



# Hilfsstoffe

Praktikum

„Arzneimittelanalytik, Toxikologie, Drug Monitoring und  
umweltrelevante Untersuchungen“

8. Semester AAppO 2000

# Hilfsstoffe

- Organische Träger

- Fructose
- Glucose
- Lactose
- Saccharose
- Sorbit
- Stärke
- Cellulose

- Anorganische Träger

- Bolus
- Talkum
- ***Calciumcarbonat***
- Calciumphosphat
- Magnesiumoxid
- Natriumchlorid
- Titandioxid
- Zinkoxid

# Hilfsstoffe

- Salbengrundlagen
  - Hydrophile Salbe
  - Lanolin
  - Polyethylenglykosalbe
  - Vaseline
  - Wollwachsalkoholsalbe
- Zäpfchengrundlagen
  - Hartfett
  - Polyethylenglykol

# Anorganische Hilfsstoffe

- **ca. 50-100 mg Substanz glühen**
  - Gase, Geruch ? (Vorsicht!!!)
  - Thermochromie
- **Rückstand löslich in Wasser oder verd. Säuren?**
  - z.B. NaCl oder MgO: Abtrennung der Arzneistoffe nicht erforderlich
- **Rückstand unlöslich in Wasser oder verdünnten Mineralsäuren?**
  - z.B. Talkum: Trennung von Hilfs- und Arzneistoffen (Extraktion mit weinsaurem Ethanol)

# Trennungsgang für anorganische Hilfsstoffe

Verbrennungsrückstand in Wasser aufschlännen:				
<b>Niederschlag:</b> $\text{CaCO}_3/\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$				<b>Lösung:</b> $\text{NaCl}$
	$\text{MgO}$	Bolus (Al-Silikat)	Talkum (Mg-Silikat)	
alkal.	alkal.	neutral	neutral	
Versetzen mit verd. HCl:				<b>Nachweis von <math>\text{Na}^+</math>:</b>  -durch gelbe Flammenfärbung  -Nachweis von Cl <sup>-</sup>
<b>Lösung:</b> $\text{CaCl}_2$		<b>Niederschlag:</b> Bolus                      Talkum		
	$\text{MgCl}_2$			
<b>Nachweis von <math>\text{Ca}^{2+}</math>:</b>  -ziegelrote Flammenfärbung  -als Ca-Oxalat	<b>Nachweis von <math>\text{Mg}^{2+}</math>:</b>  -als $\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4$  -mit alkal. Titangelblsg. als hellroter Farblack	<b>Basischer Aufschluss</b> (im Nickeltigel !)  <b>Nachweis von <math>\text{Al}^{3+}</math>:</b> -als $\text{Al}(\text{OH})_3$ violette Färbung durch Phenolphthalein nach $\text{CaF}_2$ -Zusatz  -mit Chinalizarin als rot-violetter Farblack		
		<b>Nachweis von <math>\text{Mg}^{2+}</math>:</b> wie bei $\text{MgCl}_2$		

# Identifizierung weiterer anorg. Hilfsstoffe

- ZnO fällt im o.g. Trennungsgang als  $\text{ZnCl}_2$  ( $\text{ZnO}$  ist in verd.  $\text{HCl}$  löslich)
  - Thermochromie
  - Zugabe von  $\text{NaOH}$ :  $\text{Zn(OH)}_2$ ; anschl. löslich im Überschuss:  $[\text{Zn(OH)}_4]^{2-}$
- $\text{TiO}_2$  fällt im o.g. Trennungsgang als unlöslicher Rückstand an
  - Thermochromie
  - $[\text{Ti(OH)}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$  (3%) :  $[\text{TiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]^{2+}$  Peroxotitankation (orange)
- $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  fällt im o.g. Trennungsgang als  $\text{CaCl}_2$  an
  - $\text{Ca}^{2+}$  : Flammenfärbung / Nachweis als **Calciumoxalat**
  - $\text{PO}_4^{3-}$  : Nachweis als  **$(\text{NH}_4)_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4]$**
- $\text{NaCl}$  fällt im o.g. Trennungsgang als  $\text{NaCl}$ -Lösung an
  - $\text{Na}^+$  : Flammenfärbung
  - $\text{Cl}^-$  : Nachweis als  $\text{AgCl}$

