

Lorbeeröl

Lauri oleum

Oleum Lauri

Definition

Das aus den frischen Früchten von *Laurus nobilis* L. durch ein geeignetes Verfahren gewonnene Gemenge von Fett und ätherischem Öl.

Gehalt an ätherischem Öl mindestens $18 \text{ ml} \cdot \text{kg}^{-1}$

Eigenschaften

Aussehen: Grüne bis bräunlich grüne Flüssigkeit mit körnig-kristallinem Ölanteil, die beim Abkühlen zu einer salbenartigen Masse erstarrt.

Geruch: charakteristisch aromatisch

Löslichkeit: Lorbeeröl ist leicht löslich in Dichlormethan, in Petroläther ist es nur teilweise löslich. Es ist schwer löslich in wasserfreiem Ethanol.

Um die Bildung von Sedimenten zu vermeiden, ist das Lorbeeröl vor der Verarbeitung auf $30 - 35^\circ\text{C}$ zu erwärmen und gut zu homogenisieren.

Prüfung auf Identität

A oder B und C oder D

A. Zusammensetzung des ätherischen Öls: Prüfung mittels Gaschromatographie (2.2.28) oder

B. Zusammensetzung des ätherischen Öls: Prüfung mittels Hochleistungsdünnschichtchromatographie (2.8.)

C. Die Substanz entspricht der Prüfung „Fettsäurezusammensetzung“ - siehe Prüfung auf Reinheit: mittels Gaschromatographie (2.4.22, Methode C) oder

D. Die Substanz entspricht der Prüfung „Fettsäurezusammensetzung“ - siehe Prüfung auf Reinheit: mittels Dünnschichtchromatographie (2.3.2: Identifizierung fetter Öle, Methode A)

A. Zusammensetzung des ätherischen Öls: Gaschromatographie (2.2.28)

Untersuchungslösung: 20,0 g Substanz werden in einen 1000 ml Rundkolben eingewogen, mit 400 ml Wasser *R* versetzt und in der Apparatur zur „Gehaltsbestimmung des ätherischen Öls in Drogen“ (2.8.12) ohne Xylol *R* als Vorlage 2h lang destilliert. Aus dem isolierten ätherischen Öl wird eine 2%ige Lösung in Hexan *R* hergestellt.

Referenzlösung: 5 μl α -Pinen *R*, 5 μl β -Pinen *R*, 5 μl Sabinen *R*, 5 μl α -Phellandren *R* und 5 μl Cineol *R* werden mit Hexan *R* zu 10 ml verdünnt.

Säule:

- Material: Quarzglas
- Größe: $l = 60 \text{ m}$, $\varnothing = 0,25 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: Macrogol 20000 *R* (Filmdicke $0,25 \mu\text{m}$)

Trägergas: Helium zur Chromatographie *R*

Durchflussrate: $1,7 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

Splitverhältnis: 1:50

Temperatur:

	Zeit [min]	Temperatur [°C]
Säule	0 - 2	40
	2 - 67	40 - 235
	67 - 70	235
Probeneinlass		250
Detektor		250

Detektion: Flammenionisation

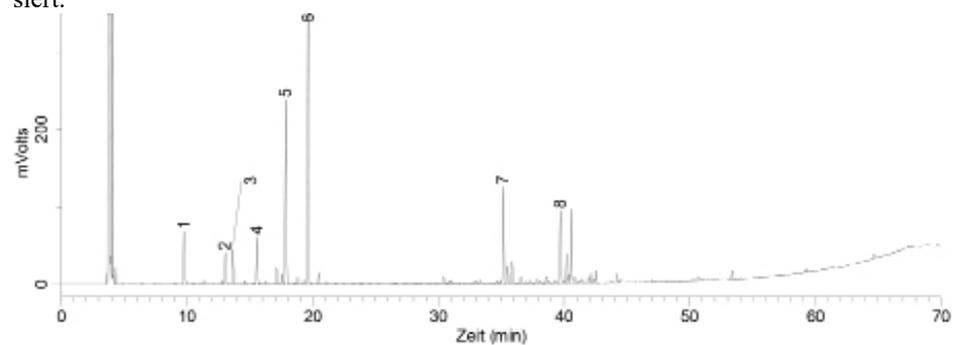
Einspritzen: je 1 µl

Reihenfolge der Elution: Die Substanzen werden in der gleichen Reihenfolge wie bei der Herstellung der Referenzlösung angegeben eluiert. Die Retentionszeiten dieser Substanzen werden aufgezeichnet.

