

Xylometazolinhydrochlorid

(Ph. Eur. 9.0)

Xylometazolini
hydrochloridum

Löslichkeit: Leicht löslich in Wasser, Ethanol (96% V/V) und Methanol.

Zur Prüfung erforderlichlich:

- ▶ Identität: Ca. 240 mg.
- ▶ Qualitätssicherung: Ca. 3,75 g.

Identität

1. Organoleptik

Weißes bis fast weißes, kristallines Pulver.

2. Dünnschichtchromatographie (DAC 2011 Al)

Kieselgel F254.

Untersuchungslösung: 20 mg Substanz in 2 ml Methanol lösen.

Referenzlösung: 20 mg authentische Substanz in 2 ml Methanol lösen.

Aufzutragende Menge: Je 2 µl.

Fließmittel: Propan-2-ol – Toluol – konz. Ammoniak-Lösung (25% m/m) (6 + 3 + 1).

Laufhöhe: 6 cm.

Laufzeit: Ca. 15 min.

- ▶ Fließmittel abdunsten
- ▶ Detektion im UV-Licht (254 nm).

Der Hauptfleck der Untersuchungslösung entspricht in Lage und Größe dem Hauptfleck der Referenzlösung.

3. Reaktionen

A. (Ph. Eur. 9.0)

- ▶ 0,5 mg Substanz in 1 ml Methanol lösen
- ▶ Mit 0,5 ml frisch hergestellter Nitroprussidnatrium-Lösung (5% m/V) und 0,5 ml Natriumhydroxid-Lösung (2% m/V) versetzen
- ▶ 10 min lang stehen lassen
- ▶ 1 ml Natriumhydrogencarbonat-Lösung (8% m/V) zugeben.

Violettfärbung.

B. (Ph. Eur. 9.0; DAC 2011 Al)

- ▶ 20 mg Substanz in 2 ml Wasser lösen
- ▶ mit 0,1 ml verdünnter Salpetersäure (12,5% m/V) versetzen
- ▶ 0,4 ml Silbernitrat-Lösung (4,25% m/V) zugeben

Weißer, sich zusammenballender Niederschlag.

- ▶ Umschütteln und stehen lassen
- ▶ Niederschlag abfiltrieren
- ▶ Dreimal mit je 1 ml Wasser waschen
- ▶ In 2 ml Wasser suspendieren
- ▶ 1,5 ml Ammoniak-Lösung (17% m/V) zugeben.

Der Niederschlag löst sich leicht, wobei sich einige größere Partikel evtl. nur langsam lösen.

C. (Ph. Eur. 9.0)

a)

- ▶ 0,2 g Substanz in 1 ml Wasser lösen
- ▶ Mit 2,5 ml Ethanol (96% V/V) und 2 ml Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l) versetzen (Untersuchungslösung)

b)

- ▶ 1 ml Wasser mit 2,5 ml Ethanol (96% V/V) und 2 ml Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l) versetzen (Blindlösung)

Die Untersuchungslösung a zeigt keine oder höchstens die gleiche Fluoreszenz wie die Blindlösung b. Die Referenzlösung c muss deutlich blau fluoreszieren.

c)

- ▶ 0,2 g Naphazolinhydrochlorid in 1 ml Wasser lösen
- ▶ Mit 2,5 ml Ethanol (96% V/V) und 2 ml Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l) versetzen (Referenzlösung).

Einige Untersuchungen zur Qualitätssicherung

1. Reinheit (Ph. Eur. 9.0)

A. Aussehen der Lösung:

- ▶ 2,5 g Substanz in Wasser zu 50 ml lösen
- ▶ In Neßler-Zylindern bei Tageslicht in 4 cm Schichtdicke von oben gegen einen dunklen Hintergrund mit Wasser vergleichen
- ▶ In gleicher Weise von oben gegen einen weißen Hintergrund mit Farbvergleichslösung G₆ vergleichen.

Die Lösung muss klar und darf nicht stärker gefärbt sein als die Vergleichslösung.

B. Sauer oder alkalisch reagierende Substanzen:

- ▶ 0,25 g Substanz in aufgekochtem und wieder abgekühltem Wasser zu 25 ml lösen
- ▶ Mit 0,1 ml Methylrot-Lösung (RV) versetzen
- ▶ 0,1 ml Salzsäure (0,01 mol/l) zugeben
- ▶ 0,2 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,01 mol/l) zugeben

*Rotfärbung.
Gelbfärbung.*

C. Trocknungsverlust:

- ▶ Ca. 1,000 g Substanz, genau gewogen, bei 105 °C trocknen.

Der Trocknungsverlust darf höchstens 0.5% betragen.

2. Weitere Prüfungen (Ph. Eur. 9.0)

In der Apotheke durchführbar: Alternative DC-Methode, Sulfatasche.

