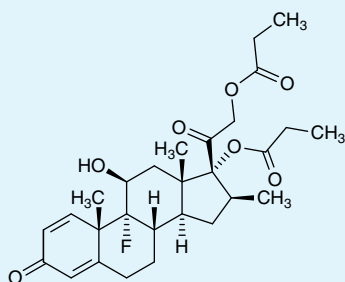


Betamethasondipropionat

Betamethasoni dipropionas



$C_{28}H_{37}FO_7$

M_r 504,59

Ph. Eur.

CAS Nr. 5593-20-4

9-Fluor-11 β -hydroxy-16 β -methyl-3,20-dioxopregna-1,4-dien-17,21-dioldipropionat, Betamethason-17,21-dipropionat

Weißes bis fast weißes, kristallines Pulver, praktisch unlöslich in Wasser, leicht löslich in Aceton und Dichlormethan, wenig löslich in Ethanol 96 %. Die Substanz ist lichtempfindlich.

Smp. 170–179 °C



Gefahr

Betamethasondipropionat zählt, wie das Betamethasonvalerat, zu den stark wirksamen halogenierten Glukokortikoiden. Sie werden vorwiegend topisch bei entzündlichen und allergischen Dermatosen, wie z.B. Ekzemen und lokalisierten Formen der Psoriasis vulgaris eingesetzt.

Betamethasondipropionat wird auch als Kristallsuspension (Diprosone® Depot) neben dem wasserlöslichen Betamethasondihydrogenphosphat zur Infiltrationstherapie bei chronisch entzündlichen Gelenkerkrankungen eingesetzt. Systemische Nebenwirkungen aufgrund lang anhaltender Suppression der Nebennierenrindenfunktion sind dann wahrscheinlich.

Betamethasondipropionat ist durch die zweifache Veresterung chemisch stabiler als Betamethasonvalerat und kann über einen breiten pH-Bereich (von 4 bis 8) rezeptiert werden, wenn der pH-Wert zugunsten der Wirksamkeit oder Stabilität von Kombinationspartnern höher sein muss.

Arbeitsvorschrift

Sorptionsschicht:

HPTLC Kieselgel 60 F₂₅₄

Vorbehandlung: Platten vor Gebrauch in einem Gemisch aus Methanol und Dichlormethan reinigen („entwickeln“) und bei 100 °C trocknen

Fließmittel:

Toluol, Ethylmethylketon (60:40 V/V)

Untersuchungslösung:

1 mg Betamethasondipropionat in 1 ml Methanol

Referenzlösung:

1 mg Betamethasonvalerat in 1 ml Methanol

Auftragevolumen:

1-2 μ l

Laufstrecke/Laufzeit:

4 cm in 6 min

Detektion:

UV₂₅₄, Anisaldehyd-Schwefelsäure-Reagenz, Liebermann-Burchard-Reagenz, Tageslicht und UV₃₆₆

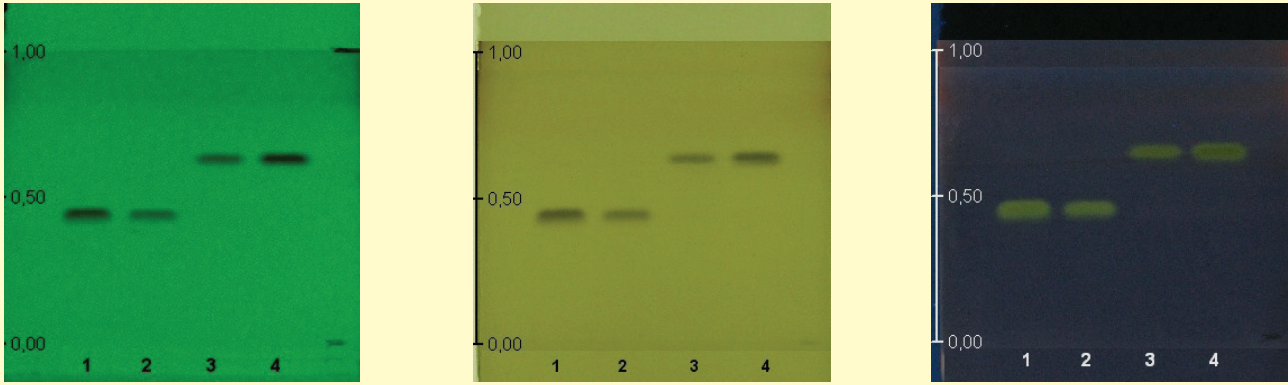


Abb. 1: DC von **Betamethasondipropionat** auf einer HPTLC-Kieselgelplatte von 5 x 5 cm; Betrachtung unter UV₂₅₄ (links), nach Detektion mit dem Liebermann-Burchard-Reagenz im Tageslicht (Mitte) und unter UV₃₆₆ (rechts)