Eignungsprüfung: Referenzlösung

– Auflösung: mindestens 1,5 zwischen den Peaks von β -Pinen und Sabinen.

Mit Hilfe der im Chromatogramm der Referenzlösung erhaltenen Retentionszeiten werden im Chromatogramm der Untersuchungslösung die Komponenten der Referenzlösung lokalisiert. Trans- β -Ocimen, β -Elemen und α -Terpinylacetat werden unter Verwendung des Typchromatogramms lokalisiert.



Typchromatogramm der äther. Ölfraction von Lorbeeröl

- | | | |
|-------------------|--------------------------|----------------------------|
| 1 α -Pinen | 4 α -Phellandren | 7 β -Elemen |
| 2 β -Pinen | 5 1,8-Cineol | 8 α -Terpinylacetat |
| 3 Sabinen | 6 trans- β -Ocimen | |

B. Zusammensetzung des ätherischen Öls: Hochleistungsdünnschichtchromatographie (2.8.25)

Untersuchungslösung: 1,00 g Lorbeeröl wird in 20 ml Toluol *R* gelöst.

Referenzlösung (a): 5 mg Costunolid *R* und 5 mg Dehydrocostuslacton *R* werden mit Methanol *R* zu 5 ml gelöst.

Referenzlösung (b): 1 ml der Referenzlösung (a) wird mit 3 ml Methanol *R* verdünnt

Intensitätsmarker: Referenzlösungen (a) und (b): Costunolid und Dehydrocostuslacton

Systemeignung: Referenzlösung (a)

Platte: DC-Platte mit Kieselgel F254 *R* (2-10µm)

- Fließmittel:* Toluol R, Ethylacetat R (93:7 V/V)
- Auftragen:* 5 µl; bandförmig (8 mm)
- Laufstrecke:* 8 cm vom unteren Rand der Platte
- Trocknen:* an der Luft
- Detektion:* Die Platte wird mit Anisaldehyd-Reagenz R besprüht und anschließend 5 bis 10 min lang bei 100 bis 105°C erhitzt. Die Auswertung erfolgt im Tageslicht.
- Das Chromatogramm zeigt im mittleren Drittel 2 getrennte Zonen; die untere Zone (Costuslacton) ist dunkelviolett, die obere Zone (Dehydrocostuslacton) blau gefärbt.
- Ergebnis:* Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung und Untersuchungslösung ist aus den nachstehenden Angaben ersichtlich. Im Chromatogramm der Untersuchungslösung können weitere bläuliche, rosa oder violette Zonen vorhanden sein.

Oberer Plattenrand	
	eine violette Zone eine intensive dunkelviolette Zone
Dehydrocostuslacton: eine blaue Zone Costuslacton: eine dunkelviolette Zone	eine blaue Zone (Dehydrocostuslacton) eine dunkelviolette Zone (Costuslacton)
	2 schwache violette bzw. rosa Zonen
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Prüfung auf Reinheit

Verseifungszahl (2.5.6): 160-220

Peroxidzahl (2.5.5, Methode A): höchstens 20

Fettsäurezusammensetzung: C mittels Gaschromatographie (2.4.22, Methode C) oder D: mittels Dünnschichtchromatographie (2.3.2: Identifizierung fetter Öle, Methode A)

C. Fettsäurezusammensetzung mittels Gaschromatographie (2.4.22, Methode C)

Die in Tab. 2.4.22-1 angegebene Kalibriermischung wird verwendet.

