

Primelextrakt, eingestellt **Primulae Extractum, normatum**

Extractum Primulae

ÖAB 2010/xxx

DEFINITION

Aus Primelwurzeln (*Primulae radix*) hergestellter Trockenextrakt.

Gehalt: 30,5 bis 34,0 Prozent Primulasäure I ($C_{54}H_{88}O_{23}$; M_r 1105) und Primulasäure II ($C_{59}H_{96}O_{27}$; M_r 1237) bezogen auf den getrockneten Extrakt

EIGENSCHAFTEN

Aussehen: hellbraunes Pulver

Löslichkeit: leicht löslich in Wasser mit leicht kolloidaler Trübung, praktisch unlöslich in Ethanol 96 %

PRÜFUNG AUF IDENTITÄT

1: A

2: B, C

A. Die bei der „Gehaltsbestimmung“ erhaltenen Chromatogramme werden ausgewertet.

Ergebnis: Das Chromatogramm der Untersuchungslösung zeigt zwei Peaks, die den Primulasäuren I und II entsprechen.

B. Dünnschichtchromatographie (2.2.27).

Untersuchungslösung: 120 mg Primelextrakt werden mit 10,0 ml Ethanol 70 % *R* kurz geschüttelt. Anschließend wird durch ein Membranfilter von 0,45 µm nominaler Porenweite filtriert.

Referenzlösung: 2,0 mg Monoammoniumglycyrrhizinat *CRS* und 2,0 mg Saccharose *R* werden in 1,0 ml Ethanol 70 % *R* gelöst.

Platten: DC-Platte mit Kieselgel *R* (5 bis 40 µm) [oder DC-Platte mit Kieselgel *R* (2 bis 10 µm)]

Fließmittel: Dichlormethan *R*, Essigsäure 99 % *R*, Methanol *R*, Wasser *R* (60:32:12:8 V/V/V/V)

Auftragen: 20 µl [oder 5 µl]; bandförmig 15 mm [oder 8 mm]

Laufstrecke: 12 cm [oder 6 cm]; Kammersättigung für 15 Minuten

Trocknen: an der Luft

Detektion: Die Platte wird mit Anisaldehyd-Reagenz *R* besprüht und 5 bis 10 min lang bei 105 - 110 °C erhitzt. Die Auswertung erfolgt anschließend 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	
<p>Glycyrrhizinat: rotviolette Zone</p> <p>Saccharose: graugrüne Zone</p>	<p>Primulasäure I: eine graubraune Zone</p> <p>Primulasäure II: eine graubraune Zone</p>
Referenzlösung	Untersuchungslösung

- C. Löst man etwa 0,01 g Primelextrakt in 10 ml Wasser, so tritt beim Schütteln noch ein deutlicher Schaum auf.

PRÜFUNG AUF REINHEIT

Trocknungsverlust (2.8.17): höchstens 5,0 Prozent

Asche (2.4.16): höchstens 8,0 Prozent

GEHALTSBESTIMMUNG

Flüssigchromatographie (2.2.29)

Untersuchungslösung: 100 mg Primelextrakt werden mit 10,0 ml Methanol *R* 20 min lang im Ultraschallbad behandelt. Anschließend wird durch ein Membranfilter von 0,45 µm nominaler Porenweite filtriert.

Referenzlösung: 2,0 mg Primulasäure I *R* werden in 1,0 ml Methanol *R* gelöst.

Säule

- Größe: $l = 0,125 \text{ m}$, $\varnothing = 3 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: octylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie *R* (5 µm) (1)

Mobile Phase: 650 Volumenteile Methanol *R* und 350 Volumenteile einer Lösung von Kaliumdihydrogenphosphat *R* ($0,677 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) werden gemischt und mit Phosphorsäure *R* auf einen pH-Wert von 3,3 eingestellt.

Durchflussrate: $0,9 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

Detektion: Refraktometer (RI-Detektor) bei konstanter Temperatur ($40 \text{ }^\circ\text{C}$)

Einspritzen: $25 \text{ } \mu\text{l}$

Chromatographiedauer: 1,7fache Retentionszeit von Primulasäure I

Relative Retention (bezogen auf Primulasäure I t_{R} etwa 6 min)

- Primulasäure II: etwa 0,8

Eignungsprüfung: Untersuchungslösung

- Peak-Tal-Verhältnis: mindestens 2,5 zwischen den Peaks von Primulasäure I und Primulasäure II.