- Bahn 1: Betamethasonvalerat 2 µl (R_f 0,47)
- Bahn 2: Betamethasonvalerat 1 µl (R_f 0,47)
- Bahn 3: **Betamethasondipropionat** 1 µl (R_f 0,67)
- Bahn 4: **Betamethasondipropionat** 2 µl (R_f 0,67)

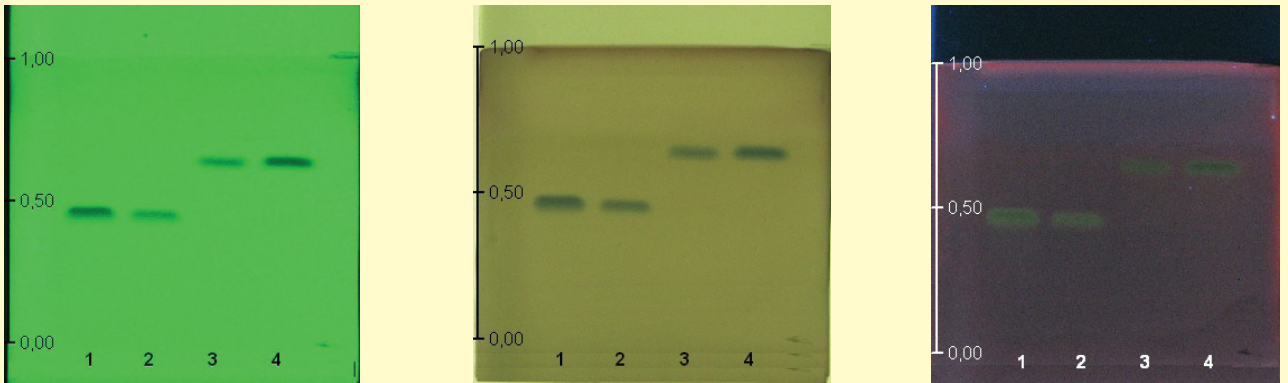


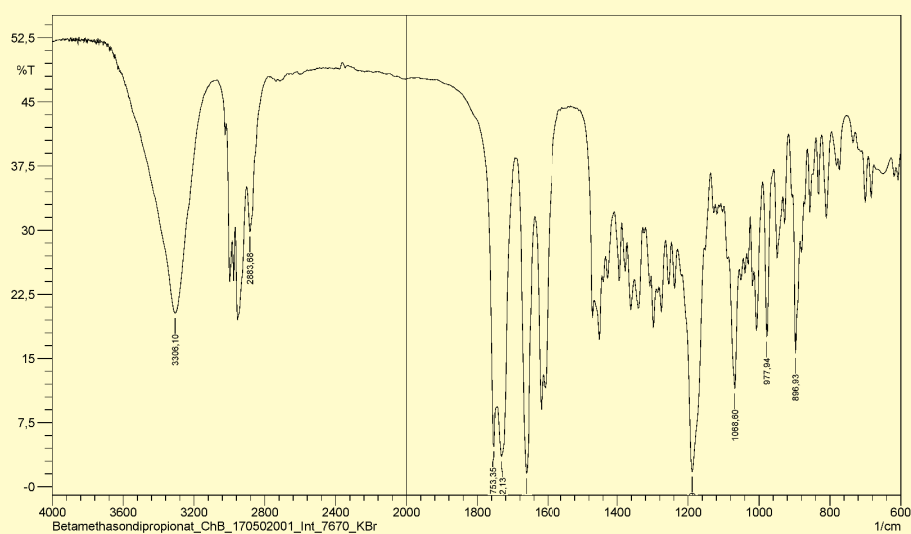
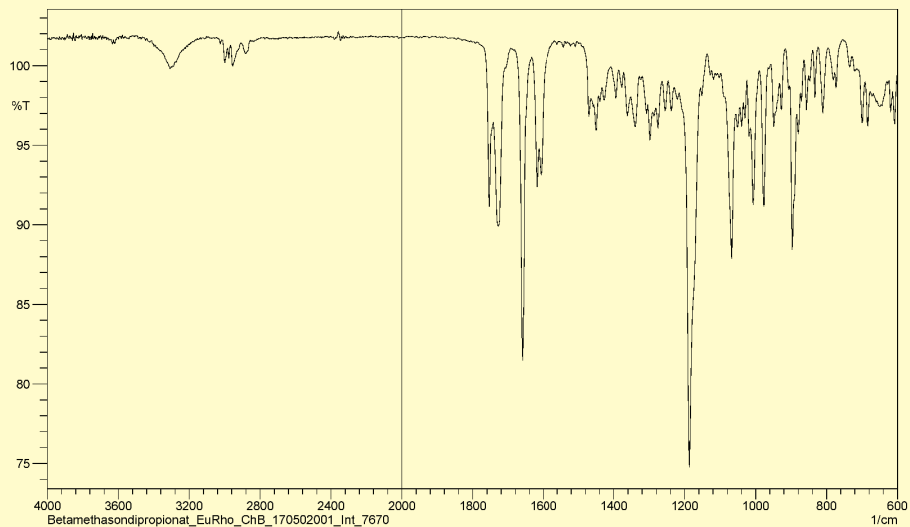
Abb. 2: DC von **Betamethasondipropionat** auf einer HPTLC-Kieselgelplatte von 5 x 5 cm; Betrachtung unter UV₂₅₄ (links), nach Detektion mit dem Anisaldehyd-Schwefelsäure-Reagenz im Tageslicht (Mitte) und unter UV₃₆₆ (rechts)

