

Manna

Manna

Definition

Der aus **Mannaesche** (*Fraxinus ornus* L.) gewonnene Siebröhren-Assimilatsaft.
Gehalt: Mindestens 80 % Mannitol.

Herstellung

Durch Anritzen der Stamm- und Astrinde der Mannaesche im Mittelmeerraum im Frühjahr.
 Der austretende Saft wird nach dem Eintrocknen abgekratzt.

Eigenschaften

Aussehen: Amorphe, teilweise kristalline Bruchstücke, die flach oder abgerundet sind.
 Die Produkte sind je nach Verunreinigung von weiß-gelblich bis brauner Farbe.
 An der Bruchkante ist die Struktur matt, körnig, mit glänzenden kristallinen Einschlüssen und unregelmäßiger Schichtung.

Löslichkeit: Manna ist in Wasser langsam, aber fast vollständig löslich.

Prüfung auf Identität

- A. Mikroskopische Untersuchung (2.8.23): Das Pulver ist je nach Grad der Verunreinigung weiß mit mehr oder weniger gelben bis braunen Einschlüssen.
 Die Prüfung erfolgt unter dem Mikroskop und zeigt folgende Merkmale: Viele dünne und lange Kristalle. Etwa 1 mg Pulver werden in 30 Tropfen 70 % Ethanol *R* bei Erwärmen gelöst. Nach Verdunsten der Lösung zeigt der Rückstand strahlig angeordnete Prismen oder Nadelbüsche.
- B. Prüfung auf reduzierende Zucker: 1,0 g Droge löst sich langsam, aber fast vollständig in 5,0 ml Wasser *R*. Versetzt man die erhaltene Lösung mit 3,0 ml Fehling'scher Lösung *R* und erhitzt, so entsteht bei mit reduzierenden Zuckern verunreinigtem Manna ein roter Niederschlag, ohne Verunreinigung bleibt die Lösung blau und es entsteht kein Niederschlag.
- C. Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

Untersuchungslösung: 2,0 g gepulverte Droge (2.9.12) (Sieb IV: Maschenweite 750 µm) werden in 10,0 ml Wasser *R* gelöst; diese Lösung wird dreimal mit je 10,0 ml Dichlormethan *R* ausgeschüttelt. Die gesammelten Dichlormethanfraktionen werden vereinigt und unter vermindertem Druck mittels Rotavapor zur Trockene eingedampft. Der hierbei verbliebene Rückstand wird in 1,0 ml Methanol *R* gelöst.

Referenzlösung a: 10,0 mg Scopoletin *R* werden in 10,0 ml Methanol *R* gelöst.

Referenzlösung b: 10,0 mg Umbelliferon *R* werden in 10,0 ml Methanol *R* gelöst.

Referenzlösung c: Wird mit 2,0 g reinem Mannitol *R* in gleicher Weise, wie die Untersuchungslösung hergestellt.

Platte: DC-Platte mit Kieselgel GF₂₅₄ *R* (5 bis 40 µm)

Fließmittel: [oder DC-Platte mit Kieselgel F₂₅₄ R (2 bis 10 µm)]
Toluol R - Ether R (1:1/gesättigt mit Essigsäure R)
In einem Scheidetrichter werden 50,0 ml Toluol R und 50,0 ml Ether R gemischt und mit 50,0 ml 30% Essigsäure R mehrmals kräftig geschüttelt. Die Unterphase wird abgelassen und das Toluol-Ethergemisch zur DC verwendet.

Auftragen: Untersuchungslösung 20 µl; punktförmig
Referenzlösungen a, b und c je 5 µl; punktförmig

Laufstrecke: 10 cm

Detektion: UV_{365 nm} Direktauswertung: Alle Cumarine zeigen intensiv blaue bzw. blaugüne Fluoreszenzen (Nachweisgrenze etwa 1 µg). Nach dem Besprühen mit 5% Kalilauge wird die Intensität der Fluoreszenz von Scopoletin und Umbelliferon verstärkt.

