

Ascorbinsäure

(Ph. Eur. 9.3)

(Standardzulassung 2299.98.98)

Acidum ascorbicum
Acidum ascorbinicum
Vitamin C

Löslichkeit: Löslich in Wasser, Methanol und Ethanol (96% V/V); praktisch unlöslich in Benzol, Chloroform, Ether und Petrolether.

Zur Prüfung erforderlich:

- Identität: Ca. 1,06 g.
- Qualitätssicherung: Ca. 0,2 g.

Identität

1. Organoleptik

Farblose Kristalle oder weißes bis fast weißes, kristallines Pulver; verfärbt sich an der Luft und bei Feuchtigkeit.

2. Schmelzpunkt

Ca. 190 °C unter Zersetzung.

3. Dünnschichtchromatographie

Kieselgel F₂₅₄.

Untersuchungslösung: 5 mg Substanz in 1 ml Ethanol.

Referenzlösung: 5 mg authentische Substanz in 1 ml Ethanol.

Aufzutragende Menge: Je 10 µl.

Fließmittel: Ethanol (96% V/V) – verdünnte Essigsäure (10% m/V) (9 + 1).

Laufhöhe: 12 cm.

Laufzeit: Ca. 140 min

► Abdusten des Fließmittels

► Unter der UV-Lampe (254 nm) Flecke markieren

► Besprühen mit einer 0,04 prozentigen Lösung (m/V) von Dichlorphenolindophenolnatrium in Ethanol (50% V/V).

Fluoreszenzmindernder Fleck bei Rf ca. 0,70 in Höhe der Referenzsubstanz. Nach Besprühen weißer Fleck auf blauem Untergrund bei Rf ca. 0,70 in Höhe der Referenzsubstanz.

4. Reaktionen (Ph. Eur. 9.3, DAC 2017 A)

A.

- Ca. 50 mg Substanz in 1 ml Wasser lösen
- Mit 0,2 ml verdünnter Salpetersäure (12,5% m/V) ansäuern
- Mit einigen Tropfen Silbernitrat-Lösung R1 (1,7% m/V) versetzen.

Grauer Niederschlag (Reduktion der Silberionen zu elementarem Silber).

B.

- 1,0 g Substanz mit frisch aufgekochtem und wieder abgekühltem Wasser zu 20 ml lösen
- Mit Universalindikatorpapier pH-Wert prüfen.

pH-Wert 2,1 bis 2,6.

Einige Untersuchungen zur Qualitätssicherung

1. Reinheit (Ph. Eur. 9.3)

A. Aussehen der Lösung:

- Lösung nach Identitätsreaktion B. in Neßler-Zylindern bei Tageslicht in 4 cm Schichtdicke von oben gegen einen dunklen Untergrund mit Wasser vergleichen (Trübungsvergleich)
- Die Substanzlösung in gleicher Weise gegen einen weißen Untergrund mit Farbvergleichslösung BG₇ vergleichen (Farbvergleich).

Die Lösung muss klar sein. Sie darf nicht stärker gefärbt sein als die Farbvergleichslösung. Andernfalls liegen Verunreinigungen vor.

B. Oxalsäure

a)

- 5,0 ml Lösung nach A. mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung (8,5% m/V) gegen rotes Lackmus-Papier neutralisieren
- Mit 1 ml verdünnter Essigsäure (12% m/V) versetzen
- 0,5 ml Calciumchlorid-Lösung (7,35% m/V) zufügen
- 1 Std. lang stehen lassen (Untersuchungslösung).

b)

- Gleichzeitig 70 mg Oxalsäure in 500 ml Wasser lösen
- 5 ml dieser Lösung mit 1 ml verdünnter Essigsäure (12% m/V) versetzen
- 0,5 ml Calciumchlorid-Lösung (7,35% m/V) zufügen
- 1 Std. stehen lassen (Referenzlösung)
- Untersuchungslösung (a) und Referenzlösung (b) im diffusen Tageslicht gegen einen dunklen Untergrund vergleichen.