Der Prozentgehalt an Primulasäure I ($\text{C}_{54}\text{H}_{88}\text{O}_{23}$; M_r 1105) und Primulasäure II ($\text{C}_{59}\text{H}_{96}\text{O}_{27}$; M_r 1237) wird nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{S_1 \times m_2 \times 10 \times p}{S_2 \times m_1}$$

S_1 = Summe der Peakflächen von Primulasäuren I und II im Chromatogramm der Untersuchungslösung

S_2 = Peakfläche von Primulasäure I im Chromatogramm der Referenzlösung

m_1 = Einwaage Droge in Gramm

m_2 = Einwaage Primulasäure I *R* in Gramm

p = Prozentgehalt an Primulasäure I in Primulasäure I *R*

(1) LiChrospher 60 RP-select B ist geeignet

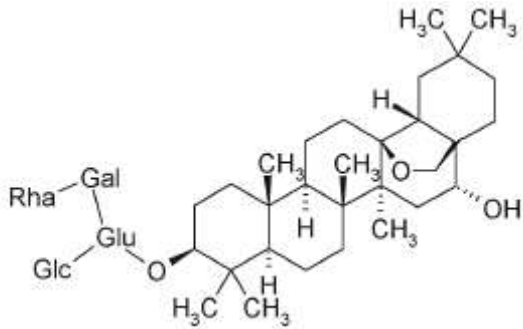
LAGERUNG

In dicht verschlossenen Behältnissen, vor Licht geschützt

ANHANG

Reagentien

Primulasäure I



C₅₄H₈₈O₂₃

M_r = 1105,3

CAS No. 65312-86-9

Lieferant PhytoLab ist geeignet

Anlagen für Publikation (im ÖAB nicht vorgesehen)

PRÜFUNG AUF IDENTITÄT, Dünnschichtchromatographie

Abbildung 1: DC-Platte mit Kieselgel *R* (5 bis 40 µm)