- Bahn 1: Betamethasonvalerat 2 µl (R_f 0,47)
- Bahn 2: Betamethasonvalerat 1 µl (R_f 0,47)
- Bahn 3: **Betamethasondipropionat** 1 µl (R_f 0,67)
- Bahn 4: **Betamethasondipropionat** 2 µl (R_f 0,67)

Hinweise zur Auswertung

Bedingt durch die Diester-Struktur verhält sich Betamethasondipropionat in diesem Trennsystem unpolarer gegenüber Betamethasonvalerat, es resultiert ein höherer R_f -Wert.

Beide Substanzen mindern die Fluoreszenz unter UV₂₅₄ und lassen sich sowohl mit dem Liebermann-Burchard-Reagenz als auch mit dem Anisaldehyd-Schwefelsäure-Reagenz anfärben.



IR-Spektren im Vergleich: ATR oben, KBr-Pressling unten:

Die ν (O-H)-Valenzschwingung bei 3306 cm^{-1} ist schmäler als bei Betamethasonvalerat (s. dort). Es treten zwei ν (C=O)-Valenzschwingungen der beiden Ester (Propionat) auf, eine liegt bei 1753 cm^{-1} , die andere bei 1732 cm^{-1} , die ν (C=O)-Valenzschwingung des α,β -ungesättigten Ketons im Ring A kann der Bande bei 1660 cm^{-1} zugeordnet werden, die der ν (C-F)-Schwingung (kleine Masse) der relativ starken Absorption bei 1067 cm^{-1} .

Schachtelhalmkraut

Equiseti herba

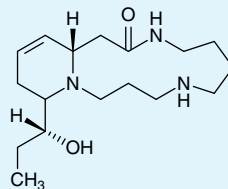
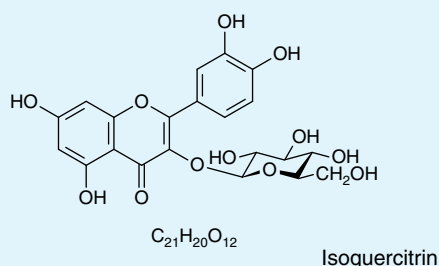
Stammpflanze:

Equisetum arvense L., Equisetaceae

Verfälschung: u.a. *Equisetum palustre* (Sumpfschachtelhalm, enthält Alkaloide, z.B. Palustrin)

Inhaltsstoffe:

Gesamtflavonoide, berechnet als Isoquercitrin, Kieselsäure (bis zu 10 %), Aminosäuren, *E. palustre*: Palustrin (Piperidin-Alkaloid)



Ph. Eur.

Zinnkraut, Ackerschachtelhalmkraut, Common horsetail

Zur Durchspülungstherapie bei entzündlichen Erkrankungen der Harnwege, bei leichten Katarrhen der oberen Luftwege, äußerlich unterstützend bei schlecht heilenden Wunden

Aufgrund des Kieselsäuregehalts benutzte man früher die Pflanze zum Reinigen von Zinngeschirr (Zinnkraut).

