

# Quantitative Bestimmung von Crocin-1, Crocin-2, Picrocrocin und Safranal in NEM auf Safranbasis

## Geräte und Bedingungen

Verfahren: U(H)PLC/UV/MS (Ultrahochleistungsflüssigchromatographie mit UV- und MS-Detektion)

System: Acquity UPLC H-Class (Waters, Milford, MA, USA)

Detektor 1 (PDA): Acquity UPLC PDA e $\lambda$ ,  $\lambda$ -range: 200-800 nm

Detektor 2 (MS): Acquity UPLC QDa, single-quadrupole, m/z-range: 100-1200 Da

Temperatur: 40 °C

Flussrate: 0,55 mL/min

Injektionsvolumen: 2  $\mu$ L

Stationäre Phase: Acquity UPLC HSS T3, 1.8  $\mu$ m, 2.1 mm x 100 mm

Mobile Phase: Gradientenelution

## Gradientenelution

Zeit [min]	A H <sub>2</sub> O mit 0,1 % Ameisensäure	B Acetonitril mit 0,1 % Ameisensäure
0	98	2
0,5	98	2
6	50	50
7	0	100
8	0	100
8,2	98	2
10	98	2

## Probenaufarbeitung

Die Proben wurden in ein konisches Zentrifugenröhrchen (15mL-Falcon-Tube) eingewogen und mit 10 mL Extraktionsmittel (Wasser-Methanol 8:2, v/v) versetzt. Die Suspension wurde im Ultraschallbad für 5 min extrahiert und anschließend 3 min bei 8000 U/min zentrifugiert. Der Überstand wird in ein HPLC-Probengefäß überführt und vermessen.

Für die Proben A1-3 wurde der Inhalt von jeweils 2 Kapseln genommen, während für die Proben B1-5 und C nur eine Kapsel eingewogen wurde. Dadurch wurde eine Dosierung von 30 mg Safran-Extrakt der Proben (bei Probe C 28 mg) untersucht. Gleichzeitig wurden 30 mg Safranfäden mit Seesand gemörsert und als Referenz in analoger Weise mit aufgearbeitet.

## Quantifizierung

Die Quantifizierung erfolgte bezogen auf vier externe Standards: Crocin-1, Crocin-2, Picrocrocin und Safranal. Die Linearität im Arbeitsbereich wurde durch Kalibrationsgeraden gezeigt. Im Falle von Crocin-1 wurden Wiederfindung und Richtigkeit mit dem Standardadditionsverfahren überprüft. Es erfolgte ebenfalls eine Bestimmung der Präzision und Wiederholbarkeit der Methode.