# Organische Hilfsstoffe

- Fructose
- Glucose
- Lactose
- Saccharose
- Sorbit
- Stärke
- Cellulose

# Organische Hilfsstoffe

- Abtrennung schwieriger als bei anorganischen Stoffen
- Stärke muss vor dem Stas-Otto-Trennungsgang abgetrennt werden

	<b>Fehling</b>	<b>Smp. [°C]</b>	<b>Reaktion</b>
<b>Fructose</b>	<b>+</b>	<b>100-105</b>	<b>Seliwanoff-Probe</b>
<b>Glucose</b>	<b>+</b>	<b>140-150</b>	<b>Glucotest®- Stäbchen</b>
<b>Lactose</b>	<b>+</b>	<b>200-205</b>	<b>Wöhlk-Probe</b>
<b>Saccharose</b>	<b>- (nach H<sup>+</sup>: + )</b>	<b>180-190</b>	<b>Seliwanoff-Probe</b>
<b>Sorbitol</b>	<b>-</b>	<b>90-95</b>	<b>nach Oxidation Molisch-Rkt.</b>
<b>Stärke</b>	<b>-</b>		<b>blauer Komplex mit Iod</b>

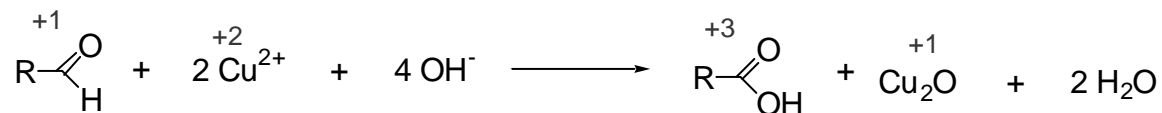
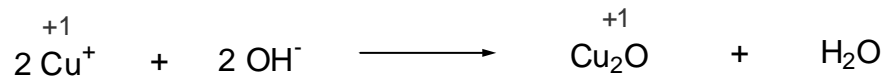
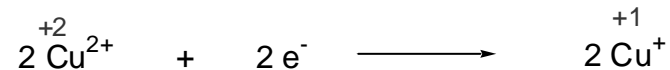
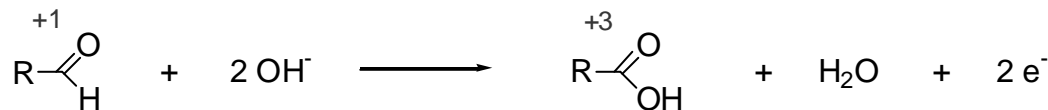
# Organische Hilfsstoffe

## Zusätzliche Identifizierung:

- DC-Identifizierung der Zucker und Zuckeralkohole
- Osazon-Bildung mit Phenylhydrazin
- Mikroskopieren (Stärke/Cellulosepulver)

## Reaktion nach Fehling:

- Nachweis von Hydroxycarbonyl-Verbindungen
- es reagieren alle reduzierenden Verbindungen (Ascorbinsäure etc.)
- Erhitzen mit Fehlingscher Lösung (alkal.  $\text{Cu}^{2+}$ -tartrat):  
Niederschlag aus  $\text{Cu}_2\text{O}$
- Voraussetzung: Zucker mit Halbacetalstruktur



# Suppositorien- und Salben-Grundlagen

<b>Hydrophile Salbe</b>	<b>35 % Vaseline</b> <b>35 % dickflüssiges Paraffin</b> <b>30 % emulgierender Cetylstearylalkohol</b>  <b>Typ A: mind. 90% Cetylstearylalkohol</b> <b>mind. 7 % Natriumcetylstearylsulfat</b>
<b>Lanolin</b>	<b>65 % Wollwachs</b> <b>15 % dickflüssiges Paraffin</b> <b>20 % Wasser</b>
<b>Wollwachsalkoholsalbe</b>	<b>93,5 % Vaseline</b> <b>6 % Wollwachsalkohole</b> <b>0,5 % Cetylstearylalkohol</b>
<b>Vaseline</b>	<b>Kohlenwasserstoffe</b>
<b>Polyethylenglykolsalbe</b>	<b>50 % PEG 300</b> <b>50 % PEG 1500</b>
<b>Hartfett</b>	<b>Mono- , Di- und Tri-Glyceride</b> <b>Gesättigte Fettsäuren (C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>)</b>

