

Eingestellter Süßholzwurzelfluidextrakt
Liquiritiae extractum fluidum quantificatum
Extractum Liquiritiae fluidum

Definition

Fluidextrakt aus *Liquiritiae radix* (0277).

Gehalt: Glycyrrhizinsäure (C₄₂H₆₂O₁₆; Mr 823): 0,6 bis 1,7%

Herstellung

Der Fluidextrakt wird gem. *Extracta* (0765) aus der Droge durch Extraktion mit Ethanol, Wasser und Ammoniak hergestellt.

Eigenschaften

Aussehen: Dunkelbraune, klare bis schwach trübe Flüssigkeit

Geschmack: süß

Prüfung auf Identität

Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

Untersuchungslösung: 1,0 g Fluidextrakt, mit 16,0 ml Wasser *R* und 4,0 ml Salzsäure *RI* versetzt, werden 30 min lang im Wasserbad zum Rückfluss erhitzt. Nach dem Erkalten wird filtriert. Filter und Rundkolben werden 60 min lang bei 105 °C getrocknet. Der Filter wird in den Rundkolben gegeben. Nach Zusatz von 20 ml Ether *R* wird 5 min lang im Wasserbad von 40 °C zum Rückfluss erwärmt. Nach dem Erkalten wird filtriert, das Filtrat zur Trockne eingedampft und der Rückstand in 1,0 ml Ether *R* gelöst.

Referenzlösung: 5,0 mg Glycyrrhetinsäure *R* und 5,0 mg Thymol *R* werden in 5 ml Ether *R* gelöst.

Platte: DC-Platte mit Kieselgel F254 *R*

Fließmittel: konzentrierte Ammoniak-Lösung *R*, Wasser *R*, Ethanol 96% *R*, Ethylacetat *R* (1:9:25:65 V/V/V/V)

Auftragen: 20 µl; bandförmig

Laufstrecke: 15 cm

<i>Trocknen:</i>	an der Luft für 5 Minuten, Auswertung bei 254 nm
<i>Ergebnis:</i>	Die Chromatogramme von Untersuchungs- und Referenzlösung zeigen in der unteren Hälfte die fluoreszenzmindernde Zone der Glycyrrhetinsäure.
<i>Detektion:</i>	besprühen mit <i>Anisaldehyd-Reagenz R</i> , erhitzen bei 100 bis 105°C 5 bis 10 min lang, Auswertung bei Tageslicht
<i>Ergebnis:</i>	Das Chromatogramm der Referenzlösung zeigt in der unteren Hälfte die violette Zone der Glycyrrhetinsäure und im oberen Drittel die rote Zone des Thymols. Das Chromatogramm der Untersuchungslösung zeigt in der unteren Hälfte eine violette Zone, die der Glycyrrhetin-Zone im Chromatogramm der Referenzlösung entspricht, sowie im oberen Drittel die gelbe Zone des Isoliquiritigenins, die unterhalb der des Thymols im Chromatogramm der Referenzlösung liegt. Weitere Zonen können vorhanden sein.

Prüfung auf Reinheit

<i>Ethanolgehalt (2.9.10):</i>	10 bis 25 Prozent (V/V)
<i>Relative Dichte (2.2.5):</i>	1,00 bis 1,10
<i>pH-Wert (2.2.3):</i>	4,5–7,0
<i>Methanol, 2-Propanol (2.9.11):</i>	höchstens 0,05 Prozent (V/V) Methanol und höchstens 0,05 Prozent (V/V) 2-Propanol
<i>Trockenrückstand (2.8.16):</i>	mindestens 10,0 Prozent (m/m)
<i>Ochratoxin-A (2.8.22):</i>	höchstens 20 µg / kg

Gehaltsbestimmung

Flüssigchromatographie (2.2.29).

Untersuchungslösung: 1,000 g Fluidextrakt wird mit einer Mischung von 8 Volumenteil verdünnter Ammoniaklösung *R* 1 und 92 Volumenteil Wasser *R* zu 50 ml verdünnt und 5 Minuten lang im Ultraschallbad behandelt. Anschließend wird die Lösung durch ein 0,45 µm Membranfilter filtriert.

<i>Referenzlösung:</i>	17,0 mg Monoammoniumglycyrrhizinat CRS werden in einer Mischung von 8 Volumenteil verdünnter Ammoniaklösung R 1 und 92 Volumenteil Wasser R zu 100 ml gelöst.
<i>Säule:</i>	Größe: l = 0,10 m, Ø = 4 mm Stationäre Phase: octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie R (5 µm)
<i>Mobile Phase:</i>	6 Volumenteil Essigsäure 99% R, 30 Volumenteil Acetonitril R und 64 Volumenteil Wasser R
<i>Durchflussrate:</i>	1,5 ml · min ⁻¹
<i>Detektion:</i>	Spektrometer bei 254 nm
<i>Einspritzen:</i>	10 µl

Der Prozentgehalt an Glycyrrhizinsäure wird nach folgender Formel berechnet:

$$A_1 \times m_2 \times 823 \times B$$

$$A_2 \times m_1 \times 840 \times 2$$

A_1 = Peakfläche von Glycyrrhizinsäure im Chromatogramm der Testlösung

A_2 = Peakfläche von Glycyrrhizinsäure im Chromatogramm der Referenzlösung

B = angegebener Prozentgehalt des verwendeten Monoammoniumglycyrrhizinats CRS

m_1 = Einwaage des Fluidextrakts in Gramm

m_2 = Einwaage Monoammoniumglycyrrhizinat CRS für die Herstellung der Referenzlösung in Gramm

823 = relative Molekülmasse der Glycyrrhizinsäure

840 = relative Molekülmasse des Monoammoniumglycyrrhizinats (ohne Kristallwasser)

Lagerung

Vor Licht geschützt.