## Strukturformeln und Beispielchromatogramme

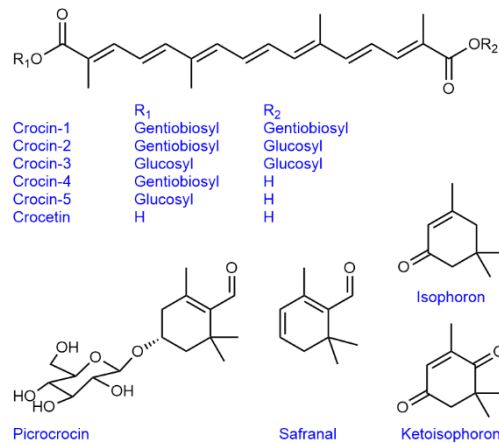


Abb. 1 Strukturformeln der wichtigsten Safraninhaltsstoffe

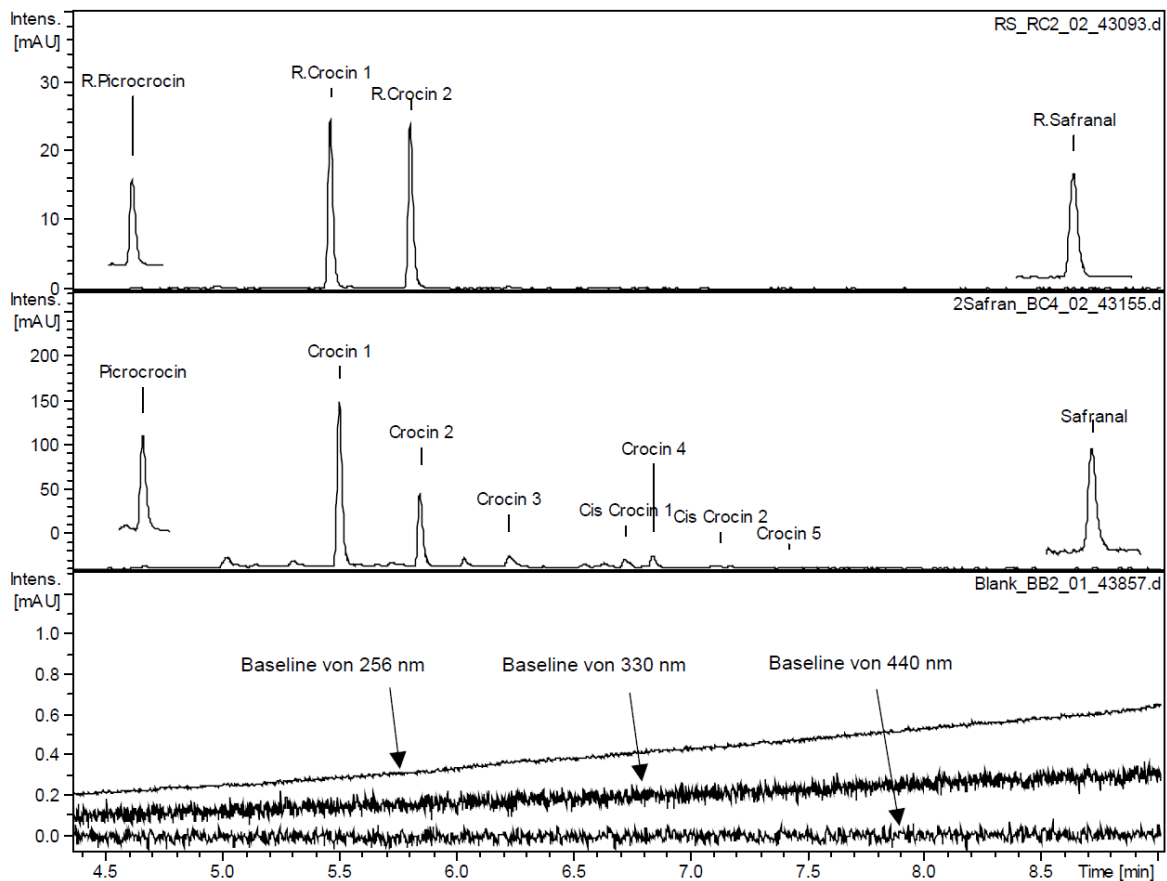


Abb. 2 Beispielchromatogramme (440 nm). Oben: Referenzsubstanzen, in der Mitte: authentischer Safran-Extrakt, unten: Baselines. Die Chromatogramme bei 256 nm (Picrocrocin) und 330 nm (Safranal) sind im Interesse der Übersichtlichkeit nur ausschnittsweise gezeigt.

Die Untersuchungsmethode und die Abb. 2 stammt aus der folgenden Masterarbeit:

*Untersuchung zur Qualität von Nahrungsergänzungsmitteln auf Safran-Basis*

Binbin Chen, Masterarbeit (M.Sc. Arzneimittelwissenschaften)

im Wintersemester 2021/22

Universität Münster, Institut für Pharmazeutische Biologie und Phytochemie

Erstgutachter: Prof. Dr. Andreas Hensel, Zweitgutachter: Dr. Jandirk Sendker