

!!! 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

Spitzwegerichsirup Plantaginis sirupus *Sirupus Plantaginis*

ÖAB 2011/###

Definition

Wässriges Mazerat aus Spitzwegerichblatt.

Herstellung

Spitzwegerich (I).....	10 g
Gereinigtes Wasser.....	110 g
Saccharose.....	160 g
Ethanol 96 %.....	1,50 g
Methyl-4-hydroxybenzoat.....	0,18 g
Propyl-4-hydroxybenzoat.....	0,09 g

Die Spitzwegerichblätter werden mit siedendem Gereinigtem Wasser übergossen und 4 Stunden lang unter gelegentlichem Umrühren in einem bedeckten Gefäß stehen gelassen. Nach dem Abkolieren wird die Flüssigkeit filtriert. Je 100 g des Filtrats werden mit der Saccharose zum Sirup verkocht, wobei man die in Ethanol gelösten Alkyl-4-hydroxybenzoate am Ende des Kochprozesses hinzufügt. Anschließend wird siedend heiß koliert und sofort in geeignete, trockene, warme Gefäße abgefüllt. Die Gefäße sind sofort zu verschließen.

Eigenschaften

Aussehen: klare oder schwach trübe, bräunliche, niedrig viskose Flüssigkeit

Geruch: charakteristisch

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* und anschließend mit 5 ml Wasser *R* konditioniert. 5 ml der Lösung werden auf die Kartusche aufgebracht und 3-mal mit je 5 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 Acteosid *R* und 1 mg Aucubin *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: Essigsäure *R*, wasserfreie Ameisensäure *R*, Wasser *R*, Ethylacetat *R* (11:11:27:100 V/V/V/V)

Auftragen: 10 µl [oder 10 µl] ; bandförmig

Laufstrecke: 10 cm [oder 5 cm]

Trocknen: Die Platte wird unmittelbar nach dem Entwickeln 10 min lang bei 120 °C erhitzt.

Detektion A: Die Platte wird im Tageslicht ausgewertet.

Ergebnis A: 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	
Acteosid: eine gelbe Zone	eine gelbe Zone (Acteosid)
-	eine gelbe Zone
Aucubin: eine blaue Zone	eine blaue Zone (Aucubin)
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Detektion B: Die Platte wird im ultravioletten Licht bei 365 nm ausgewertet.

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

Oberer Plattenrand	
Acteosid: eine intensiv hellblau fluoreszierende Zone	eine intensiv hellblau fluoreszierende Zone (Acteosid)
-	mehrere hellblau fluoreszierende Zonen
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Prüfung auf Reinheit

Relative Dichte (2.2.5): 1,290 bis 1,325

Brechungsindex (2.2.6): 1,445 bis 1,455

Methyl-4-hydroxybenzoat, Propyl-4-hydroxybenzoat: 0,0575 % bis 0,0703 % Methyl-4-hydroxybenzoat und 0,0287 % bis 0,0351 % 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 $R (5 \mu\text{m})$
- Temperatur: $40 \text{ }^\circ\text{C}$

Mobile Phase: Wasser R , Methanol $R (30:70 \text{ V/V})$

Durchflussrate: $1,0 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

Detektion: Spektrometer bei 254 nm

Einspritzen: $20 \mu\text{l}$

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 $25 \text{ }^\circ\text{C}$