



Brecherregender Sirup NRF 19.1. Sirupus Ipecacuanhae

1/2

Zusammensetzung:	Eingestellter Ipecacuanhafluidextract	Ph.Eur.	5,50 g
	Glycerol 85%	Ph.Eur.	10,00 g
	Methyl-4-hydroxybenzoat	Ph.Eur.	0,075 g
	Propyl-4-hydroxybenzoat	Ph.Eur.	0,025 g
	Zuckersirup (entspricht 54,0 g Saccharose / 30,4 g Gereinigtes Wasser)	DAB	ad 100,0 g

Eigenschaften / Beschreibung:

Braune, sirupöse Flüssigkeit von süßem Geschmack .

Identitätsprüfung:

A.: Alkaloide:

Die Prüfung wird mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie unter Verwendung von HPTLC–Platten mit einer Schicht Kieselgel 60 F₂₅₄ durchgeführt.

Untersuchungslösung:

2ml Sirupus Ipecacuanhae werden mit 2 ml Wasser gemischt.

Referenzlösung:

2 Tropfen Ipecacuanhafluidextract werden mit 2ml Ethanol 96% R verdünnt.

Es werden je 1 µl der Lösungen aufgetragen und die Flecken im Warmluftstrom gut getrocknet.

Eluent:

Ammoniaklösung 17% R – Methanol R – Chloroform R (0,5+6,5+93)

Auswertung:

Die Platte wird an der Luft getrocknet.

Die Auswertung erfolgt im ultravioletten Licht bei 254 nm. Der erhaltene Fleck der Untersuchungslösung muß mit dem Fleck der Referenzlösung übereinstimmen.

B.: Zuckersirup:

0,05 ml Ipecacuanhasirup werden mit 0,5 g Resorcin R und 2,5 ml Salzsäure 25% R im Wasserbad erhitzt. Innerhalb von 2 Minuten entsteht eine dunkelrote Färbung.

C.: Methyl- und Propyl-4-hydroxybenzoat:

Die Untersuchung erfolgt mittels Dünnschichtchromatografie auf HPTLC – Platten mit einer Schicht Kieselgel 60 F₂₅₄

Untersuchungslösung:

0,5 g Ipecacuanhasirup werden in 5 ml Wasser gelöst

Referenzlösung:

7 mg Methyl-4-hydroxybenzoat und 3 mg Propyl-4-hydroxybenzoat werden in 10 ml Wasser gelöst

Eluent:

Ethylacetat + Essigsäure + Petroläther (5+15+80)

Es werden je 1 µl Untersuchungslösung und Referenzlösung aufgetragen. Die Platte wird im Warmluftstrom getrocknet und im ultravioletten Licht bei 254 nm ausgewertet.



Brecherregender Sirup NRF 19.1. Sirupus Ipecacuanhae

2/2

Auswertung:

Die Hauptflecken der Untersuchungslösung müssen auf gleicher Höhe wie die Flecken der Referenzlösung liegen.

Alternativ: 1 ml Ipecacuanhasirup werden im Wasserbad mit einigen Tropfen Quecksilber(II)-nitrat-RL erhitzt. Eine Rotfärbung zeigt Parabene an.

Gehaltsbestimmung:

Alkaloide:

6,0000 g Sirup werden mit 3 ml Natriumhydroxid-Lösung 8,5%R versetzt und mit 5 ml Wasser in einen Schütteltrichter gespült. Die Lösung wird mit 3 x 20 ml Chloroform R ausgeschüttelt. Die Chloroformphase wird durch einen mit Chloroform getränkten Filter filtriert und das Chloroform auf dem Wasserbad bis auf 2 ml abgedampft. Die ca. 2 ml Chloroformphase werden mit 10,0 g Aluminiumoxid zur Chromatographie RN in kleinen Anteilen in einer Porzellanschale gleichmäßig verrieben, bis ein frei fließendes Pulver entsteht. Das Pulver wird in ein Filterrohr nach Allihn gegeben, die Schale mit 3 x 2 ml Ethanol 70% RN nachgespült und dann mit 90 ml Ethanol 70% RN portionsweise eluiert. Dabei ist das Aufwirbeln des Adsorbionsmittels oder ein Trockenwerden der Säulenoberfläche zu vermeiden. Das Eluat wird in einem Kolben aufgefangen und auf dem Wasserbad auf etwa 10 ml eingengt. Nach dem Erkalten werden 10,00 ml Salzsäure (0,02 mol/l) und 20 ml kohlendioxidfreies Wasser zugesetzt.

Der Überschuss an Salzsäure (0,02 mol/l) wird mit Natriumhydroxid-Lösung (0,02 mol/l) nach Zusatz von 0,15 ml Methylrot-Methylenblau-Indikatorlösung titriert.

Blindwert:

10,0 g Aluminiumoxid zur Chromatographie RN werden in einem Filterrohr Allihn gegeben und mit 96 ml Ethanol 70% R portionsweise eluiert. Das Eluat wird in einem Kolben aufgefangen und wie oben beschrieben weiterbehandelt.

1 ml Salzsäure (0,02 mol/l) ist 4,807 mg Alkaloid äquivalent, berechnet als Emetin.

Gehalt: 0,099 bis 0,121% Alkaloid, berechnet als Emetin

Verwendbarkeit: 2 Jahre

Stand Juni 2009