

Thymianfluidextrakt

Thymi extractum fluidum

Extractum Thymi fluidum

Definition

Der aus Thymian (Thymi herba) hergestellte Fluidextrakt.
Gehalt: mindestens 0,03 % Thymol ($C_{10}H_{14}O$; M_r 150,2)

Herstellung

Die Arzneidroge wird mit einer Mischung aus Ethanol 96%, Wasser und Glycerol 85% im Verhältnis 2:2:1 befeuchtet. Die Extraktion erfolgt mit einer Mischung aus Ethanol 96% und Wasser im Verhältnis 1:4 nach einem für Fluidextrakte geeigneten Verfahren.

Eigenschaften

Aussehen:

Braune bis rotbraune Flüssigkeit
Charakteristischer Geruch.

Prüfung auf Identität

Dünnschichtchromatographie (2.2.27):

Untersuchungslösung: In einem Scheidetrichter werden 9 ml Fluidextrakt mit 3 ml Dichlormethan *R* ausgeschüttelt, die organische Phase wird für die Analyse verwendet.

Referenzlösung : 10 mg Thymol *R* und 20 μ l Carvacrol *R* werden in 10 ml Dichlormethan gelöst.

Platte: DC-Platte mit Kieselgel F₂₅₄ *R* (5 bis 40 μ m) [oder DC-Platte mit Kieselgel F₂₅₄ *R* (2 bis 10 μ m)]

Fließmittel: Dichlormethan *R*.

Auftragen: 15 μ l; bandförmig [oder 10 μ l; bandförmig]

Laufstrecke: 18 cm [oder 8,5 cm]

Trocknen: 5 min lang an der Luft

Detektion A: im ultravioletten Licht bei 254 nm

Ergebnis A: Die Zonenfolge in den Chromatogrammen der Referenzlösungen und der Untersuchungslösung ist aus nachstehender Abbildung ersichtlich. Die fluoreszenzmindernde Zone des Carvacrols in der Untersuchungslösung kann, muss jedoch nicht unbedingt zu sehen sein. Darunter finden sich mehrere fluoreszenzmindernde Zonen.

Oberer Plattenrand	
<p>_____</p> <p>Thymol: eine fluoreszenzmindernde Zone</p> <p>Carvacrol: eine fluoreszenzmindernde Zone</p> <p>_____</p>	<p>_____</p> <p>eine fluoreszenzmindernde Zone (Thymol)</p> <p>eine fluoreszenzmindernde Zone (Carvacrol)</p> <p>_____</p> <p>mehrere fluoreszenzmindernde Zonen</p>
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Detektion B: Die Platte wird mit Anisaldehyd-Reagenz *R* besprüht und unter Beobachtung im Tageslicht 5 bis 10 min lang bei 100-105 °C erhitzt.

Ergebnis B: Das Chromatogramm der Untersuchungslösung zeigt eine rötlich bis orange Hauptzone, die in Bezug auf Lage und Farbe der Zone im Chromatogramm der Referenzlösung a entspricht. Im Chromatogramm der Untersuchungslösung sind im unteren Drittel weitere unterschiedlich gefärbte Zonen vorhanden.

Oberer Plattenrand	
<p>_____</p> <p>Thymol: eine rötlich bis orange Zone</p> <p>Carvacrol: eine rötlich bis violette Zone</p> <p>_____</p>	<p>_____</p> <p>eine rötlich bis orange Zone (Thymol)</p> <p>eine rötlich bis violette Zone (Carvacrol)</p> <p>_____</p> <p>eine graurosa Zone eine violette Zone (Cineol, Linalool) eine graubraune Zone (Borneol) eine hellviolette Zone</p>
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Prüfung auf Reinheit

Ethanolgehalt (2.9.10): 20,0 – 35,0 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)

Untersuchungslösung:

2,000 g Flüssigextrakt werden in einem 10-ml Messkolben eingewogen, mit 5 ml Ethanol R gemischt und anschließend mit Ethanol R auf 10,00 ml aufgefüllt. Die Untersuchungslösung wird zum Absetzen der Trübung kurz stehengelassen und anschließend der Überstand durch ein 0,45 µm PTFE-Spritzenvorsatzfilter filtriert.

Referenzlösung (a):

15 mg Thymol R werden in einem 100-ml Messkolben in 50 ml Ethanol R gelöst. Diese Lösung wird mit 2 ml einer Lösung von 20 mg Carvacrol R in 25 ml Ethanol R gemischt und mit Ethanol R auf 100 ml aufgefüllt.

Referenzlösung (b):

15,0 mg Thymol R werden in einem 50-ml Messkolben in Ethanol R gelöst und auf 50,00 ml aufgefüllt. 2,00 ml dieser Lösung werden mit Ethanol R auf 10,00 ml verdünnt.

Säule:

- Material: Quarzglas
- Größe: l = 60 m, ø = 0,25 mm, Filmdicke = 0,25 µm
- Stationäre Phase: Macrogol

Trägergas: Helium zur Chromatographie R

Durchflussrate: 1,5 ml · min⁻¹

Split-Verhältnis: ohne Splitting

Temperatur:

	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Säule	0 - 3,5	65
	3,5 - 42,25	65 → 220
	42,25 - 58,25	220 → 250
Probeneinlass		190
Detektor		270

Detektion: Flammenionisation

Einspritzen: 1,0 µl

Eignungsprüfung: Referenzlösung (a)

Auflösung zwischen den Signalen von Thymol und Carvacrol mindestens 1,5.

Reihenfolge der Elution: Thymol ca. 39 Minuten, Carvacrol ca. 40 Minuten.

Die Berechnung des Gehaltes an Thymol erfolgt gegen Referenzlösung (b) unter Berücksichtigung des angegebenen Gehaltes von Thymol R.

LAGERUNG:
Vor Licht geschützt

Bei der Entwicklung wurde vom Rapporteur folgende GC-Säule verwendet: Stabiwax, Restek cat 10626