Arbeitsvorschrift

Extraktbereitung:

Schachtelhalmkraut aus Handels- und Gartenware, Sumpf-Schachtelhalm: Je 1 g der gemahlene trockenen Droge wird mit je 10 ml Methanol auf dem Magnetrührer bei ca. 60 °C 15 min extrahiert, abgekühlt und filtriert. Die Filtrate werden, sofern erforderlich, auf 6 ml aufgefüllt.

Sorptionsschicht:

HPTLC Kieselgel 60 F₂₅₄

Vorbehandlung: Platten vor Gebrauch in einem Gemisch aus Methanol und Dichlormethan reinigen („entwickeln“) und bei 100 °C trocknen

Fließmittel:

- I:** Ethylacetat, Wasser, Ameisensäure 98–100 %, Essigsäure 99 % (30:7,8:3,3:3,3 V/V/V/V)
II: Aceton, *n*-Butanol, Wasser, Essigsäure 99 % (35:35:20:10 V/V/V/V)
III: 2-Propanol, Ammoniaklösung 25 % (70:30 V/V)

Untersuchungslösung:

Schachtelhalmkrautextrakte aus Handels- und Gartenware von Ackerschachtelhalm sowie Sumpfschachtelhalmextrakt

Referenzlösung:

Je 1 mg Isoquercitrin, Rutin, Chlorogensäure, Quercitrin und Kämpferol-3-rhamnosid in 1 ml Methanol; je 5 mg Tyrosin und Lysinhydrochlorid in 3 ml Methanol; 5 µl Nicotin in 5 ml Methanol

Auftragevolumen:

2–5 µl auf 4–8 mm

Laufstrecke/Laufzeit:

- I:** 4 cm in 15 min; 5 cm in 25 min
II: 3,5 cm in 16 min
III: 3 cm in 20 min

Detektion:

UV₂₅₄, Naturstoff-Reagenz, UV₃₆₆, Ninhydrin-Reagenz, Dragendorffs Reagenz

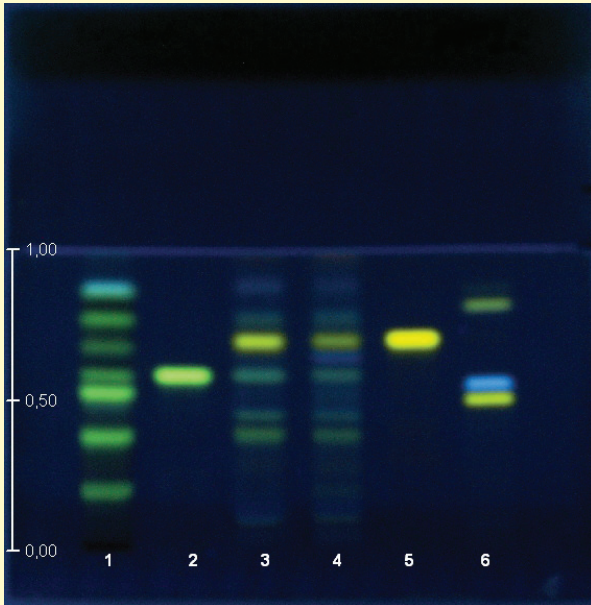


Abb. 1: DC von **Schachtelhalmkrautextrakten** auf einer HPTLC-Kieselgelplatte von 10 x 10 cm im **Fließmittel I**; Betrachtung nach Detektion mit dem Naturstoff-Reagenz unter UV₃₆₆

Bahn 1: **Sumpf-Schachtelhalmkrautextrakt** 5 µl

Bahn 2: Kämpferol-3-rhamnosid 4 µl (R_f 0,56)

Bahn 3: **Schachtelhalmkrautextrakt** (Handelsware) 5 µl

Bahn 4: **Schachtelhalmkrautextrakt** (Gartenware) 5 µl

Bahn 5: Isoquercitrin 4 µl (R_f 0,68)

Bahn 6: Rutin, Chlorogensäure, Quercitrin 4 µl (R_f 0,49), (R_f 0,55), (R_f 0,81)

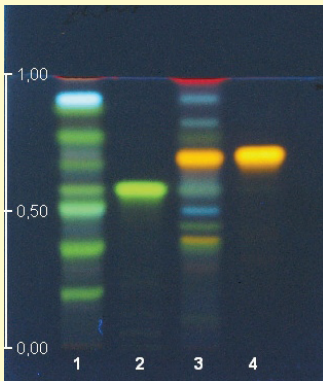


Abb. 2: DC von **Schachtelhalmkrautextrakten** auf einer HPTLC-Kieselgelplatte von 5 x 5 cm im **Fließmittel I**; Betrachtung nach Detektion mit dem Naturstoff-Reagenz unter UV₃₆₆