# Suppositorien- und Salben-Grundlagen

Nachweise:

## Hydrophile Salbe

(Nachweis des Sulfats nach Hydrolyse der Cetylstearylsulfatester)

- Salbe und Ethanol zu Sieden erhitzen, filtrieren, Filtrat eindampfen, Rückstand in verd. HCl lösen, Volumen der Lösung auf die Hälfte eindampfen, filtrieren  
Filtrat +  $\text{BaCl}_2$  :  $\text{BaSO}_4$

## Polyethylenglykosalbe/Polyethylenglykol

(Nachweis von Dioxan)

- Salbe +  $\text{H}_2\text{SO}_4$  konz. vorsichtig erhitzen, Dämpfe durch Gärröhrchen mit  $\text{HgCl}_2$ -Lsg. leiten: weißer Niederschlag

## Hartfett

Ph. Eur. Identität mittels DC

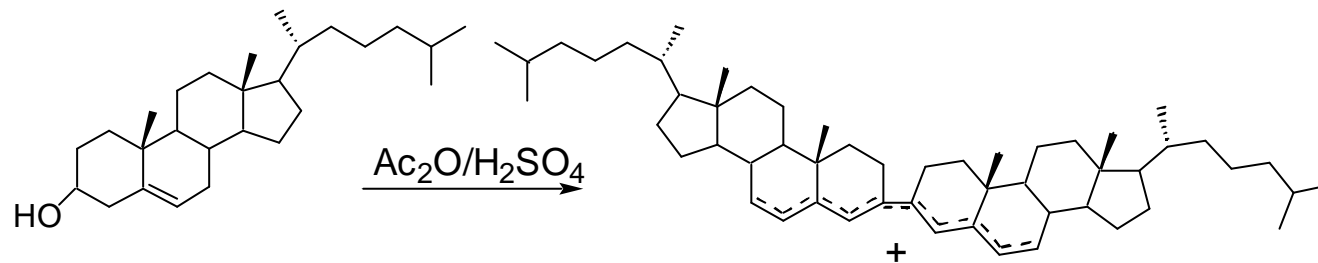
# Suppositorien- und Salben-Grundlagen

## Lanolin / Wollwachsalkoholsalbe

(Nachweis des Cholesterols)

Liebermann-Burchard-Reaktion: „Steroidnachweis“

Versetzen mit Acetanhydrid /  $\text{H}_2\text{SO}_4$  konz. : rot ——— grün



strukturelle Voraussetzungen:

- C3 OH-Gruppe oder latente OH-Gruppe
- C4 oder C6 Doppelbindung

# Analysengang aus Petrolether-löslichen Salbengrundlagen

- Hydrophile Salbe
- Lanolin
- Vaseline
- Wollwachsalkoholsalbe
- Hartfett

**Petrolether-unlösliche Arzneistoffe:** Abdekantieren: Stas-Otto-Gang

**Säuren:** Petrolether mit 3N NaOH extrahieren, wässrige Phase mit 3N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ansäuern, mit Diethylether/Ethylacetat extrahieren

**Basen:** Petroletherphase mit 3N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> extrahieren, wässrige Phase mit 3N NaOH alkalisieren, mit Diethylether/Ethylacetat extrahieren

**Neutralstoffe:** verbleiben in der Petroletherphase

# Analysengang aus Petrolether-löslichen Salbengrundlagen

- Dünnschichtchromatographische  
Identifizierung der Salbengrundlagen
- **Fließmittel:**
- n-Hexan :90 T
- Diethylether :10 T
- Eisessig : 1 T

# Analysengang aus Polyethylenglykosalben und Polyethylenglykolsuppositorien

- **wasserunlösliche Substanzen:**  
abtrennen durch Dekantieren
- **Basen und Neutralstoffe:** Lösung mit 3N NaOH alkalisieren und mit Diethylether extrahieren
- **Säuren:** wässrige Phase mit 3N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ansäuern und mit Diethylether extrahieren