

**Orvosi pemetefű virágos hajtás és az azt tartalmazó termékek
minőségi vizsgálata vékonyréteg-kromatográfiás módszerrel /
Quality analysis of white horehound dried flowering aerial parts
and products containing this drug with thin layer chromatography**

1. BEVEZETŐ / INTRODUCTION

Orvosi pemetefű (*Marrubium vulgare*, Marubii herba) virágos hajtás és az azt tartalmazó termékek minőségi vizsgálata vékonyréteg kromatográfiás módszerrel az ujjlenyomat-kromatogramok alapján. / *Quality determination white horehound (Marrubium vulgare, Marubii herba) dried flowering aerial parts and products containing this drug with thin layer chromatography analysis based on the fingerprint chromatograms.*

A minőségi meghatározás az Európai Gyógyszerkönyv 11.5 (Ph. Eur. 11.5.) szerinti módszer alapján történik. / *Qualitative analysis is carried out according to the method described in the European Pharmacopeia 11.5 (Ph. Eur. 11.5.).*

2. VIZSGÁLT TERMÉKEK / TESTED PRODUCTS

| | |
|---------------------------------|----------------|
| Megrendelő / Client | Indikáció Kft. |
| Rendelésszám / PO number | 24-26 |

| Terméknév / Product name | Azonosító / Lot number | Vizsgálat dátuma / Date of analysis |
|--|-------------------------------|--|
| Orvosi pemetefű virágos hajtás / <i>white horehound dried flowering aerial parts</i> | 1560701 | 2024. 03. 07. |

3. DOKUMENTÁCIÓ / DOCUMENTATION

| Dokumentum / Document | Azonosító / ID |
|--------------------------------------|----------------|
| Monográfia száma / Monograph number | 01/2019:1835 |
| Vizsgálati protokoll / Test protocol | VP-PEM-TLC v01 |

4. MINTAELŐKÉSZÍTÉS / SAMPLE PREPARATION**4.1. Vizsgálati minta / Test solution**

Vizsgálati oldat (a). 1,0 g porított droghoz 2 ml R hígított sósavat és 8 ml R metanolt adunk. A keveréket vízfürdőn 30 percig melegítjük, majd lehűtjük és megsűrjük.

Vizsgálati oldat (b). 1,0 g porított droghoz 10 ml R metanolt adunk. A keveréket vízfürdőn 30 percig melegítjük, majd lehűtjük és megsűrjük.

Test solution (a). To 1.0 g of the powdered herbal drug add 2 mL of dilute hydrochloric acid R and 8 mL of methanol R. Heat in water bath for 30 min, cool and filter.

Test solution (b). To 1.0 g of the powdered herbal drug add 10 mL of methanol R. Heat in water bath for 30 min, cool and filter.

4.2. Referencia oldat / Reference solution

10 mg R koleszterint és 10 mg R gvajazulént 10 ml R metanolban oldunk. / Dissolve 10 mg of cholesterol R and 10 mg of guaiazulene R in 10 mL of methanol R.

5. MÓDSZER / METHOD**5.1. Állófázis / Solid phase:**

TLC szilika gél lemez / TLC silica gel plate

5.2. Mozgófázis / Mobile phase:

R metanol – R toluol (5+95 V/V) / *methanol R, toluene R (5:95 V/V).*

5.3. Felvitel / Application:

20 µl (vizsgálati oldat) és 10 µl (referenciaoldat) 8 mm átmérőjű foltban 10 cm magasságú szilika gél lemezre. A lemez szélességét úgy kell meghatározni, hogy a felviteli pontok, valamint a szélső felviteli pontok és a lemez széle között 1 cm távolság legyen. / *20 µL (test solution) and 10 µl (reference solution) as bands of 8 mm on a 10 cm high silica gel plate. The width of the plate should be determined to have a distance of 1 cm between the application points and between the edge of the plate and the edge of the plate.*

5.4. Detektálás / Detection:

A lemezt először szobahőn szárítsuk meg, majd R vanillin 20 térfogatrész R etanol (96%) és 80 térfogatrész R tömény kénsav elegyével készített, 5 g/l-es oldatába mártjuk, 5–10 percig 130 °C-on melegítjük, majd nappali fényben haladéktalanul értékeljük. / *Dry the plate on room temperature, treat with a 5 g/L solution of vanillin R in a mixture of 20 volumes of ethanol (96 per cent) R and 80 volumes of sulfuric acid R and examine in daylight immediately after heating at 130 °C for 5-10 min.*

6. VIZSGÁLAT / MEASUREMENT

A vékonyréteg lemezre az 1. pontra felvisszük a referencia oldatokat. A következő pontokra a minták oldatát (vizsgálati oldatokat) visszük fel, majd a mozgófázist tartalmazó futtatókádba helyezük. Az eluálás végpontja 3 cm-rel a lemez felső szélének elérése előtt van. / *The application of reference solutions on the TLC plate is carried at point 1. The solutions of the samples (test solutions) are applied to the following spots, then the TLC is placed in the*

developing chamber containing the mobile phase. The end point of the elution is 3 cm before reaching the upper edge of the plate.

