

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 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 mit 5 ml Ethanol 70 % *R* verdünnt

Referenzlösung: 1 mg Naringin *R* und 1 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 [oder 5 μL]; bandförmig

Laufstrecke: 10 cm [6 cm]

Trocknen: 5 min an der Luft und 3 min im Trockenschrank bei 100 bis 110 °C

Detektion: Die noch warme Platte wird mit einer Lösung von Diphenylboryloxyethylamin *R* (10g · l⁻¹) in Methanol *R*, danach mit einer Lösung von Macrogol 400 *R* (50 g · 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	
<p>_____</p> <p>Naringin: eine schwach grünlich braun fluoreszierende Zone</p> <p>Rutin: eine orangegelb fluoreszierende Zone</p> <p>_____</p>	<p>mehrere blau fluoreszierende Zonen</p> <p>_____</p> <p>ein bis zwei blau fluoreszierende Zonen</p> <p>eine schwach grünlich braun fluoreszierende Zone (Naringin)</p> <p>eine rotorange fluoreszierende Zone (Neoeriocitrin)</p> <p>eine orangegelb fluoreszierende Zone (Rutin)</p> <p>_____</p>
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: 2,0 g Fluidextrakt werden mit Methanol *R* zu 20,0 ml verdünnt und 5 min im Ultraschallbad gelöst. Etwa 1 ml der Untersuchungslösung wird vor der Analyse zentrifugiert/ filtriert.

Referenzlösung: 10,0 mg Naringin *R* werden in 20,0 ml Methanol *R* für 5 min im Ultraschallbad gelöst.

Vorsäule:

- Größe: l = 10,0 mm, Ø = 4,0 mm
- Stationäre Phase: nachsilanisierendes, octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie mit eingebetteten polaren Gruppen *R* (5 µm)

Säule:

- Größe: l = 0,25 m, Ø = 4,0 mm
- Stationäre Phase: nachsilanisierendes, octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie mit eingebetteten polaren Gruppen *R* (5 µm)

Mobile Phase:

- Mobile Phase A: Essigsäure *R*, Wasser *R* (2:98 V/V)
- 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
20-25	05	95

Durchflussrate: 1,0 ml · min⁻¹

Temperatur: 30 °C

Detektion: Spektrometer bei 280 nm

Einspritzen: 10 µl

Relative Retention (bezogen auf Naringin, *t_R* etwa 10 min)

- Neohesperidin: etwa 0,8

- Neohesperidin: etwa 1,2

Zusätzliche Peaks können vorhanden sein.

Eignungsprüfung: Untersuchungslösung

Auflösung: mindestens 3 zwischen den Peaks von Neohesperidin und Naringin

Der Prozentgehalt an Naringin wird nach folgender Formel berechnet:

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

*A*₁ = Fläche des Naringin-Peaks im Chromatogramm der Untersuchungslösung

*A*₂ = Fläche des Naringin-Peaks im Chromatogramm der Referenzlösung

*m*₁ = Einwaage des Fluidextrakts in der Untersuchungslösung in Gramm

*m*₂ = Einwaage von Naringin CRS in der Referenzlösung in Gramm

p = Prozentgehalt an Naringin in Naringin CRS

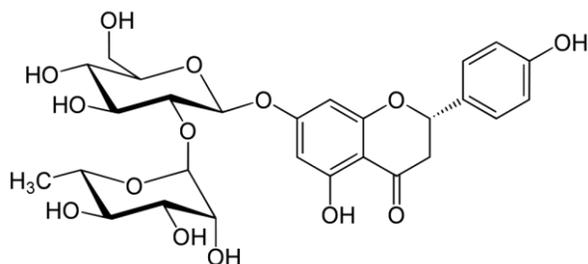
Lagerung

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