

!!! ÖAB-Monographie Revision !!!

Die folgende revidierte Monographie ist für die Aufnahme in das ÖAB (österreichisches Arzneibuch) vorgesehen. Stellungnahmen dazu sind bis zum 31.5.2011 an folgende Adresse zu schicken (bevorzugt als e-mail):

Min.Rat. Mag.pharm. Yvonne Gaspar
Bundesministerium für Gesundheit
Radetzkystr. 2
A-1031 Wien
Tel:+43/1/71100-4729
Fax:+43/1/7134404-1454
e-mail: yvonne.gaspar@bmg.gv.at

Vorwort:

Die dzt. ÖAB-Monographie entspricht hinsichtlich Spezifikationen und Analysenmethoden nicht mehr dem Stand der pharmazeutischen Wissenschaften. Die wesentlichen Verbesserungen sind die Bestimmung der Konservantien mittels HPLC und die Festlegung entsprechender Spezifikationen, angepasst an die dzt. Marktsituation in AT.

Ad Dünnschichtchromatographie: Entsprechend dem derzeitigen Stand der Wissenschaft, wurde zur Extraktion der Inhaltsstoffe aus der Matrix die Festphasenextraktion eingesetzt.

R. Macas, AGES PharmMed, 23.03.2011

Bitterorangensirup
Aurantii amari sirupus
Sirupus Aurantii amari

ÖAB 2011/###

Definition

Mischung aus Bitterorangenfluidextrakt, Bitterorangentinktur und Einfachem Sirup.

Herstellung

Bitterorangenfluidextrakt.....	5 g
Bitterorangentinktur.....	10 g
Einfacher Sirup.....	85 g

werden gemischt.

Eigenschaften

Aussehen: klare oder schwach trübe, bräunlich-gelbe, niedrig viskose Flüssigkeit

Geruch: nach Bitterorangenschalen

Prüfung auf Identität

- A. 0,05 ml Zubereitung, 0,5 g Resorcin *R* und 2,6 ml Salzsäure *R1* werden 2 min lang am Wasserbad erhitzt. Es entsteht eine dunkelrote Färbung.
- B. Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

Untersuchungslösung: 5,0 g Sirup werden mit 5 ml Wasser *R* verdünnt. Eine Kartusche, die etwa 0,5 g octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie *R* enthält, wird 2-mal mit je 2 ml Methanol *R* konditioniert und anschließend mit 5 ml Wasser *R* äquilibriert. 5 ml der Lösung werden auf die Kartusche aufgebracht und 3-mal mit je 3 ml Wasser *R* gewaschen. Anschließend wird 3-mal mit je 0,5 ml Methanol *R* eluiert. Die Eluate werden vereint und in einem schwachen Strom von Stickstoff *R* bei einer Temperatur

von höchstens 40 °C zur Trockene eingedampft. Bei einer Temperatur von höchstens 40 °C und verminderten Druck kann auch ein Rotationsverdampfer eingesetzt werden. Der Rückstand wird in 0,5 ml Methanol *R* aufgenommen.

Referenzlösung: 1 mg Naringin *R* und 1 mg Rutin *R* werden in Methanol *R* zu 1 ml gelöst.

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

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

Auftragen: 10 µl [oder 5 µl]; bandförmig

Laufstrecke: 10 cm [oder 5 cm]

Trocknen: 5 min lang bei 110 bis 120 °C

Detektion: Die noch heiße Platte wird mit einer Lösung von Diphenylboryloxyethylamin *R* (10 g · l⁻¹) in Methanol *R*, danach mit einer Lösung von Macrogol 400 *R* (50 g · l⁻¹) in Methanol *R* besprüht und nach 1 h im ultravioletten Licht bei 365 nm ausgewertet.

Ergebnis: Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung und Untersuchungslösung ist aus den nachstehenden Angaben ersichtlich.

Oberer Plattenrand	
	eine hellblau fluoreszierende Zonen
	eine hellblau fluoreszierende Zone
	eine hellblau fluoreszierende Zone
Naringin: eine schwach grünlich braune fluoreszierende Zone	eine schwach grünlich braune fluoreszierende Zone (Naringin)
	eine intensive rot fluoreszierende Zone (Neoeriocitrin)
Rutin: eine orange gelbe fluoreszierende Zone	eine orange gelbe fluoreszierende Zone (Rutin)
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Prüfung auf Reinheit

Relative Dichte (2.2.5): 1,230 bis 1,265

Brechungsindex (2.2.6): 1,435 bis 1,445

Methyl-4-hydroxybenzoat, Propyl-4-hydroxybenzoat: 0,0526 % bis 0,0643 % Methyl-4-hydroxybenzoat und 0,0263 % bis 0,0321 % Propyl-4-hydroxybenzoat

Flüssigchromatographie (2.2.29)

Untersuchungslösung: 3,000 g der Zubereitung werden in der mobilen Phase zu 100,0 ml gelöst

Referenzlösung: 40,0 mg Methyl-4-hydroxybenzoat und 20,0 mg Propyl-4-hydroxybenzoat werden in der mobilen Phase zu 100,0 ml gelöst. 5,0 ml dieser Lösung werden mit der mobilen Phase zu 100,0 ml verdünnt.

Säule

- Größe: $l = 0,150 \text{ m}$, $\varnothing = 4 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie *R* (5 μm)
- Temperatur: 40 °C

Mobile Phase: Wasser *R*, Methanol *R* (30:70 V/V)

Durchflussrate: 1,0 ml · min⁻¹

Detektion: Spektrometer bei 254 nm

Einspritzen: 20 μl

Eignungsprüfung: Referenzlösung

- Auflösung: mindestens 2,0 zwischen den Peaks von Methyl-4-hydroxybenzoat und Propyl-4-hydroxybenzoat

Lagerung

In dicht verschlossenen, möglichst vollständig gefüllten Behältnissen, bei höchstens 25 °C