7. KIÉRTÉKELÉS / EVALUATION

Az összehasonlító oldat, valamint az a) és a b) vizsgálati oldat kromatogramján megjelenő zónák sorrendje az alábbiakban látható. Az a) és a b) vizsgálati oldat kromatogramján további zónák is megjelenhetnek. Az a) vizsgálati oldat kromatogramján a marrubiin zónája intenzívebb, mint a b) vizsgálati oldat kromatogramján, ugyanis a sósavas-metanolos kivonás során a premarrubiin marrubiinné alakul, és ez okozza a zóna intenzitásának növekedését. / *See below the sequence of zones present in the chromatograms obtained with the reference solution and test solutions (a) and (b). Further zones in the chromatograms obtained with test solutions (a) and (b) may be present. The zone due to marrubiin in the chromatogram obtained with test solution (a) is more intense than that in the chromatogram obtained with test solution (b). During extraction with hydrochloric acid and methanol, conversion of pre-marrubiin to marrubiin takes place which leads to an increase in intensity of the zone.*

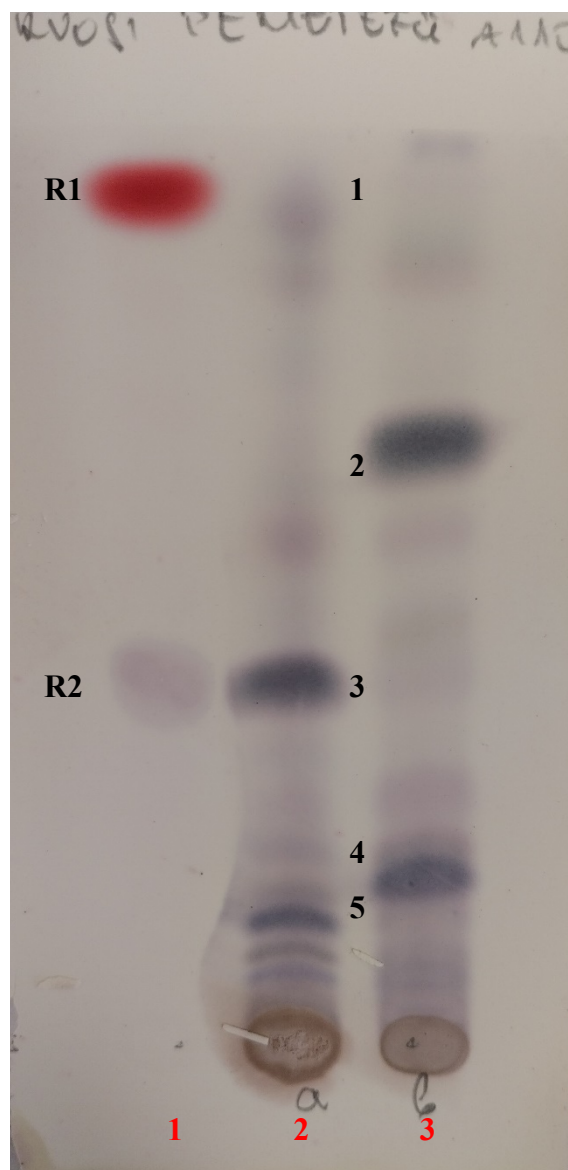
| | | |
|--|---|---|
| <p>ACCREDIT LABORATÓRIUM</p> <p>Székhely: 6725 Szeged, Pálfy u. 52.3 Telephely: 6728 Szeged, Budapesti út 9. Tel.: +36305259395 e-mail: contact@accredit.hu www.accredit.hu</p> | <p>VIZSGÁLATI JELENTÉS TEST REPORT</p> <p>MINŐSÉGI VIZSGÁLAT QUALITY ANALYSIS</p> <p>VRK / TLC</p> | <p>Terméknév / Product name: Orvosi pemetefű virágos hajtás</p> <p>Azonosító / Document ID: VJ-PEM-TLC-001/2024</p> |
|--|---|---|

| A lemez teteje / Top of the plate | | |
|---|--|--|
| <p>Gvajazulén: vörösibolyaszínű zóna /R1 <i>Guaiazulene: a reddish-violet zone</i></p> <p>Koleszterin: kékesibolya színű zóna /R2 <i>Cholesterol : a bluish-violet zone</i></p> | <p>Kékesibolya színű zóna /1 <i>A bluish-violet zone</i></p> <p>Kékesibolya színű zóna /2 <i>A bluish-violet zone</i></p> <p>Intenzív kékesibolya színű zóna (marrubiin) /3 <i>An intense bluish-violet zone (marrubiin)</i></p> <p>Kékesibolya színű zóna /4 <i>A bluish-violet zone</i></p> <p>Kékesibolya színű zóna /5 <i>A bluish-violet zone</i></p> | <p>Kékesibolya színű zóna /1 <i>A bluish-violet zone</i></p> <p>Kékesibolya színű zóna /2 <i>A bluish-violet zone</i></p> <p>Kékesibolya színű zóna (marrubiin) /3 <i>A bluish-violet zone (marrubiin)</i></p> <p>Kékesibolya színű zóna /4 <i>A bluish-violet zone</i></p> <p>Kékesibolya színű zóna /5 <i>A bluish-violet zone</i></p> |
| <p>Referens oldat / <i>Reference solution</i></p> | <p>Vizsgálati oldat (a) / <i>Test solution (a)</i></p> | <p>Vizsgálati oldat (b) / <i>Test solution (b)</i></p> |

1. ábra A zónák sorrendje / **Figure 1.** The sequence of zones

8. EREDMÉNYEK / RESULTS

A „Orvosi pemetefű (1560701)” minta ujjlenyomat-kromatogramján látható zónák sorrendje megfelel a követelményeknek. / *The sequence of zones on fingerprint chromatogram of "White horehound (1560701)" sample complies with the requirements.*



1. ábra Ujjlenyomat-kromatogram: koleszterin és gvajazulén referens (1), vizsgálati minták (2 és 3). / **Figure 2.** Fingerprint chromatogram: cholesterol and guaiazulene reference (1) test solutions (2 and 3)

Szeged, 2024. 04. 24.


.....

Dr. Csupor-Löffler Boglárka Ph.D

Ügyvezető / *Executive Director*

Tel.: +36305259395
e-mail: contact@accredit.hu


.....

dr. Vollár Martin

Gyógyszeranalitikus / *Pharmaceutical analyst*