Bahn 1: **Sumpf-Schachtelhalmkrautextrakt** 3 µl

Bahn 2: Kämpferol-3-rhamnosid 2 µl (R_f 0,56)

Bahn 3: **Schachtelhalmkrautextrakt** (Handelsware) 3 µl

Bahn 4: Isoquercitrin 2 µl (R_f 0,68)

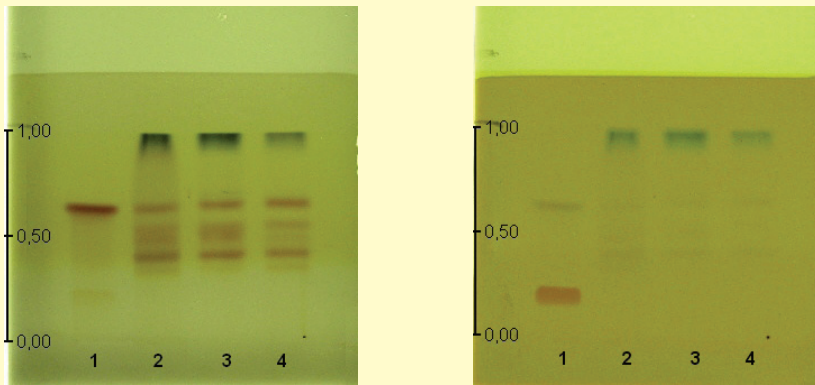


Abb. 3: DC von **Schachtelhalmkrautextrakten** auf einer HPTLC-Kieselgelplatte von 5 x 5 cm im **Fließmittel II**; Betrachtung nach Detektion mit dem Ninhydrin-Reagenz (links) und danach mit Dragendorffs Reagenz (rechts) im Tageslicht

Bahn 1: Tyrosin (R_f 0,65), Nicotin (R_f 0,21) je 3 μ l

Bahn 2: **Sumpf-Schachtelhalmkrautextrakt** 3 μ l (R_f 0,65, R_f 0,55, R_f 0,47, R_f 0,40)

Bahn 3: **Schachtelhalmkrautextrakt** (Handelsware) 3 μ l

Bahn 4: **Schachtelhalmkrautextrakt** (Gartenware) 3 μ l

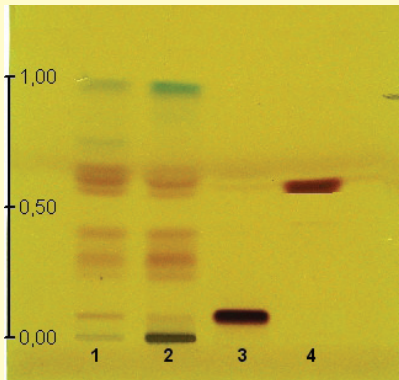


Abb. 4: DC von **Schachtelhalmkrautextrakten** auf einer HPTLC-Kieselgelplatte von 5 x 5 cm im **Fließmittel III**; Betrachtung nach Detektion mit dem Ninhydrin-Reagenz im Tageslicht

Bahn 1: **Schachtelhalmkrautextrakt** (Handelsware) 3 μ l

Bahn 2: **Sumpf-Schachtelhalmkrautextrakt** 3 μ l

Bahn 3: Lysinhydrochlorid 3 μ l (R_f 0,10)

Bahn 4: Tyrosin 3 μ l (R_f 0,59)

Hinweise zur Auswertung

Im **Fließmittel I** (Standardfließmittel für Flavonoide) zeigen sich die Unterschiede der beiden Arten deutlich im Flavonoidmuster: *Equisetum arvense* mit gelb fluoreszierenden Quercetin-Glycosiden, *E. palustre* mit grünlich fluoreszierenden Kämpferol-Glycosiden (Abb. 1 und Abb. 2).

In **Fließmittel II** und **III** (für Alkaloide und Amine) lassen sich mehrere Amine im Bereich zwischen Lysinhydrochlorid und Tyrosin mit Ninhydrin in beiden Arten nachweisen (Abb. 3 und Abb. 4). Das Alkaloid Nicotin, das in *E. palustre* vorkommen soll, ist allerdings auch mit Dragendorffs Reagenz nicht in den Extrakten detektierbar (Abb. 3).