Des Weiteren: IR-Absorptionsspektrum, Verwandte Substanzen (Flüssigchromatographie), Gehaltsbestimmung (Potentiometrie).

Cannabisblüten

(Ph. Eur. 8.2)

Cannabis flos
Flores Cannabis
Hanfblüten
Marihuanablüten

Die getrockneten blühenden Triebspitzen weiblicher Pflanzen von *Cannabis sativa* L.

- ▶ Zur Prüfung erforderlich:
- ▶ Identität, eine Menge, die sich pulverisieren lässt.
- ▶ Qualitätssicherung ca. 0,1 g für die DC

Identität

1. Organoleptik

Charakteristischer Geruch nach Cannabis

2. Beschreibung der Ganzdroge



Die weiblichen Blüten liegen in einer dicht gestauchten Rispe vor oder können mehr oder weniger in ihre Einzelorgane, d. h. dunkelgrüne Hochblätter, hellgrüne Stiele und kapuzenartige Blütenhüllblätter, Einzelblüten und bräunliche Griffel mit Narben, zerfallen sein. Die Blätter und Blütenorgane außer den Griffeln und Narben sind mehr oder weniger dicht mit gelblich weißen Haaren besetzt und durch Drüsensekret klebrig.

Abb. 1a: Ganzdroge



Abb. 1b: Ganzdroge

3. Mikroskopie

Ganze oder fragmentierte große Drüsenhaare mit mehrreihigem, vielzelligem Stiel und mehrzelligem Köpfchen, dessen inneren Zellen braun gefärbt sein können, kleine Drüsenhaare mit einzelligem Stiel und ein- bis vierzelligem Köpfchen, unterschiedlich lange, einzellige Deckhaare mit stark verdickter Zellwand und lang ausgezogener Spitze, manchmal mit Cystolith, alle diese Haartypen können isoliert oder auf Epidermen vorkom-

men. Blattfragmente mit kurzen, breiten, spitzen Cystolithenhaaren, die je einen großen, traubenförmigen Cystolithen enthalten, auf der Epidermis der Blattoberseite. Blattfragmente mit zahlreichen Calciumoxalatdrusen und Spiralgefäßen im Mesophyll. Fragmente der bräunlichen Griffel und Narben, dicht mit langen, keulenförmigen Papillen besetzt.

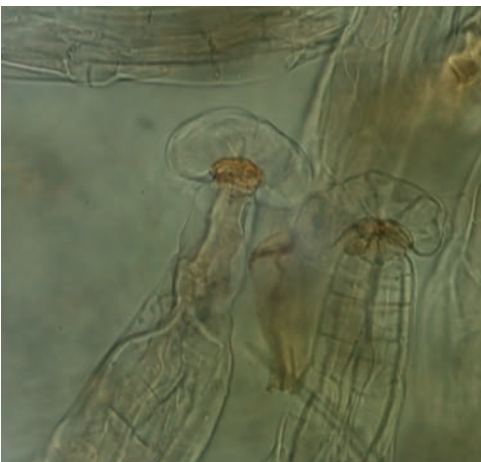


Abb. 2a: Große Drüsenhaare mit mehrreihigem Stiel und mehrzelligem Köpfchen, dessen kleinere innere Zellen braun gefärbt sein können

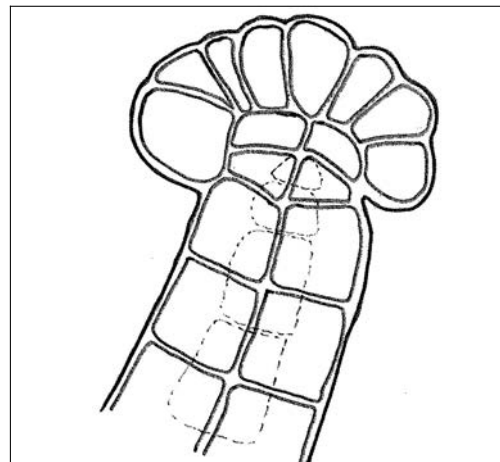


Abb. 2b: Großes Drüsenhaar

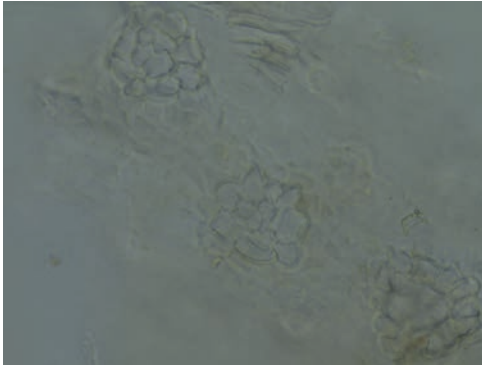


Abb. 3a: Blattfragment in Aufsicht mit Ansatzstellen der großen, vielzelligen Drüsenhaare