Ergebnis: Bei Manna sind blau fluoreszierende Zonen (gleiche R_f-Werte wie Umbelliferon und Scopoletin) bei UV_{365nm} sichtbar. Bei vereinzelt Proben sind zusätzlich zu den beiden Zonen noch weitere fluoreszierende Zonen möglich. Reines Mannitol R zeigt keine Fluoreszenz.

Oberer Plattenrand			
eine dunkelblau fluoreszierende Zone (Scopoletin)	eine dunkelblau fluoreszierende Zone (Umbelliferon)	keine fluoreszierenden Zonen	eine dunkelblau fluoreszierende Zone eine dunkelblau fluoreszierende Zone
Referenzlösung a	Referenzlösung b	Referenzlösung c	Untersuchungslösung

Prüfung auf Reinheit

<i>Trocknungsverlust:</i>	(2.2.32) Höchstens 5,0 Prozent; wird mit 1,00 g Droge (710) (2.9.12) nach 2 h langem Trocknen im Trockenschrank bei 100 – 105 °C bestimmt.
<i>Asche:</i>	(2.4.16) Höchstens 2,0 Prozent.

Gehaltsbestimmung

Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

<i>Untersuchungslösung:</i>	20,0 mg gepulverte Droge (2.9.12) (Sieb IV: Maschenweite 750 µm) werden in 5,0 ml Wasser <i>R</i> gelöst.
<i>Referenzlösung a:</i>	20,0 mg Mannotetraose, 20,0 mg Mannotriose und 20,0 mg Glucose <i>R</i> und 20,0 mg Fructose werden in 500,0 ml Wasser <i>R</i> gelöst.
<i>Referenzlösung b:</i>	16,0 mg Mannitol <i>R</i> werden in 5,0 ml Wasser <i>R</i> gelöst.
<i>Platte:</i>	DC-Platte mit Kieselgel GF ₂₅₄ <i>R</i> (5 bis 40 µm) [oder DC-Platte mit Kieselgel F ₂₅₄ <i>R</i> (2 bis 10 µm)]
<i>Fließmittel:</i>	Acetonitril <i>R</i> , Ethylacetat <i>R</i> , 1-Propanol <i>R</i> , Wasser <i>R</i> (85:20:20:15 V/V/V/V)
<i>Entwicklung:</i>	Kammersättigung
<i>Auftragen:</i>	Untersuchungslösung 2 µl; punktförmig Referenzlösungen a und b je 2 µl; nebeneinander, punktförmig
<i>Laufstrecke:</i>	10 cm 2 Mal entwickeln
<i>Detektion:</i>	Die Platte wird in eine Detektionslösung aus 95,0 ml Methanol <i>R</i> , 5,0 ml konz. Schwefelsäure <i>R</i> und 0,2 g Thymol getaucht und danach 30 min lange bei 140 °C erhitzt.
<i>Ergebnis:</i>	Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung a und b und Untersuchungslösung sind aus den nachstehenden Angaben ersichtlich. Bei der Untersuchungslösung und der Referenzlösung b tritt jeweils ein Hauptfleck mit gleichem R _f -Wert auf, wobei jener der Untersuchungslösung mindestens eine vergleichbare Intensität aufweisen muss. Es können zusätzliche Nebenzonen in der Untersuchungslösung vorhanden sein.

Oberer Plattenrand		
eine dunkelrote Zone (Glucose)		eine dunkelrote Zone möglich
eine dunkelrote Zone (Fructose)	eine blaue Zone (Mannitol)	eine blaue Zone
eine dunkelrote Zone (Mannotriose) eine dunkelrote Zone (Mannotetraose)		eine dunkelrote Zone möglich eine dunkelrote Zone möglich
Referenzlösung a	Referenzlösung b	Untersuchungslösung

Lagerung

In gut schließenden Gefäßen.