

Monographie-Entwurf Paprikaextrakt

VORWORT

Die vorliegende Monographie wurde hinsichtlich ihrer Prüfmethode mit der Ph.Eur. Monographie „Eingestellter Cayennepfefferdickeextrakt“ (01/2014:2529) harmonisiert. So werden die Gehaltsbestimmung als auch die Reinheitsprüfung auf Nonivamid mittels HPLC durchgeführt. Die vorgeschlagenen Grenzwerte entsprechen der derzeitigen Marktsituation in Österreich.

ÖAB 2015/***

Mit Aceton hergestellter eingestellter Cayennepfefferdickeextrakt Capsici extractum acetonicum spissum normatum

Extractum Capsici
ÖAB 2015/###

Definition

Der aus **Cayennepfeffer (Capsici fructus)** hergestellte eingestellte Dickeextrakt

Gehalt: 2,5 - 4,0 Prozent Gesamtcapsaicinoide, berechnet als Capsaicin (C₁₈H₂₇NO₃; M_r 305,4)

Bereitung

Der Extrakt wird aus der pflanzlichen Droge unter Verwendung von Aceton nach einem geeigneten Verfahren hergestellt.

Der Gehalt an Gesamtcapsaicinoiden im Extrakt wird bestimmt und, wenn notwendig, an die definierten Werte durch Zugabe inerter Hilfsstoffe wie zum Beispiel Glucose-Sirup angepasst.

Eigenschaften

Aussehen: Viskose, gelborange- bis dunkelrote, in dünner Schicht klare oder fast klare Flüssigkeit
Prüfung auf Identität

Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

Untersuchungslösung: 0,25 g Extrakt werden mit 10 ml einer Mischung von Wasser *R* und 1-Propanol *R* (40:60 *V/V*) versetzt. Die Mischung wird 5 min lang geschüttelt und, falls erforderlich, filtriert.

Referenzlösung: 2 mg Capsaicin *R* und 1 mg Dihydrocapsaicin *R* werden in 5 ml Methanol *R* gelöst.

Platte: DC-Platte mit octadecylsilyliertem Kieselgel *R* (2 bis 10 μm)

Fließmittel: Wasser *R*, Methanol *R* (20:80 *V/V*)

Auftragen: 2 μl ; bandförmig 8 mm

Laufstrecke: 6 cm

Trocknen: an der Luft

Detektion: Die Platte wird mit einer Lösung von Dichlorchinonchlorimid *R* ($0,25 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) in Ethylacetat *R* behandelt und so lange Ammoniakdämpfen ausgesetzt, bis blaue Zonen erscheinen. Die Auswertung erfolgt im Tageslicht.

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	
-----	-----
Capsaicin: eine blaue Zone	eine blaue Zone (Capsaicin)
Dihydrocapsaicin: eine blaue Zone	eine blaue Zone (Dihydrocapsaicin)
-----	-----
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Prüfung der Reinheit

Trockenrückstand (Ph.Eur 2.8.16): mindestens 98,0% mit 2,00g

Nonivamid: Flüssigchromatographie (2.2.29)

Untersuchungslösung: Der Extrakt wird zu einer homogenen Masse, falls erforderlich unter Erwärmen bei einer Temperatur von höchstens 60 °C, gerührt. 0,350 g des homogenen Extrakts werden in 35 ml einer Mischung von Wasser *R* und 1-Propanol *R* (40:60 *V/V*) dispergiert. Die Mischung wird 30 min lang geschüttelt und anschließend mit 1-Propanol *R* zu 50,0 ml verdünnt. 25,0 ml dieser Mischung werden mit der mobilen Phase zu 50,0 ml verdünnt und durch ein Membranfilter (nominale Porengröße 0,45 µm) filtriert.

Referenzlösung: 8,0 mg Nonivamid *CRS* werden in der mobilen Phase zu 100,0 ml gelöst (Lösung A). 8,0 mg Capsaicin *CRS* werden in einer Mischung von 5,0 ml Lösung A und 45 ml mobiler Phase gelöst. Diese Lösung wird mit der mobilen Phase zu 100,0 ml verdünnt.

Säule:

- Größe: $l = 0,25 \text{ m}$, $\varnothing = 4,6 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: phenylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie *R* (5 µm)
- Temperatur: 30 °C

Mobile Phase: Acetonitril *R1*, Lösung von Phosphorsäure 85 % *R* ($1 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) (40:60 *V/V*)

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

Detektion: Spektrometer bei 225 nm

Einspritzen: 10 µl

Chromatographiedauer: 1,2 fache Retentionszeit von Dihydrocapsaicin

Reihenfolge der Elution: Nordihydrocapsaicin, Nonivamid, Capsaicin, Dihydrocapsaicin
Relative Retention (bezogen auf Capsaicin, *R* etwa 19 min)

- Nordihydrocapsaicin: etwa 0,9
- Nonivamid: etwa 0,95
- Dihydrocapsaicin: etwa 1,3

Eignungsprüfung: Referenzlösung

- Auflösung: mindestens 1,5 zwischen den Peaks von Nonivamid und Capsaicin

Der Prozentgehalt an Nonivamid, bezogen auf den Gesamtcapsaicinoidgehalt, wird nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{A1.m2.p1.5}{A2.m1.C}$$

A1 = Fläche des Peaks von Nonivamid im Chromatogramm der Untersuchungslösung

A2 = Fläche des Peaks von Nonivamid im Chromatogramm der Referenzlösung

m1 = Einwaage des Dickextrakts zur Herstellung der Untersuchungslösung in Gramm

m2 = Masse von Nonivamid *CRS* zur Herstellung der Referenzlösung in Gramm

p1 = Prozentgehalt an Nonivamid in Nonivamid *CRS*

C = Prozentgehalt an Gesamtcapsaicinoiden, wie unter „Gehaltsbestimmung“ ermittelt

Grenzwert:

– Nonivamid: höchstens 5,0 Prozent des Gesamtcapsaicinoidgehalts

Gehaltsbestimmung

Gesamtcapsaicinoide: Flüssigchromatographie (2.2.29) wie unter „Prüfung auf Reinheit, Nonivamid“ beschrieben.

Der Prozentgehalt an Gesamtcapsaicinoiden wird als Prozentgehalt an Capsaicin nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{(A3+A5+A6).m3.p2}{A4.m1}$$

A3 = Fläche des Peaks von Capsaicin im Chromatogramm der Untersuchungslösung

A4 = Fläche des Peaks von Capsaicin im Chromatogramm der Referenzlösung

A5 = Fläche des Peaks von Dihydrocapsaicin im Chromatogramm der Untersuchungslösung

A6 = Fläche des Peaks von Nordihydrocapsaicin im Chromatogramm der Untersuchungslösung

m1 = Einwaage des Dickextrakts zur Herstellung der Untersuchungslösung in Gramm

m3 = Masse von Capsaicin *CRS* zur Herstellung der Referenzlösung in Gramm

p_2 = Prozentgehalt an Capsaicin in Capsaicin *CRS*