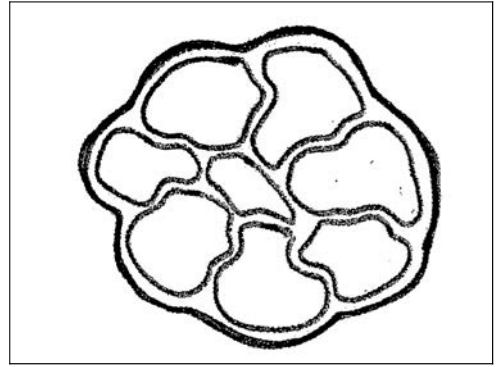


Abb. 3b: Ansatzstelle eines großen vielzelligen Drüsenhaars

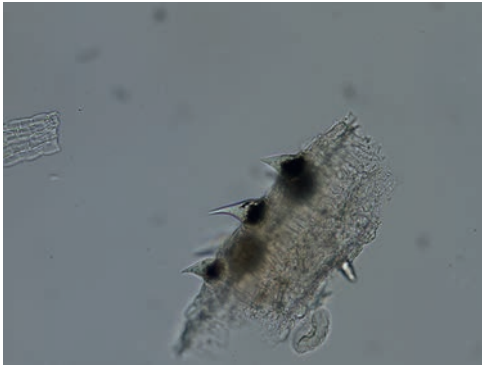


Abb. 4a: Blattfragment im Querschnitt mit kurzen, breiten Cystolithenhaaren auf der Blattoberseite

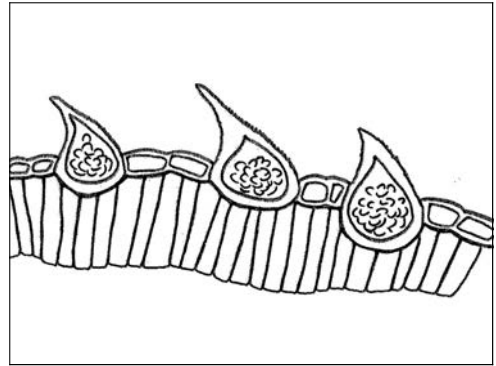


Abb. 4b: Cystolithenhaar der Blattoberseite im Querschnitt

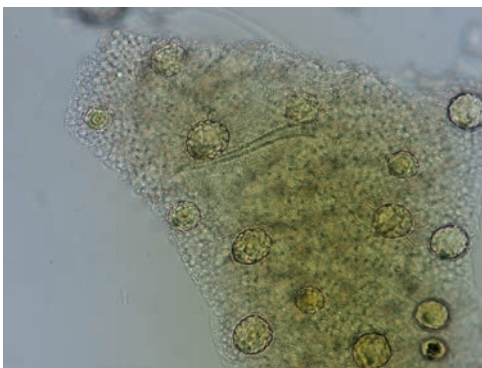


Abb. 5a: Blattfragment mit kurzen, breiten Cystolithenhaaren der Blattoberseite in Aufsicht; die Haare enthalten große, traubenförmige Cystolithen

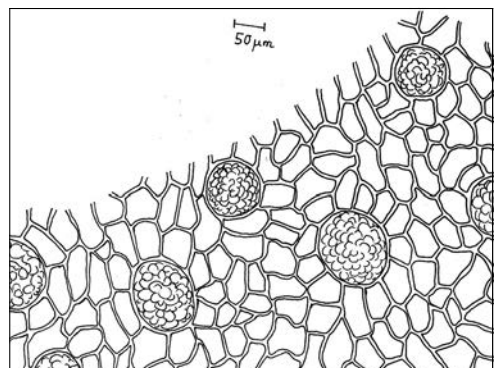


Abb. 5b: Cystolithenhaare der Blattoberseite in Aufsicht

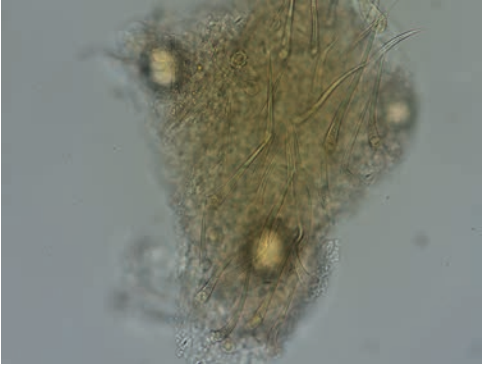


Abb. 6: Blattfragment mit langen, einzelligen Deckhaaren auf der Blattunterseite in Aufsicht; im basalen Bereich der Haare können unregelmäßig geformte Cystolithen enthalten sein. Die breiten Cystolithenhaare der Blattoberseite scheinen durch.