Die Untersuchungslösung (a) darf keine stärkere Opaleszenz zeigen als die Referenzlösung (b). Andernfalls liegen unzulässige Verunreinigungen durch Oxalsäure vor (0,2%).

2. Gehaltsbestimmung (Ph. Eur. 9.3)

- ▶ Etwa 0,150 g Substanz, genau gewogen, mit einer Mischung von 80 ml frisch aufgekochtem und wieder abgekühltem Wasser und 10 ml verdünnter Schwefelsäure (10% m/V) versetzen
- ▶ Nach Zusatz von 1 ml Stärke-Lösung (RV) mit 0,1 N-Iod-Lösung ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) bis zur anhaltenden Blaufärbung titrieren.

1 ml 0,1 N-Iod-Lösung ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) entspricht 8,81 mg Ascorbinsäure.

Verbrauch bei 0,1500 g Einwaage mindestens 16,82 und höchstens 17,11 ml 0,1 N-Iod-Lösung ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) ($F = 1,000$).

Iodometrische Bestimmung der Ascorbinsäure, die dabei zur Dehydroascorbinsäure oxidiert wird.

Entspricht einem Gehalt von mindestens 99,0% und höchstens 100,5% Ascorbinsäure.

3. Weitere Prüfungen (Ph. Eur. 9.3)

In der Apotheke durchführbar: Sulfatasche.

Des Weiteren: UV-Absorption, IR-Absorptionsspektrum, spezifische Drehung, Kupfer (Atomabsorptionsspektroskopie), Eisen (Atomabsorptionsspektroskopie), verwandte Substanzen (Flüssigchromatographie).

Basilikumkraut

(DAC 2011)

Basilici herba
Herba Basilici

Die zur Blütezeit gesammelten, getrockneten oberirdischen Teile von *Ocimum basilicum* L.

Zur Prüfung erforderlich:

- Identität: Ca 2 g.
- Qualitätssicherung: 100 g (25 g Verbrauch).

Identität

1. Organoleptik (DAC 2011)

Aromatischer Geruch und Geschmack.

2. Beschreibung der Schnittdroge



Abb. 1: Schnittdroge

Schnittdroge (Abb. 1):

Unterschiedlich große Bruchstücke der gestielten Blätter mit gezähntem oder ganzrandigem Blattrand, meist hellere, gelegentlich violett überlaufene, an der Unterseite hervortretende Blattnerven mit bogenläufigen Seitennerven (a). Bruchstücke der vierkantigen

Stängel (b). Bruchstücke der Kelche und der weißen, purpurfarbenen oder auch mehrfarbigen Blüten (c), kleine, braune bis schwarze, glatte Früchte (Nüßchen bzw. Klausenfrüchte). In der Handelsware Droge meist fein geschnitten (d).

3. Mikroskopie

- ▶ Einige Blattstücke durchbrechen und teils mit der Oberseite, teils mit der Unterseite nach oben auf Objektträger in Chloralhydrat-Lösung (RV) legen
- ▶ mit Deckglas abdecken und ca. $\frac{1}{2}$ min lang vorsichtig zum Sieden erhitzen.
oder
- ▶ Droe pulvern (Siebnummer 710) und
- ▶ Chloralhydratpräparat wie zuvor anfertigen.

Typische Merkmale: Epidermis beiderseits dünnwandig, stark wellig buchtig mit diacytischen Spaltöffnungsapparaten. Lamiaceendrüsenschuppen mit acht oder auch vier Drüsenzellen, Drüsenhaare mit einzelligem Stiel und einzelligem oder durch vertikale Querteilung zweizelligem Köpfchen, ein- bis dreizellige, derbwandige, leicht warzige Eckzahnhaare und drei- bis sechszellige Deckhaare. Linsenförmige bis über 50 µm große Pollenkörner mit netzartiger Exine und 6 schwer erkennbaren Keimspalten.

