

Thymianfluidextrakt

Thymi extractum fluidum

Extractum Thymi fluidum

Definition

Der aus Thymian hergestellte Fluidextrakt.

Gehalt: mindestens 0,03% Thymol ($C_{10}H_{14}O$; M_r 150,2)

Herstellung

Die Arzneidroge wird mit einer Mischung von Ethanol 96% V/V, Wasser und Glycerol 85% m/m (30:40-60:10-30 m/m/m) nach einem geeigneten Verfahren extrahiert.

Eigenschaften

Aussehen: braune bis rotbraune Flüssigkeit

Charakteristischer Geruch.

Prüfung auf Identität

Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

Untersuchungslösung: 1 ml Thymianfluidextrakt wird mit 1 ml Methanol *R* verdünnt.

Referenzlösung: 1 mg Rutosid *R* und 1 mg Rosmarinsäure *R* werden in 5 ml Methanol *R* gelöst.

Platte: DC-Platte mit Kieselgel F_{254} *R* (5 bis 40 μm) [oder DC-Platte mit Kieselgel F_{254} *R* (2 bis 10 μm)]

Fließmittel: wasserfreie Ameisensäure *R*, Wasser *R*, Ethylacetat *R* (1:1:15 V/V/V).

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

Laufstrecke: 15 cm [oder 6 cm]

Trocknen: an der Luft

Detektion : Die Platte wird 3 min lang bei 100 °C erhitzt und im noch heißen Zustand mit einer Lösung von Diphenylboryloxyethylamin *R* (5 g/l) in Ethylacetat *R* und anschließend mit einer Lösung von Macrogol 400 *R* (50 g/l) in Dichlormethan *R* behandelt. Die Auswertung erfolgt im ultravioletten Licht bei 365 nm.

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

Oberer Plattenrand	
Rosmarinsäure: eine blau fluoreszierende Zone	eine blau fluoreszierende Zone eine gelb fluoreszierende Zone eine blau fluoreszierende Zone (Rosmarinsäure)
	eine blau fluoreszierende Zone
	2 gelb bis orange fluoreszierende Zonen
Rutosid: eine orange-gelb fluoreszierende Zone	2 gelb bis orange fluoreszierende Zonen eine orange-gelb fluoreszierende Zone (Rutosid) kann vorhanden sein
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Prüfung auf Reinheit

Ethanolgehalt (2.9.10): 20–35 Prozent (V/V)

Methanol und 2-Propanol (2.9.11): Höchstens 0,05 Prozent (V/V) Methanol und höchstens 0,05 Prozent (V/V) 2-Propanol

Gehaltsbestimmung: Gaschromatographie (2.2.28)

Untersuchungslösung: 2,000 g Flüssigextrakt werden in einem 10-ml Messkolben eingewogen, mit 5 ml Ethanol R gemischt und anschließend mit Ethanol R auf 10,00 ml aufgefüllt. Die Untersuchungslösung wird zum Absetzen der Trübung kurz stehen gelassen und anschließend der Überstand durch ein 0,45 µm PTFE-Spritzenvorsatzfilter filtriert.

Referenzlösung (a): 15 mg Thymol R werden in einem 100-ml Messkolben in 50 ml Ethanol R gelöst. Diese Lösung wird mit 2 ml einer Lösung von 20 mg Carvacrol R in 25 ml Ethanol R gemischt und mit Ethanol R auf 100 ml aufgefüllt.

Referenzlösung (b): 15,0 mg Thymol R werden in einem 50-ml Messkolben in Ethanol R gelöst und auf 50,00 ml aufgefüllt. 2,00 ml dieser Lösung werden mit Ethanol R auf 10,00 ml verdünnt.

Säule: Material: Quarzglas
Größe: l = 60 m, ø = 0,25 mm,
Stationäre Phase: Macrogl 20 000 R, Filmdicke = 0,25 µm

Trägergas: Helium zur Chromatographie R

Durchflussrate: 1,5 ml · min⁻¹

Split-Verhältnis: ohne Splitting

Temperatur:

	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Säule	0–3,5	65
	3,5–42,25	65 → 220
	42,25–58,25	220 → 250
Probeneinlass		190
Detektor		270

Detektion: Flammenionisation

Einspritzen: 1,0 µl

Eignungsprüfung:

Referenzlösung (a) Auflösung zwischen den Signalen von Thymol und Carvacrol mindestens 1,5.

Reihenfolge der Elution: Thymol ca. 39 Minuten, Carvacrol ca. 40 Minuten.

Die Berechnung des Gehaltes an Thymol erfolgt gegen Referenzlösung (b) unter Berücksichtigung des angegebenen Gehaltes von Thymol R.