

Bitterorangenfluidextrakt

Aurantii amari extractum fluidum

Extractum Aurantii amari fluidum

Definition

Der aus **Bitterorangenschale** (*Aurantii amari epicarpium et mesocarpium*) hergestellte Fluidextrakt

Gehalt: mindestens 0,5 Prozent (m/m) Naringin ($C_{27}H_{32}O_{14}$; $M = 580,54$)

Herstellung

Der Fluidextrakt wird aus der Droge unter Verwendung von Ethanol 70 % R nach einem geeigneten Verfahren hergestellt.

Eigenschaften

Aussehen: klare, dunkelbraune, Flüssigkeit

Bitterer Geschmack und schwach aromatischer Geruch

Löslichkeit: Bitterorangenfluidextrakt ist in Ethanol 70 % R klar, in Ethanol 96 % R oder Wasser trüb löslich

Prüfung auf Identität

Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

Untersuchungslösung: 1 ml Fluidextrakt werden in 5 ml Ethanol 70 % R gelöst

Referenzlösung: 1,0 mg Naringin R und 1,0 mg Rutin R werden in 1 mL Methanol R gelöst.

Platte: DC-Platte mit Kieselgel R (5 bis 40 μm) [DC-Platte mit Kieselgel R (2 bis 10 μm)]

Fließmittel: Wasser R, wasserfreie Ameisensäure R, Ethylacetat R (10:15:75 V/V/V)

Auftragen: 10 μL ; bandförmig (10 mm) [oder 5 μL ; bandförmig (7 mm)]

Laufstrecke: 10 cm [6 cm]

Trocknen: an der Luft und 5 min im Trockenschrank bei 110 bis 120 °C

Detektion: Die noch warme Platte wird mit einer Lösung von Diphenylboryloxyethylamin R ($10\text{g} \cdot \text{l}^{-1}$) in Methanol R, danach mit einer Lösung Macrogol 400 R ($50\text{g} \cdot \text{l}^{-1}$) in Methanol R besprüht und im ultravioletten Licht bei 365 nm ausgewertet.

Ergebnis: Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung und Untersuchungslösung ist aus den nachstehenden Angaben ersichtlich. Im Chromatogramm der Untersuchungslösung können weitere Zonen vorhanden sein.

Oberer Plattenrand	
<hr/> <hr/> Naringin: eine schwach grünlich braun fluoreszierende Zone <hr/> Rutin: eine orange gelb fluoreszierende Zone	eine hellblau fluoreszierende Zone eine hellblau fluoreszierende Zone <hr/> eine hellblau fluoreszierende Zone eine dunkelblaublau fluoreszierende Zone <hr/> eine schwach grünlich braun fluoreszierende Zone (Naringin) <hr/> eine rot fluoreszierende Zone (Neoeriocitrin) eine orange gelb fluoreszierende Zone (Rutin)
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Prüfung auf Reinheit

Ethanolgehalt (2.9.10): Mindestens 55 Prozent (V/V)

Methanol, 2-Propanol (2.9.11): Höchstens 0,05 Prozent (V/V) Methanol und höchstens 0,05 Prozent (V/V) 2-Propanol

Gehaltsbestimmung

Flüssigchromatographie (2.2.29):

Untersuchungslösung: 1,0 ml Fluidextrakt wird mit Methanol R 1 zu 10,0 ml verdünnt und ca. 1 ml der Untersuchungslösung wird vor der Analyse zentrifugiert/ filtriert.

Referenzlösung: 1,0 mg Naringin R wird in 1 mL MeOH R gelöst.

Vorsäule:

- Größe: l = 10,0 mm, Ø = 4,0 mm
- Stationäre Phase: versatile C₁₈ Phase mit hydrophilem Endcapping (Aquasil C₁₈) zur Chromatographie R (5 µm)

Säule:

- Größe: l = 0,25 m, Ø = 4,0 mm
- Stationäre Phase: versatile C₁₈ Phase mit hydrophilem Endcapping (Aquasil C₁₈) zur Chromatographie R (5 µm)

Mobile Phase:

- Mobile Phase A: Essigsäure R, Wasser R (2:98 V/V) (pH ~ 2.6)

– Mobile Phase B: Essigsäure R, Acetonitril R 1 (2:98 V/V)

Zeit (min)	Mobile Phase A (% V/V)	Mobile Phase B (% V/V)
0–5	82-77	18-23
5–15	77	23
15–20	77–05	23–95

Durchflussrate: 1,0 ml · min⁻¹

Temperatur: 30 °C

Detektion: Spektrometer bei 280 nm

Einspritzen: 10 µl

Der Prozentgehalt an Naringin wird nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{m_2 \cdot A_1 \cdot p \cdot 10}{m_1 \cdot A_2}$$

A₁ = Fläche des Naringin-Peaks im Chromatogramm der Untersuchungslösung

A₂ = Fläche des Naringin-Peaks im Chromatogramm der Referenzlösung

m₁ = Einwaage des Fluidextrakts in der Untersuchungslösung in Gramm

m₂ = Einwaage von Naringin CRS in der Referenzlösung in Gramm

p = Prozentgehalt an Naringin in Naringin CRS

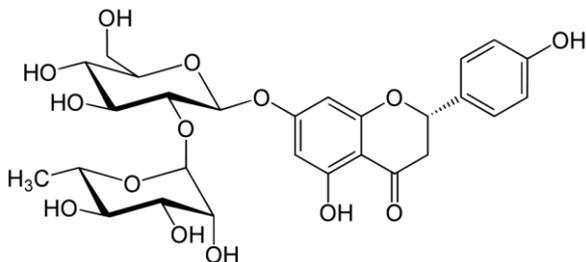
Lagerung

Vor Licht geschützt, in dicht schließenden Gefäßen.

ANHANG

Reagentien

Naringin¹



C₂₇H₃₂O₁₄

M_r = 580,54

CAS No. 10236-47-2

- 7-[[2-*O*-(6-Desoxy- α -L-mannopyranosyl)- β -D-glucopyranosyl]oxy]-2,3-dihydro-5-hydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4*H*-1-benzopyran-4-on
- 4',5,7-Trihydroxyflavanon-7-rhamnoglucosid
- 4',5,7-Trihydroxyflavanon-7-rutinosid

¹ Lieferanten Extrasynthese oder Phytolab sind geeignet