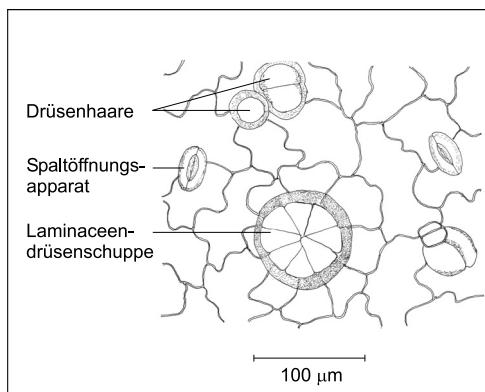


Abb. 2: Epidermis Aufsicht

Epidermis, Ober- und Unterseite (Abb. 2): Epidermis mit in Aufsicht, stark wellig buchtigen Wänden. Drüsenhaare mit einzelligem Stiel und einzelligem oder durch vertikale Querteilung zweizelligem Köpfchen. Lamiaceendrüsenschuppen mit acht oder auch vier Drüsenzellen, diese auch auf Deckblättern, Kelch, Blumenkrone und Stängelteilen. Spaltöffnungsapparate diacytisch.

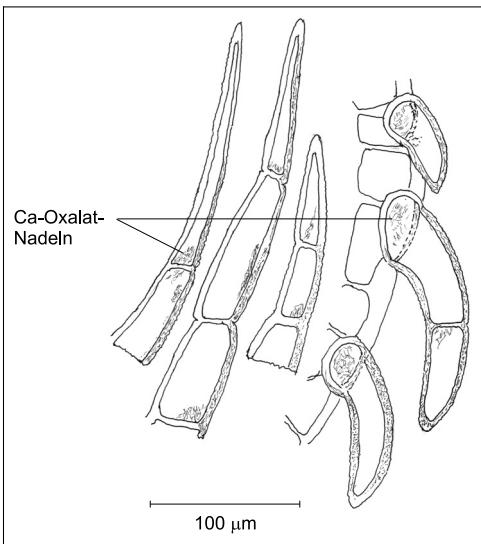


Abb. 3: Behaarung des Blattes

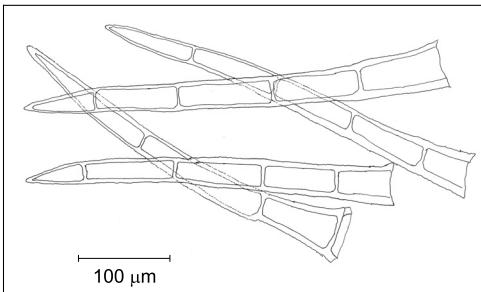


Abb. 4: Gliederhaare

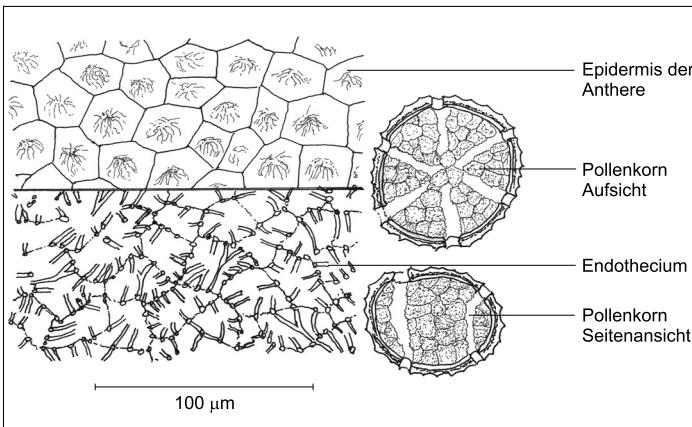


Abb. 5: Elemente der Blüte, Antheren

Behaarung des Blattes (Abb. 3): Am Blattrand ein- bis dreizellige, gekrümmte, derbwandige, leicht warzige Haare (Eckzahnhaare) mit großer keulenförmiger Basalzelle und spitzer Endzelle. Die Haare enthalten meist kleine Nadeln aus Calciumoxalat, die entweder im Zelllumen unregelmäßig verteilt sind oder in kleinen Gruppen jeweils in der Nähe der Querwände liegen.