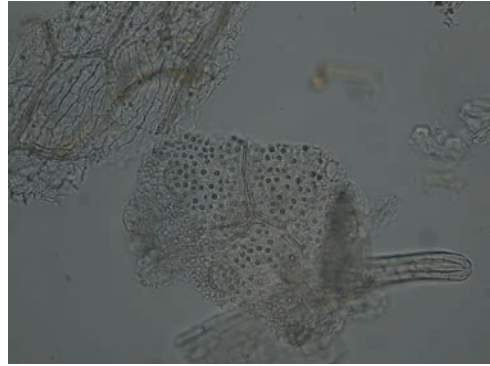


Abb. 7a: Blattfragmente mit Spiralgefäßen und Calciumoxalatdrusen im Mesophyll

4. Dünnschichtchromatographie

HPTLC Kieselgel 60 RP-18 F₂₅₄S (2 – 10 µm)

Untersuchungslösung:

- ▶ 0,100 g Droge werden 10 min lang mit 5 ml Methanol *R* im Ultraschallbad extrahiert und filtriert.
- ▶ Das Filtrat wird durch ein Membranfilter (0,45 µm) in ein Probengefäß filtriert.

Referenzlösung: Je 5 mg Δ^9 -Tetrahydrocannabinol, Cannabidiol, Cannabinol, Δ^9 -Cannabidiolsäure und Tetrahydrocannabinolsäure werden jeweils in 5 ml Methanol gelöst.

Aufzutragende Menge: 5 µl, bandförmig 8 mm.

Fließmittel: Methanol, Wasser, Essigsäure 100% (Eisessig) (70:15:15 V/V/V).

Laufhöhe: 6 cm.

Laufzeit: ca. 45 min.

Trocknen: im Kaltluftstrom.

Detektion: Die Platte wird mit einer Lösung von Vanillin-Schwefelsäure-Reagenz *R* besprüht und 10 min lang bei 100-105 °C erhitzt. Die Auswertung erfolgt im Tageslicht.

Die Zonenfolge in den Chromatogrammen der Referenzlösungen und der Untersuchungslösung ist aus den nachfolgenden Angaben ersichtlich. In den Chromatogrammen der Untersuchungslösung können weitere violette Nebenzonen auftreten.

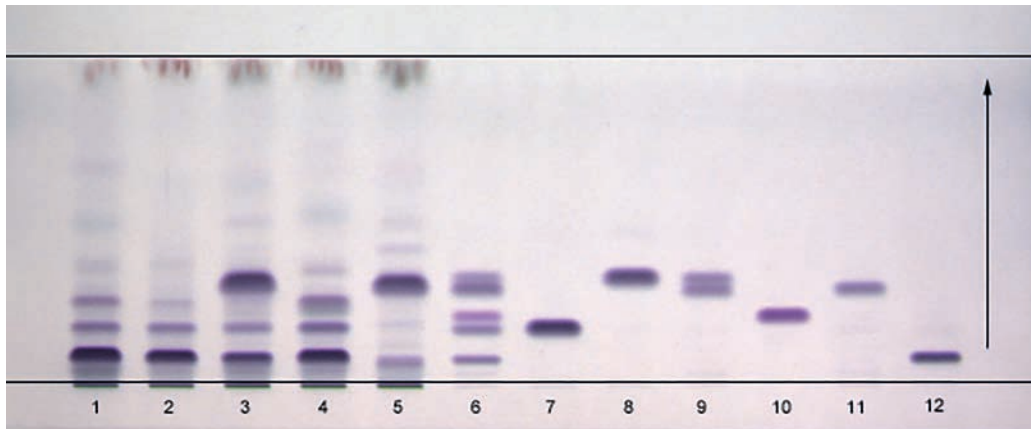


Abb. 7b: DC. 1-5) verschiedene Untersuchungslösungen; 6) Referenzlösungen 1-5; 7) Referenzlösung 1: Δ^9 -Tetrahydrocannabinol (Δ^9 -THC); 8) Referenzlösung 2: Cannabidiol (CBD); 9) Referenzlösungen 2 + 6: CBD + CBDA; 10) Referenzlösung 3: Cannabinol (CBN); 11) Referenzlösung 4: Cannabidiolsäure (CBDA); 12) Referenzlösung 5: Δ^9 -Tetrahydrocannabinolsäure (Δ^9 -THCA).

Einige Untersuchungen zu Qualitätssicherung

1. Reinheit

Fremde Bestandteile: höchstens 2%

2. Weitere Prüfungen

In der Apotheke durchführbar: Trocknungsverlust, alternative Dünnschichtchromatographie (DAC 2016-1 AI)
