

Identifizierung von Arzneistoffen

Allgemeines Vorgehen bei der Analyse:

1. Allgemeine Vorproben (z.B. Löslichkeit, Farbreaktionen)
2. Abtrennung der Hilfsstoffe
3. Ausschütteln nach Löslichkeit, Acidität und Basizität
4. Dünnschichtchromatographie, IR-Spektroskopie
5. Identifizierung der Arzneistoffe

Identifizierung von Arzneistoffen

Makroskopische Prüfung:

Farbe

Konsistenz (fest, flüssig, kristallin), z.B. Methylsalicylat (flüssig)

Geruch, z.B. Thiamin, Penicilline, Methylsalicylat

Bei Einzelsubstanzen: Schmelzpunktbestimmung

KEINE ORGANOLEPTISCHE PRÜFUNG!!!

Identifizierung von Arzneistoffen

Löslichkeit:

Wasser: Salze, hydrophile Verbindungen, z.B.
N-Butylscopolaminumbromid

3M NaOH Säuren, Phenole, Sulfonamide, Nitroverbindungen

3N H₂SO₄ Basen

Vollständig unlöslich? Talkum, Bolus

Beurteilung der Lösung: Farbe, Fluoreszenz

Identifizierung von Arzneistoffen

Allgemeine Vorproben

§ Färbungen mit H₂SO₄ oder HNO₃

§ Beilstein-Probe: Halogene

§ Diazotierung: Arom. Amine, Nitroverbindungen (nach Reduktion)

§ Dragendorff Alkaloide

§ Murexid Purine

§ Liebermann-Burchard Steroide

§ Fehling, Benedict reduzierende Verbindungen, z.B. Zucker, Vit. C

§ Tillmann spezifisch für Acorbinsäure (Vit. C)

CAVE: Beilstein unter dem Abzug!

Identifizierung von Arzneistoffen

Allgemeine Vorproben

§ Lassaigne-Aufschluß (Elementaranalyse, Glühen mit Na):

Prüfung auf Schwefel: Natriumpentacyanonitrosylferrat

Prüfung auf Stickstoff: Berliner Blau

Prüfung auf Halogen: Fällung als Silbersalze (Cl, Br)

Entfärbung einer Zirkoniumfarblacks (F)

CAVE: Umgang mit Natrium!

Identifizierung von Arzneistoffen

Dünnschichtchromatographie

Vorteile:

- einfache Durchführbarkeit
- bei geeignetem Fließmittel gute Selektivität
- Screening möglich
- spezifische Detektion möglich (Sprühreagentien)

Nachteile:

- Arzneistoff muss in Lösung vorliegen
- es gibt kein "Universal-DC", u.U. keine Trennung
- hohe Kosten für DC-Platten

Problemsubstanzen: Acetylcystein, Metformin, Ramipril, Captopril, Retinolpalmitat, extrem polare Stoffe

Identifizierung von Arzneistoffen

Geeignete DC-Sprühreagenzien

- Dragendorff-Reagenz
 - Ehrlich's-Reagenz
 - Ninhydrin-Reagenz
 - Mandelin-Reagenz
 - Vanillin-Schwefelsäure-Reagenz
 - Thymol-Schwefelsäure-Reagenz
 - Diphenylamin-Reagenz
- } Zucker-DC!

Identifizierung von Arzneistoffen

Identifizierung der Hilfsstoffe

§ Anorganische Trägerstoffe:

Glührückstand

Identifizierung nach speziellem Trennungsgang

§ Organische Träger:

Kohlenhydrate mit weinsaurem EtOH extrahieren

anschl. Identifizierung über DC und Farbreaktionen

§ Salbengrundlagen:

DC und Farbreaktionen

Identifizierung von Arzneistoffen

Trennung des Arzneistoffs von Träger

§ wasserlösliche anorganische Träger

keine Abtrennung

§ wasserunlösliche anorganische Träger

wässr. Auszug filtrieren

evtl. Gemisch mit Ethanol oder Aceton extrahieren

§ Salbengrundlagen

Lösen in Petrolether, Abtrennen nichtlöslicher Arzneistoffe,
Ausschütteln im Sauren/Alkalischen

Identifizierung von Arzneistoffen

Trennung der Arzneistoffe:

Stas-Otto-Trennungsgang

Trennung nach Verteilung zwischen wässriger und
organischer Phase bei verschiedenen pH-Werten

Identifizierung der isolierten Arzneistoffe

Dünnschichtchromatographie

Schmelzpunkt

IR-Spektroskopie

Spezielle Nachweisreaktionen (EuAB, andere Arzneibücher, Auterhoff/Kovar)

Identifizierung von Arzneistoffen

Dokumentation:

1. Laborbuch / Laborheft:

- primär zum eigenen Gebrauch
- alle durchgeführten Versuche dokumentieren
- Spektren usw. einheften/einkleben
- Besonderheiten notieren!!!

Identifizierung von Arzneistoffen

Dokumentation:

2. Protokoll:

- alle positiven Vorproben
- Ergebnisse der Elementaranalyse, aller Gruppenreaktionen
- Trennung
- Identifizierung: DC, Farbreaktionen, IR, UV
- Methode der quantitativen Bestimmung, Berechnung

Alle Spektren und DC-Platten gut aufbewahren!!!