Gliederhaare (Abb. 4): Drei- bis sechszellige Deckhaare (Gliederhaare), die besonders häufig auf Kelch, Blumenkrone und Stängel vorkommen. Dort auch drei- bis achtzellige, häufig kollabierte Gliederhaare mit spitzer Endzelle (ohne Abbildung).

Elemente der Blüte, Antheren (Abb. 5):

Dünnwandige Epidermis der Antheren mit leicht papillös gewölbten Zellen mit feiner Kutikularstreifung, darunter sternartig verdickte Zellen des Endotheciums (Faserschicht). Bis über 50 µm große in Aufsicht kreisrunde Pollenkörner mit grob netzartig strukturierter Exine und 6 Keimspalten, in der Seitenansicht erscheinen die Pollenkörner breit und lassen meist nur 2 Keimspalten erkennen.

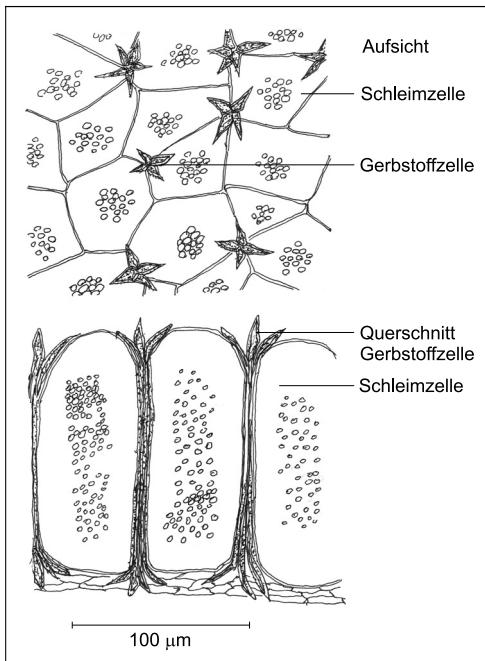


Abb. 6: Epidermis der Fruchtwand

Epidermis der Fruchtwand (Abb. 6): In Aufsicht große polygonale, Schleimzellen mit körnigem Inhalt, die in der Seitenansicht hoch zylindrisch erscheinen. In den Zwickeln der Schleimzellen langgestreckte, dunkle, spitze Gerbstoffzellen, die in Aufsicht sternförmige Gruppen ergeben.

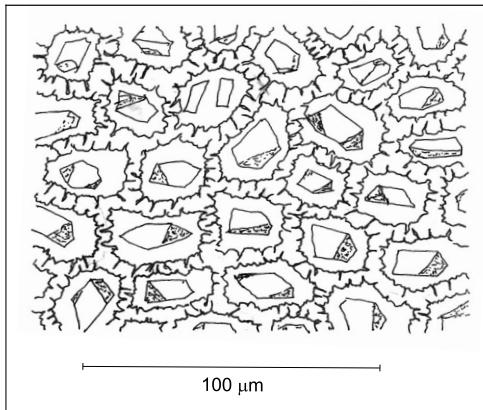


Abb. 7: Kristallzellschicht der Fruchtwand

Kristallzellschicht der Fruchtwand (Abb. 7): Auf die in Abb. 6 beschriebene Epidermis folgt zunächst eine kollabierte Parenchymsschicht danach eine Pigmentzellschicht und dann eine Kristallzellschicht mit dickwandigen Zellen, die jeweils einen oder mehrere Einzelkristalle enthalten. Im Querschnitt erscheinen die Zellen dieser Schicht quadratisch bis rechteckig.