- Säule:*
- Material: Quarzglas
 - Größe: $l = 30 \text{ m}$, $\varnothing = 0,25 \text{ mm}$
 - Stationäre Phase: Macrogol 20000 R (Filmdicke $0,25 \text{ }\mu\text{m}$)

Trägergas: Helium zur Chromatographie R

Durchflussrate: $2,0 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

Temperatur:

	Zeit [min]	Temperatur [°C]
Säule	0-5,5	70-180
	5,5-28,8	180-250
	28,8-34,0	250
Probeneinlass		250
Detektor		250

<i>Detektion:</i>	Flammenionisation
<i>Einspritzen:</i>	je 1 µl
<i>Fettsäuren- zusammensetzung</i>	Lorbeeröl: die Prozentgehalte müssen innerhalb folgender Grenzwerte liegen: <ul style="list-style-type: none"> - Laurinsäure: 12,5 bis 22,0 Prozent - Myristinsäure: max. 1,5 Prozent - Palmitinsäure: 14,0 bis 20,0 Prozent - Palmitoleinsäure: max. 1,5 Prozent - Stearinsäure: 0,9 bis 2,0 Prozent - Ölsäure: 32,0 bis 42,0 Prozent - Linolsäure: 18,0 bis 27,0 Prozent - Linolensäure: max. 1,5 Prozent - Arachinsäure: max. 0,2 Prozent

D. Fettsäurezusammensetzung mittels Dünnschichtchromatographie (2.3.2: Identifizierung fetter Öle, Methode A)

Untersuchungslösung: etwa 20 mg (1 Tropfen) des Lorbeeröls werden in 3 ml Dichlormethan *R* gelöst

Referenzlösung: etwa 20 mg (1 Tropfen) Maiskeimöl werden in 3 ml Dichlormethan *R* gelöst

Platte: beschichtet mit einem geeigneten octadecylsilylierten Kieselgel zur Hochleistungsdünnschichtchromatographie (HPTLC RP-18 F₂₅₄ S)

Fließmittel

Fließmittel A: Ether *R*

Fließmittel B: Dichlormethan *R*, Essigsäure 99% *R*, Aceton *R* (20:40:50 V/V/V)

Auftragen: 1 µl

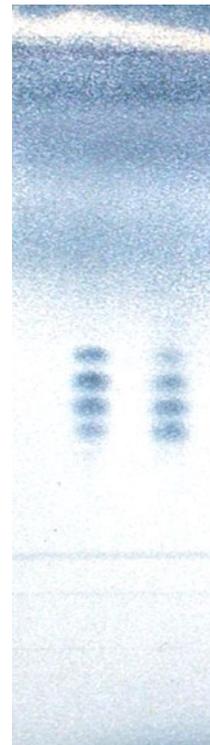
Entwicklung: 2-mal mit dem *Fließmittel A* über eine Laufstrecke von 0,5 cm; anschließend 2-mal mit dem *Fließmittel B* über eine Laufstrecke von 8 cm

Trocknen: an der Luft

Detektion: Die Platte wird mit Molybdatophosphorsäure *R* (100 g · l⁻¹) in Ethanol 96 % *R* besprüht und etwa 3 min lang bei 120 °C erhitzt. Die Auswertung erfolgt im Tageslicht.

Ergebnis: Das Chromatogramm zeigt Zonen, die mit denjenigen in Kapitel 2.3.2: Identifizierung fetter Öle durch Dünnschichtchromatographie in Abb. 2.3.2-1 der aktuellen Ph.Eur. vergleichbar sind.

Oberer Plattenrand	
---	---
Vierte Zone	Vierte Zone
Dritte intensivere Zone	Dritte Zone
Zweite intensivere Zone	Zweite Zone
Erste Zone	Erste Zone
---	---
Referenzlösung	Untersuchungslösung



Links: Referenzlösung Maiskeimöl

Rechts: Untersuchungslösung

Gehaltsbestimmung

Der Gehalt an ätherischem Öl wird mit 20,0 g Lorbeeröl gemäß „Gehaltsbestimmung des ätherischen Öls in Drogen“ (2.8.12) bestimmt.

Lagerung

Vor Licht geschützt, in dicht schließenden Gefäßen.

Anhang

Costunolid. $C_{15}H_{20}O_2$. *Mr* 232.3, CAS No 553-21-9

Dehydrocostuslacton. $C_{15}H_{18}O_2$. *Mr* 230.3, CAS No 477-43-0