

!!! ÖAB-Monographie Revision!!!

Die folgende revidierte Monographie ist für die Aufnahme in das ÖAB (österreichisches Arzneibuch) vorgesehen. Stellungnahmen dazu sind bis zum 31.5.2011 an folgende Adresse zu schicken (bevorzugt als e-mail):

Min.Rat. Mag. pharm. Yvonne Gaspar  
Bundesministerium für Gesundheit  
Radetzkystr. 2  
A-1031 Wien  
Tel:+43/1/71100-4729  
Fax:+43/1/7134404-1454  
e-mail: yvonne.gaspar@bmg.gv.at

Vorwort:

Die dzt. ÖAB-Monographie entspricht hinsichtlich Spezifikationen und Analysemethoden nicht mehr dem Stand der pharmazeutischen Wissenschaften. Die wesentlichen Verbesserungen sind die Bestimmung der Konservantien mittels HPLC und die Festlegung entsprechender Spezifikationen, angepasst an die dzt. Marktsituation in AT.

Ad Dünnschichtchromatographie: Entsprechend dem derzeitigen Stand der Wissenschaft, wurde zur Extraktion der Inhaltsstoffe aus der Matrix die Festphasenextraktion eingesetzt.

R. Macas, AGES PharmMed, 23.03.2011

**Senegasirup**  
**Polygalae sirupus**  
*Sirupus Senegae*

ÖAB 2011/###

## Definition

Wässriges Mazerat aus Senegawurzel.

## Herstellung

Senegawurzel (IV).....	10 g
Gereinigtes Wasser.....	110 g
Saccharose.....	160 g
Ethanol 96 %.....	1,50 g
Methyl-4-hydroxybenzoat.....	0,18 g
Propyl-4-hydroxybenzoat.....	0,09 g

Die Senegawurzel wird mit siedendem Gereinigtem Wasser übergossen und 4 Stunden lang unter gelegentlichem Umrühren in einem bedeckten Gefäß stehen gelassen. Nach dem Abkolieren werden je 100 g der Flüssigkeit mit der Saccharose zum Sirup verkocht, wobei man die in Ethanol gelösten Alkyl-4-hydroxybenzoate am Ende des Kochprozesses hinzufügt. Anschließend wird siedend heiß koliert und sofort in geeignete, trockene, warme Gefäße abgefüllt. Die Gefäße sind sofort zu verschließen.

## Eigenschaften

*Aussehen:* klare oder schwach trübe, bräunlich-gelbe, niedrig viskose Flüssigkeit

*Geruch:* schwach, aber charakteristisch

## Prüfung auf Identität

- A. 0,7 g Sirup werden in einem 100-ml-Mischzylinder von 3 cm Durchmesser mit Wasser R zu 100 ml verdünnt und kräftig geschüttelt. Der Schaumring bleibt mindestens 1 h lang bestehen.
- B. 0,05 ml Zubereitung, 0,5 g Resorcin *R* und 2,6 ml Salzsäure *R1* werden 2 min lang am Wasserbad erhitzt. Es entsteht eine dunkelrote Färbung.
- C. Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

*Untersuchungslösung:* 5,0 g Sirup werden mit 5 ml Wasser R verdünnt. Eine Kartusche, die etwa 0,5 g octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie *R* enthält, wird 2-mal mit je 2 ml Methanol R und anschließend mit 5 ml Wasser *R* konditioniert. 5 ml der Lösung werden auf die Kartusche aufgebracht und 3-mal mit je 5 ml Wasser *R* gewaschen. Anschließend wird 3-mal mit je 0,5 ml Methanol *R* eluiert. Die Eluate werden vereint und in einem schwachen Strom von Stickstoff R bei einer Temperatur von höchstens 40 °C zur Trockene eingedampft. Bei einer Temperatur von höchstens 40 °C und verminderten Druck kann auch ein Rotationsverdampfer eingesetzt werden. Der Rückstand wird in 0,5 ml Methanol R aufgenommen.

*Referenzlösung:* 2 mg Monoammonium Glycyrrhizinate CRS und 2 mg Saccharose *R* werden in Ethanol 70% *R* zu 1 ml gelöst.

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

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

*Auftragen:* 20 µl [oder 5 µl]; bandförmig

*Laufstrecke:* 12 cm [ oder 6 cm]

*Trocknen:* an der Luft

*Detektion A:* Die Platte wird mit Anisaldehyd-Reagenz *R* besprüht und im ultravioletten Licht bei 365 nm ausgewertet.

*Ergebnis A:* Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung und Untersuchungslösung ist aus den nachstehenden Angaben ersichtlich. Im

Chromatogramm der Untersuchungslösung können weitere fluoreszierende Zonen vorhanden sein.

<b>Oberer Plattenrand</b>	
	eine blau fluoreszierende Zone
	eine blau fluoreszierende Zone
Monoammonium Glycyrrhizinate: eine gelbgrüne und eine braune Zone	eine gelbgrüne Zone
Saccharose: eine rotbraune Zone	
<b>Referenzlösung</b>	<b>Untersuchungslösung</b>

*Detektion B:* Die Platte wird im Tageslicht ausgewertet.

*Ergebnis B:* Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung und Untersuchungslösung ist aus den nachstehenden Angaben ersichtlich. Im Chromatogramm der Untersuchungslösung können weitere Zonen vorhanden sein.

<b>Oberer Plattenrand</b>	
Monoammonium Glycyrrhizinate: eine rosaviolette und eine violette Zone	eine gelbe und eine grüne Zone
-	eine rotbraune Zone
Saccharose: eine grüne Zone	eine grüne Zone (Saccharose)
<b>Referenzlösung</b>	<b>Untersuchungslösung</b>

## Prüfung auf Reinheit

**Relative Dichte (2.2.5):** 1,290 bis 1,325

**Brechungsindex (2.2.6):** 1,447 bis 1,457

**Methyl-4-hydroxybenzoat, Propyl-4-hydroxybenzoat:** 0,0619  $\theta$ ,0575 % bis 0,0756  $\theta$ ,0703-% Methyl-4-hydroxybenzoat und 0,0309  $\theta$ ,0287 % bis 0,0378  $\theta$ ,0351 % Propyl-4-hydroxybenzoat

Flüssigchromatographie (2.2.29)

*Untersuchungslösung:* 3,000 g der Zubereitung werden in der mobilen Phase zu 100,0 ml gelöst

*Referenzlösung:* 40,0 mg Methyl-4-hydroxybenzoat und 20,0 mg Propyl-4-hydroxybenzoat werden in der mobilen Phase zu 100,0 ml gelöst. 5,0 ml dieser Lösung werden mit der mobilen Phase zu 100,0 ml verdünnt.

*Säule*

- Größe:  $l = 0,150$  m,  $\varnothing = 4$  mm
- Stationäre Phase: octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie  $R$  (5  $\mu$ m)
- Temperatur: 40 °C

*Mobile Phase:* Wasser  $R$ , Methanol  $R$  (30:70 V/V)

*Durchflussrate:* 1,0 ml  $\cdot$  min<sup>-1</sup>

*Detektion:* Spektrometer bei 254 nm

*Einspritzen:* 20  $\mu$ l

*Eignungsprüfung:* Referenzlösung

- Auflösung: mindestens 2,0 zwischen den Peaks von Methyl-4-hydroxybenzoat und Propyl-4-hydroxybenzoat

## Lagerung

In dicht verschlossenen, möglichst vollständig gefüllten Behältnissen, bei höchstens 25 °C