme obtenu avec le solution témoin (a) ; il présente également une tache rose violacé.

*Détection C* : Chauffez à 100-105 °C pendant 10 min. Examinez à la lumière du jour.

*Résultats C* : Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner présente en plus des deux taches déjà citées, deux taches bleu-vert semblables quant à leur position et leur coloration à celles des chromatogrammes obtenus avec la solution témoin (c) (linalol) et la solution témoin (e) (géraniol) ; deux taches bleu violacé semblables quant à leur position et leur coloration à celles des chromatogrammes obtenus avec la solution témoin (b) (α-terpinéol) et la solution témoin (d) (nérol).



Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

B. Examinez les chromatogrammes obtenus dans la rubrique Dosage.

*Résultat* : Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner (a) présente plusieurs pics dont 5 d'entre eux sont semblables, quant à leur temps de rétention  $t_R$  aux 3 pics du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (a).

## ESSAI

**Résidu à l'évaporation** : au maximum 0,15 pour cent.

Évaporez au bain-marie à siccité 100 mL d'eau distillée de fleur d'oranger et desséchez à l'étuve à 100-105 °C. La masse du résidu est au maximum de 150 mg.

### Contamination microbienne.

DGAT : critère d'acceptation  $10^3$  UFC/g (2.6.12).

Absence de *Pseudomonas aeruginosa* par 10 mL (2.6.13).

## DOSAGE

Chromatographie en phase gazeuse (2.2.28).

*Solution d'étalon interne.* Dissolvez 0,2 g de *menthol R* dans 100 mL de *méthanol R*.

*Solution à examiner (a).* A 10,0 mL d'eau distillée de fleur d'oranger, ajoutez 15,0 mL de *méthanol R*.

*Solution à examiner (b).* A 10,0 mL d'eau distillée de fleur d'oranger, ajoutez 1,00 mL de solution d'étalon interne et complétez à 25,0 mL avec du *méthanol R*.

*Solution témoin (a).* Dissolvez 20 µL de *linalol R*, 10 µL d'*α-terpinéol R*, 5 µL de *nérol R*, 5 µL de *géraniol R* et 5 µL d'*anthranilate de méthyle R* dans 100 mL de *méthanol R*.

*Solution témoin (b).* Dissolvez 0,040 g de *linalol R* dans du *méthanol R* et complétez à 100,0 mL avec le même solvant.

*Solution témoin (c).* À 2,50 mL de solution témoin (b), ajoutez 1,00 mL de solution d'étalon interne, 10 mL d'*eau R* et complétez à 25,0 mL avec du *méthanol R*.

*Solution témoin (d).* À 5,0 mL de solution témoin (b), ajoutez 1,00 mL de solution d'étalon interne, 10 mL d'*eau R* et complétez à 25,0 mL avec du *méthanol R*.

*Solution témoin (e).* À 7,50 mL de solution témoin (b), ajoutez 1,00 mL de solution d'étalon interne, 10 mL d'*eau R* et complétez à 25,0 mL avec du *méthanol R*.

### Colonne :

- *matériau* : silice fondue,
- *dimensions* :  $l = 15$  m ;  $\varnothing = 0,53$  mm,
- *phase stationnaire* : imprégné de *macrogol 20 000 R* (épaisseur du film : 1 µm).

*Gaz vecteur* : *hélium pour chromatographie R*,

*Débit* : 10 mL/min,

---

*Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.*

*Température :*

	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0-25 25-40	100 → 150 150
Injecteur		200
Détecteur		220

*Détection :* ionisation de flamme.

*Injection :* 1 µL des solutions témoins (a), (c), (d), (e) et des solutions à examiner (a) et (b)

*Conformité du système :* solution témoin (a)

- résolution : au minimum 2,5, calculée à 120 °C entre les pics dus au nérol et au géraniol.
- nombre de plateaux théoriques : au minimum 3 500 calculé à 90 °C sur le pic du linalol.

*Ordre d'élution :* identifiez les constituants qui ont été élués selon l'ordre de classement dans la formule de la solution témoin (a). Notez les temps de rétention  $t_R$  de ces substances.

A l'aide des temps de rétention  $t_R$  déterminés avec le chromatogramme obtenu avec la solution témoin (a), localisez sur le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner (a) les trois substances de la solution témoin (a).

Calculez la teneur en linalol.

Un chromatogramme type est joint ci-après ; il indique l'ordre d'élution des pics.

## CONSERVATION

En flacon bien fermé, à l'abri de la lumière.

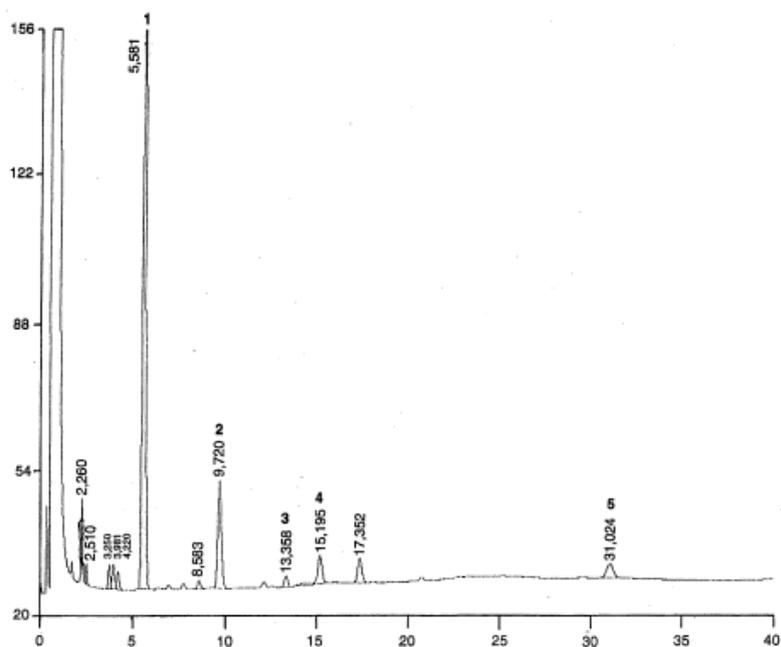
## ÉTIQUETAGE

L'étiquette de l'emballage indique notamment le nom et la concentration des agents antimicrobiens ajoutés éventuellement à l'eau distillée de fleur d'oranger.

---

*Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.*

Chromatogramme type obtenu par chromatographie en phase gazeuse.



Graphique : temps 0 à 40 min, vitesse : 0,50 cm par min

- 1 Linalol
- 2  $\alpha$ -Terpinéol
- 3 Nérol
- 4 Géraniol
- 5 Anthranilate de méthyle

*Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.*

**Pharmacopée française 2009**