

# Thymianfluidextrakt

## Thymi extractum fluidum

### *Extractum Thymi fluidum*

#### Definition

Der aus Thymian hergestellte Fluidextrakt.

*Gehalt:* mindestens 0,03% Thymol ( $C_{10}H_{14}O$ ;  $M_r$  150,2)

#### Herstellung

Die Arzneidroge wird mit einer Mischung von Ethanol 96% *V/V*, Wasser und Glycerin 85% *m/m* (30:40-60:10-30 *m/m/m*) nach einem geeigneten Verfahren extrahiert.

#### Eigenschaften

*Aussehen:* braune bis rotbraune Flüssigkeit

Charakteristischer Geruch

#### Prüfung auf Identität

Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

- Untersuchungslösung:* 1 ml Thymianfluidextrakt wird mit 1 ml Methanol *R* verdünnt.
- Referenzlösung:* 1 mg Rutosid *R* und 1 mg Rosmarinsäure *R* werden in 5 ml Methanol *R* gelöst.
- Platte:* DC-Platte mit Kieselgel F<sub>254</sub> *R* (5 bis 40  $\mu$ m) [oder DC-Platte mit Kieselgel F<sub>254</sub> *R* (2 bis 10  $\mu$ m)]
- Fließmittel:* wasserfreie Ameisensäure *R*, Wasser *R*, Ethylacetat *R* (1:1:15 *V/V/V*).
- Auftragen:* 20  $\mu$ l; bandförmig [oder 5  $\mu$ l; bandförmig]
- Laufstrecke:* 15 cm [oder 6 cm]
- Trocknen:* an der Luft
- Detektion :* Die Platte wird 3 min lang bei 100 °C erhitzt und im noch heißen Zustand mit einer Lösung von Diphenylboryloxyethylamin *R* (5 g/l) in Ethylacetat *R* und anschließend mit einer Lösung von Macrogol 400 *R* (50 g/l) in Dichlormethan *R* behandelt. Die Auswertung erfolgt im ultravioletten Licht bei 365 nm.
- Ergebnis:* Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung und Untersuchungslösung ist aus den nachstehenden Angaben ersichtlich. Im Chromatogramm der Untersuchungslösung können weitere, schwach fluoreszierende Zonen vorhanden sein.

<b>Oberer Plattenrand</b>	
Rosmarinsäure: eine blau fluoreszierende Zone	eine blau fluoreszierende Zone eine gelb fluoreszierende Zone eine blau fluoreszierende Zone (Rosmarinsäure)
_____	eine blau fluoreszierende Zone
_____	2 gelb bis orange fluoreszierende Zonen
_____	2 gelb bis orange fluoreszierende Zonen
Rutosid: eine orange-gelb fluoreszierende Zone	eine orange-gelb fluoreszierende Zone (Rutosid) kann vorhanden sein
<b>Referenzlösung</b>	<b>Untersuchungslösung</b>

### Prüfung auf Reinheit

*Ethanolgehalt* (2.9.10): 20–35 Prozent (V/V)

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

### Gehaltsbestimmung: Gaschromatographie (2.2.28),

Bestimmung des Gehaltes an Thymol unter Verwendung von 4-Isopropyl-3-methylphenol *R*<sup>1</sup> als Interner Standard

*Interner-Standard-Lösung A*: 25,0 mg 4-Isopropyl-3-methylphenol *R* werden in einen 100 ml Messkolben eingewogen, in Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) gelöst und zur Marke aufgefüllt.

*Interner-Standard-Lösung B*: 20,0 ml der Internen-Standard-Lösung A werden in einen 100 ml Messkolben überführt und mit Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) zur Marke aufgefüllt.

*Referenzlösung*: 25,0 mg Carvacrol *R* werden in einen 25 ml Messkolben eingewogen, in Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) gelöst und zur Marke aufgefüllt.

*Standardlösung*: 15,0 mg Thymol *R* werden in einen 100 ml Messkolben eingewogen und mit 20,0 ml der Internen-Standard-Lösung A versetzt. Nach dem Lösen des Thymols wird mit Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) zur Marke aufgefüllt.

*Systemeignungslösung*: 15,0 mg Thymol *R* werden in einen 100 ml Messkolben eingewogen. Anschließend wird mit 20,0 ml Interner-Standard-Lösung A und 2,0 ml Referenzlösung versetzt. Nach dem Lösen des Thymols wird mit Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) zur Marke aufgefüllt.

*Untersuchungslösung:* 1,0 g Thymianfluidextrakt wird in ein 40 ml Schraubgefäß eingewogen und mit 9 ml Wasser R versetzt. Anschließend erfolgt die Zugabe von 2,5 g Natriumsulfat R. Die Lösung wird mit 5,0 ml Interner-Standard-Lösung B versetzt, gut verschlossen und für 10 Minuten intensivgeschüttelt. Nach dem Schütteln erfolgt die Phasentrennung mittels Zentrifugieren für 5 Minuten bei 2600 U/min. Der Überstand wird für die Chromatographie verwendet.

*Säule*

- Material: Quarzglas
- Größe: l = 60 m, Ø = 0,25 mm
- Stationäre Phase: Macroglol 20 000 R (Filmdicke 0,25 µm)

*Trägergas:* Helium zur Chromatographie R

*Durchflussrate:* 1,5 ml · min<sup>-1</sup>

*Splitverhältnis:* ohne Splitting

*Temperatur:*

	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Säule	0-1	85
	1-35	85 → 220
	35-51	220 → 250
Probeneinlass		190
Detektor		270

*Detektion:* Flammenionisation

*Einspritzen:* 1,0 µl

*Reihenfolge der Elution:* In der Systemeignungslösung eluieren die Substanzen in der Reihenfolge Thymol, Carvacrol und 4-Isopropyl-3-methylphenol.

*Eignungsprüfung:* Systemeignungslösung

- Auflösung: mindestens 1,5 zwischen den Peaks von Thymol und Carvacrol.

Der Prozentgehalt an Thymol wird nach folgender Formel ermittelt

$$A_1 \times B_2 \times c \times V$$

\_\_\_\_\_

$$A_2 \times B_1 \times EW \times 10000$$

A<sub>1</sub> = Peakfläche Thymol in Untersuchungslösung

A<sub>2</sub> = Peakfläche 4-Isopropyl-3-methylphenol in Untersuchungslösung

$B_1$  = Peakfläche Thymol in Standardlösung

$B_2$  = Peakfläche 4-Isopropyl-3-methylphenol in Standardlösung

$c$  = Konzentration Thymol in Standardlösung [ $\mu\text{g}/\text{ml}$ ]

$V$  = Volumen Extraktionsmittel [5ml]

$EW$  = Einwaage [g]

<sup>1</sup> Reagenz:

4-Isopropyl-3-methylphenol [CAS: 3228-02-2]

Gehalt:  $\geq 98,5\%$