4. Dünnschichtchromatographie (DAC 2011 abgeändert)

Kieselgel HF₂₅₄. Untersuchungslösung:

- ▶ 1,0 g gepulverte Droge (Siebnummer 710) mit 5 ml Dichlormethan versetzen
- ▶ 3 min lang schütteln
- ▶ Über etwa 2 g wasserfreies Natriumsulfat filtrieren
Oder
- ▶ 0,25 ml des bei der Gehaltsbestimmung erhaltenen Öl-Xylool-Gemisches mit 5 ml Toluol versetzen.
- ▶ **Referenzlösung:** 30 µl Estragol, 20 µl Eugenol und 10 µl Linalool in 10 ml Toluol lösen oder authentische Droge wie Untersuchungsmuster behandeln.
- ▶ **Aufzutragende Menge:** Je 20 µl Untersuchungs- und Referenzlösung, bandförmig (20 mm x 3 mm). [Zur Verwendung von HPTLC-Platten siehe Seite XV.]
- ▶ **Fließmittel:** Toluol – Ethylacetat (90 + 10).

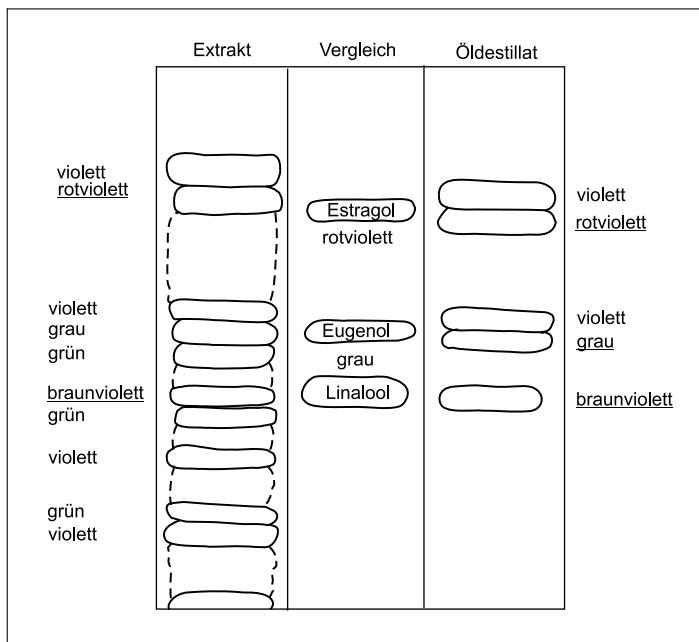


Abb. 8: Dünnschichtchromatogramm

- **Laufhöhe:** 10 cm.
- **Laufzeit:** Ca. 18 min
- Platte an der Luft trocknen lassen
- Mit frisch hergestellter Anisaldehyd-Lösung (RV) besprühen
- 10 min lang bei 100–105 °C erhitzen
- Am Tageslicht auswerten.

Einige Untersuchungen zur Qualitätssicherung

1. Reinheit

Fremde Bestandteile:

- 100 g Drogen auf fremde Bestandteile, durchsehen.

Höchstens 2 g (2%) fremde Bestandteile

2. Gehaltsbestimmung

Gehalt an ätherischem Öl:

- Einwaage: 25,0 g kurz vor der Bestimmung gepulverter Drogen (Siebnummer 710).
- 500 ml Wasser im 1000-ml Rundkolben
- Vorlage: 0,5 ml Xylol
- Destillation 3 h lang bei 3 bis 3,5 ml in der min
- Volumen im Messrohr nach der Destillation mindestens 0,60 ml.

Entspricht einem Gehalt von mindestens 0,4% (m/V) an ätherischem Öl.

3. Weitere Prüfungen (DAC 2011)

In der Apotheke durchführbar: Trocknungsverlust, Asche.

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 Spiralgefäß im Mesophyll. Fragmente der bräunlichen Griffel und Narben, dicht mit langen, keulenförmigen Papillen besetzt.

