

Thymianfluidextrakt

Thymi extractum fluidum

Extractum Thymi fluidum

Definition

Der aus Thymian (*Thymi herba*) hergestellte Fluidextrakt.

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

Herstellung

Die Arzneidroge wird mit einer Mischung aus Ethanol 96%, Wasser und Glycerol 85% im Verhältnis 2:2:1 befeuchtet. Die Extraktion erfolgt mit einer Mischung aus Ethanol 96% und Wasser im Verhältnis 1:4 nach einem für Fluidextrakte geeigneten Verfahren.

Eigenschaften

Aussehen: braune bis rotbraune Flüssigkeit

Charakteristischer Geruch.

Prüfung auf Identität

Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

Untersuchungslösung: In einem Scheidetrichter werden 9 ml Fluidextrakt mit 3 ml Dichlormethan R ausgeschüttelt, die organische Phase wird für die Analyse verwendet.

Referenzlösung: 10 mg Thymol R und 20 μ l Carvacrol R werden in 10 ml Dichlormethan gelöst.

Platte: DC-Platte mit Kieselgel F₂₅₄ R (5 bis 40 μ m) [oder DC-Platte mit Kieselgel F₂₅₄ R (2 bis 10 μ m)]

Fließmittel: Dichlormethan R.

Auftragen: 15 μ l; bandförmig [oder 10 μ l; bandförmig]

Laufstrecke: 18 cm [oder 8,5 cm]

Trocknen: 5 min lang an der Luft

Detektion A: im ultravioletten Licht bei 254 nm

Ergebnis A: Die Zonenfolge in den Chromatogrammen der Referenzlösungen und der Untersuchungslösung ist aus nachstehender Abbildung ersichtlich. Die fl -
de Zone des Carvacrols in der Untersuchungslösung kann, muss jedoch nicht unbedingt zu sehen sein. Darunter fi sich mehrere fl Zonen.

Oberer Plattenrand	
Thymol: eine fluoreszenzmindernde Zone	eine fluoreszenzmindernde Zone (Thymol)
Carvacrol: eine fluoreszenzmindernde Zone	eine fluoreszenzmindernde Zone (Carvacrol)
	mehrere fluoreszenzmindernde Zonen
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Detektion B: Die Platte wird mit Anisaldehyd-Reagenz *R* besprüht und unter Beobachtung im Tageslicht 5 bis 10 min lang bei 100–105 °C erhitzt.

Ergebnis B: Das Chromatogramm der Untersuchungslösung zeigt eine rötlich bis orange Hauptzone, die in Bezug auf Lage und Farbe der Zone im Chromatogramm der Referenzlösung *a* entspricht. Im Chromatogramm der Untersuchungslösung sind im unteren Drittel weitere unterschiedlich gefärbte Zonen vorhanden.

Oberer Plattenrand	
Thymol: eine rötlich bis orange Zone	eine rötlich bis orange Zone (Thymol)
Carvacrol: eine rötlich bis violette Zone	eine rötlich bis violette Zone (Carvacrol)
	eine graurosa Zone eine violette Zone (Cineol, Linalool) eine graubraune Zone (Borneol) eine hellviolette Zone
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Prüfung auf Reinheit

Ethanolgehalt (2.9.10): 20,0–35,0 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

Thymol: Gaschromatographie (2.2.28) unter Verwendung von 4-Isopropyl-3-methylphenol *R'* als Interner Standard

Interner-Standard- Lösung A: 25,0 mg 4-Isopropyl-3-methylphenol *R* werden in einen 100 ml Messkolben eingewogen, in Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) gelöst und zur Marke aufgefüllt.

Interner-Standard-Lösung B: 20,0 ml der Internen-Standard-Lösung A werden in einen 100 ml Messkolben überführt und mit Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) zur Marke aufgefüllt.

Referenzlösung: 25,0 mg Carvacrol *R* werden in einen 25 ml Messkolben eingewogen, in Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) gelöst und zur Marke aufgefüllt.

Standardlösung: 15,0 mg Thymol *R* werden in einen 100 ml Messkolben eingewogen und mit 20,0 ml der Internen-Standard-Lösung A versetzt. Nach dem Lösen des Thymols wird mit Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) zur Marke aufgefüllt.

Systemeignungslösung: 15,0 mg Thymol *R* werden in einen 100 ml Messkolben eingewogen. Anschließend wird mit 20,0 ml Interner-Standard-Lösung A und 2,0 ml Referenzlösung versetzt. Nach dem Lösen des Thymols wird mit Heptan *R*, Ethylacetat *R* (1:1 V/V) zur Marke aufgefüllt.

Untersuchungslösung: 1,0 g Thymianfluidextrakt wird in ein 40 ml Schraubgefäß eingewogen und mit 9 ml Wasser *R* versetzt. Anschließend erfolgt die Zugabe von 2,5 g Natriumsulfat *R*. Die Lösung wird mit 5,0 ml Interner-Standard-Lösung B versetzt, gut verschlossen und für 10 Minuten intensiv geschüttelt. Nach dem Schütteln erfolgt die Phasentrennung mittels Zentrifugieren für 5 Minuten bei 2600 U/min. Der Überstand wird für die Chromatographie verwendet.

Säule

– Material: Quarzglas

- Größe: $l = 60 \text{ m}$, $\varnothing = 0,25 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: Macrocol 20 000 R (Filmdicke $0,25 \mu\text{m}$)

Trägergas: Helium zur Chromatographie R

Durchflussrate: $1,5 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

Splitverhältnis: ohne Splitting

Temperatur:

	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Säule	0–1	85
	1–35	85 → 220
	35–51	220 → 250
Probeneinlass		190
Detektor		270

Detektion: Flammenionisation

Einspritzen: $1,0 \mu\text{l}$

Reihenfolge der Elution: In der Systemeignungslösung eluieren die Substanzen in der Reihenfolge Thymol, Carvacrol und 4-Isopropyl-3-methylphenol.

Eignungsprüfung: Systemeignungslösung

- Auflösung: mindestens 1,5 zwischen den Peaks von Thymol und Carvacrol.

Der Prozentgehalt an Thymol wird nach folgender Formel ermittelt

$$\frac{A_1 \times B_2 \times c \times V}{A_2 \times B_1 \times \text{EW} \times 10000}$$

A_1 = Peakfläche Thymol in Untersuchungslösung

A_2 = Peakfläche 4-Isopropyl-3-Methylphenol in Untersuchungslösung

B_1 = Peakfläche Thymol in Standardlösung

B_2 = Peakfläche 4-Isopropyl-3-Methylphenol in Standardlösung

c = Konzentration Thymol in Standardlösung [$\mu\text{g/ml}$]

V = Volumen Extraktionsmittel [5ml]

EW = Einwaage [g]

¹ Reagenz:

4-Isopropyl-3-methylphenol [CAS: 3228-02-2]

Gehalt: $\geq 98,5\%$