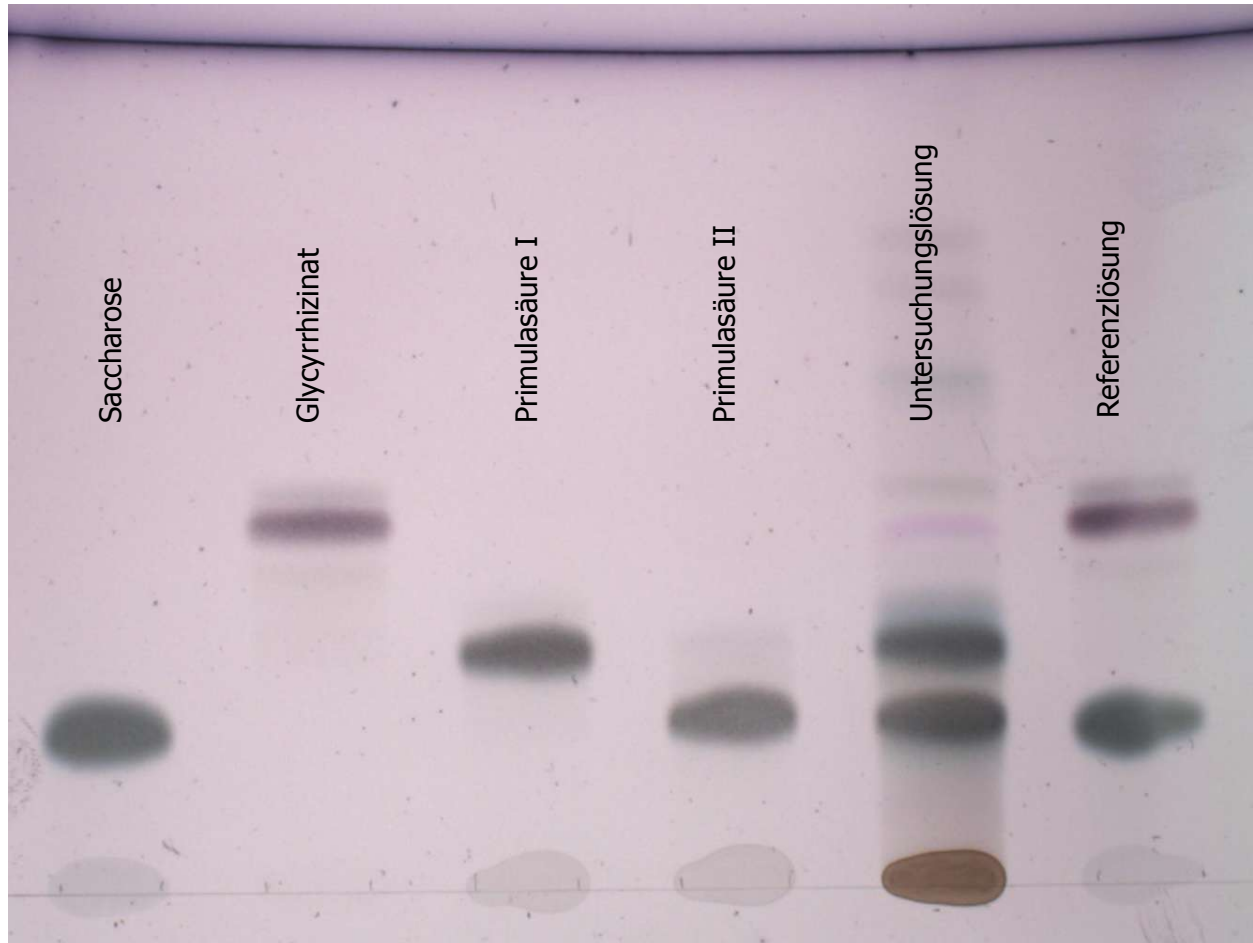
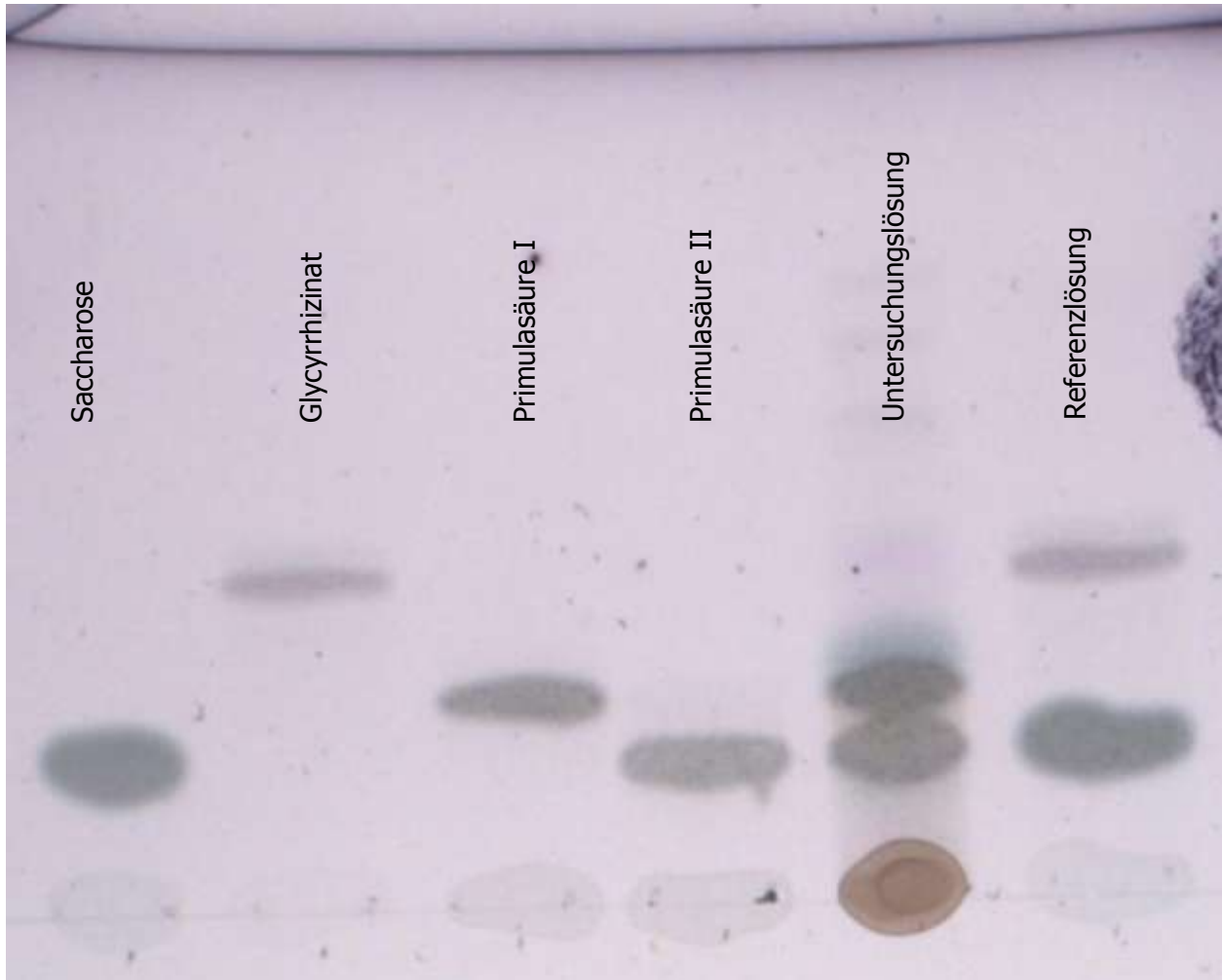