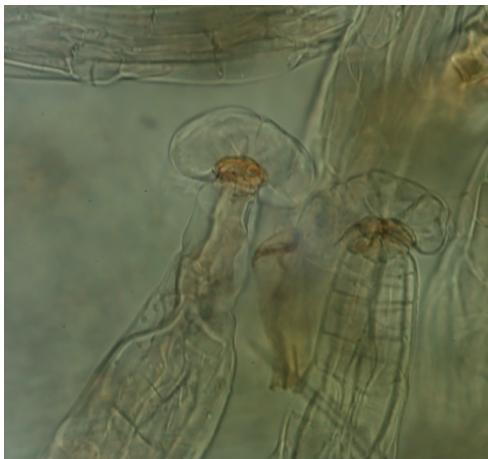


Abb. 2a: Große Drüsenhaare mit mehrreihigem Stiel und mehrzelligem Köpfchen, dessen kleinere innere Zellen braun gefärbt sein können

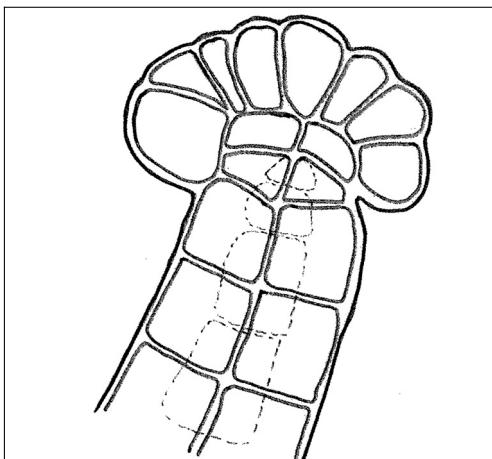


Abb. 2b: Großes Drüsenhaar

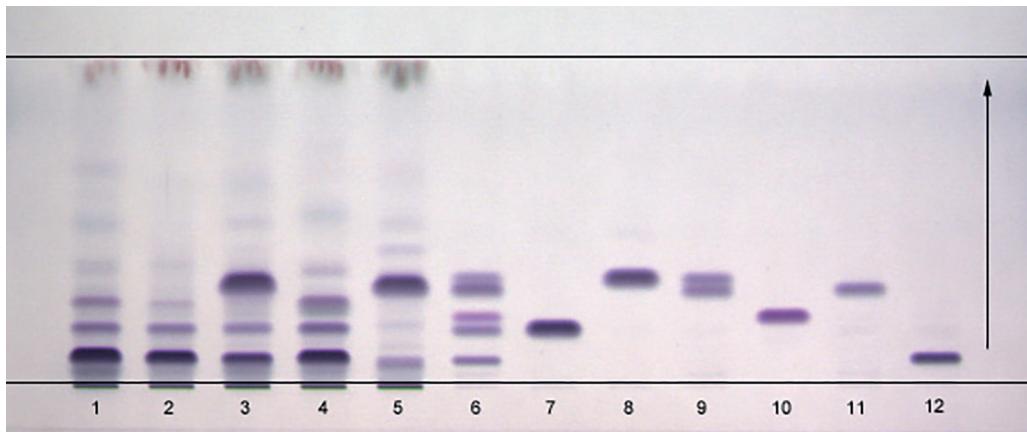


Abb. 7b: DC. 1-5) verschiedene Untersuchungslösungen; 6) Referenzlösungen 1-5; 7) Referenzlösung 1: Δ^9 -Tetrahydrocannabinol (Δ^9 -THC); 8) Referenzlösung 2: Cannabidiol (CBD); 9) Referenzlösungen 2 + 6: CBD + CBDA; 10) Referenzlösung 3: Cannabinol (CBN); 11) Referenzlösung 4: Cannabidiolsäure (CBDA);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

Einige Untersuchungen zu Qualitätssicherung

1. Reinheit

Fremde Bestanteile: höchstens 2%

2. Weitere Prüfungen

In der Apotheke durchführbar: Trocknungsverlust, alternative Dünnschichtchromatographie (DAC 2016-1 A1)