Abbildung 2: DC-Platte mit Kieselgel *R* (2 bis 10 μm)



GEHALTSBESTIMMUNG, Flüssigchromatographie

Abbildung 3: Chromatogramm der Referenzlösung

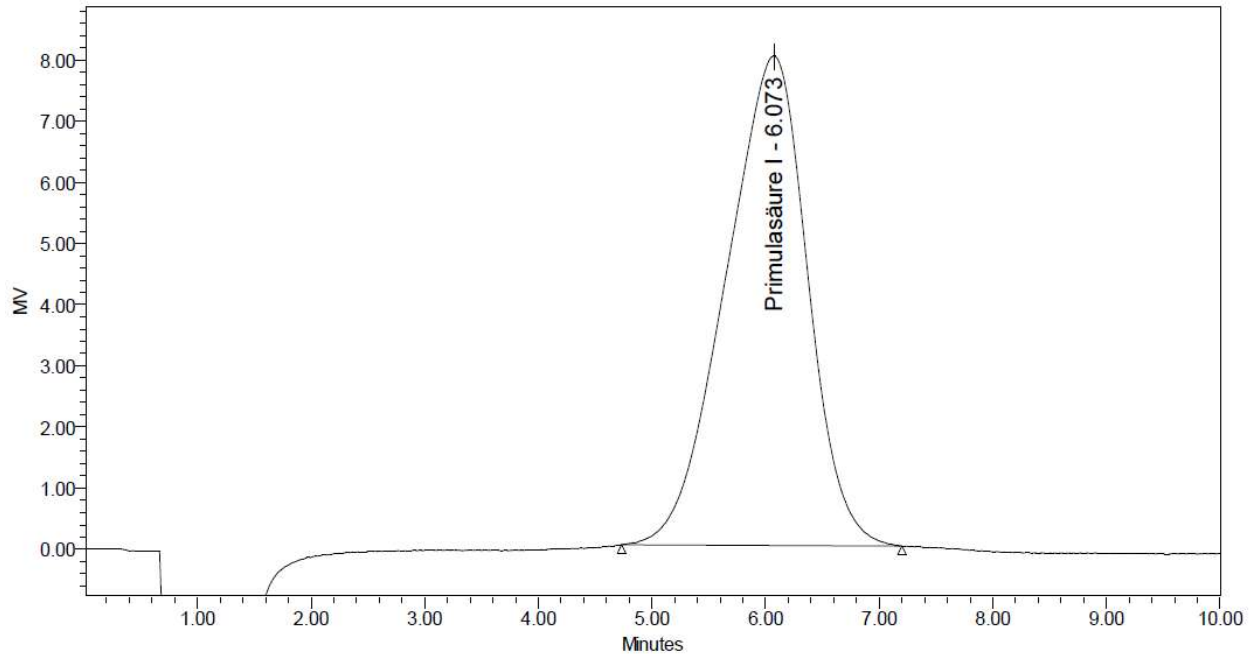


Abbildung 4: Chromatogramm der Untersuchungslösung

