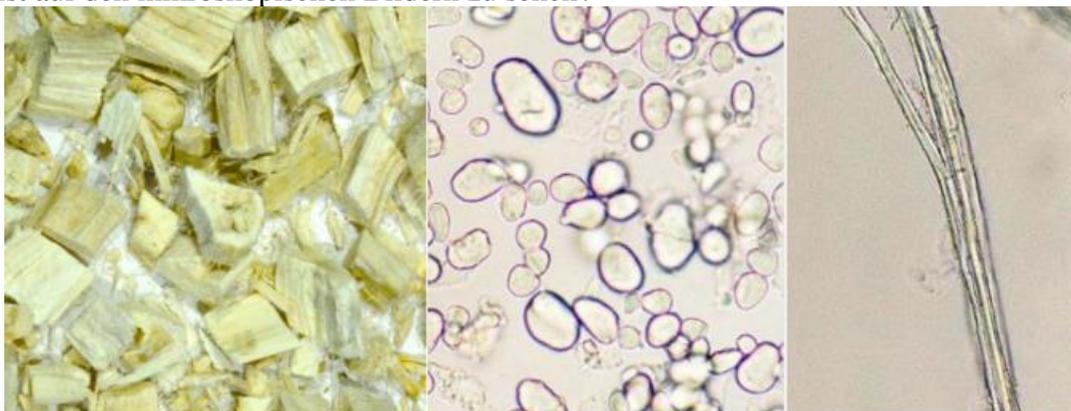


**Prüfungsfragenkatalog für
Analytik von Arzneidrogen und Phytopharmaka
ehemals
Qualitätsprüfung und Beurteilung von Arzneidrogen und biogenen Pharmaka
(Prof. F. Bucar)**

Stand: Mai 2022

Termin: 11.05.2022

1. Welche der folgenden Methoden werden zur Reinheitsprüfung angewendet?
 - Thermogravimetrie
 - FCPC
 - Mikroskopie
 - Kolonienbildende Einheiten (KBE)
2. Salicylalkohol und Salicylalkohol-b-Glukosid werden auf der HPLC mit einer RP-18 Säule getrennt. Fließmittel ist Methanol-Wasser (60:40). Die Elutionszeiten liegen bei 3.5 min und 6.8 min. Welcher der beiden Verbindungen eluiert später und warum? Die Retentionszeit soll erhöht werden von beiden Verbindungen, welcher Anteil im Laufmittel muss erhöht werden? Erläutern sie den Begriff isokratisch.
3. Welche der folgenden Verbindungen können mittels Photodiodenarray Detektor nachgewiesen werden? Begründen sie Ihre Antwort kurz.
 - Rosmarinsäure
 - Methan
 - Glukose
 - Arbutin
4. Aus 320 kg Ginkgoblättern werden 8000 g Spissumextrakt gewonnen. Der DEV nativ des Trockenextraktes liegt bei 50:1. Berechnen Sie den Lösungsmittelgehalt des Spissumextraktes in %. Wie hoch ist der Extraktgehalt des Trockenextraktes? Bei einer Einnahme von 250 mg Trockenextrakt, wie hoch ist die Drogenmasse in g die eingenommen wird?
5. Wie kann man selektiv Verunreinigungen von Belladonnae folium mit Digitalis purpureae folium mittels DC nachweisen? (Welche Sprühreagentien werden eingesetzt und was wird dabei detektiert?)
6. Sie wollen selektiv auf einer DC Saponine und Anthranoide nachweisen. Welche Sprühreagentien werden eingesetzt und auf was beruht der Nachweis?
7. Nachfolgend ist eine Arzneidroge makroskopisch und mikroskopisch abgebildet. Um welche Arzneidroge handelt es sich? (Drogenbezeichnung deutsch und latein, Stamm-pflanze, Indikationen, Inhaltsstoffe). Was ist auf den mikroskopischen Bildern zu sehen?



8. Welcher Spaltöffnungstyp ist abgebildet? Durch was ist er charakterisiert?



9. Welche Gewebe gehören in Pflanzen zu den sklerenchymatischen Geweben? Welche Aufgabe haben sie in Pflanzen?

Termin 02.10.2020

- 1.1. Welche Methoden zu Reinheitsprüfung
 - a. ICP-MR
 - b. Thermogravimetrie
 - c. KBE-Bestimmung
 - d. GC-EI-MS
- 1.2. Rechenbeispiel: 400mg Droge, 50 000 mg Spissumextrakt, DEV 6:1
 - 1.2.1. Lösungsmittelgehalt berechnen
 - 1.2.2. Extraktgehalt berechnen
 - 1.2.3. Wie hoch ist die Drogenmasse in Gramm, die mit 1 Filmtablette eingenommen werden?
2. Trennmethode
 - 2.1. RP-8 mit Quercetin und Quercetin-glucosid, Acetonitril-Wasser-Gradient: welcher Anteil der mobilen Phase muss verringert werden, um eine Erhöhung der Retentionszeit zu bewirken?
Welches der beiden Flavonoide eluiert später?
Was bedeutet isokratisch?
 - 2.2. Welche der folgenden Substanzen eignen sich zur Detektion mittels Photodioden-Array? Ankreuzen und Begründung:
Chinin
Aloine-Emodine
...
...
3. DC-Nachweise
 - 3.1. Belladonnae folium mit Salviae folium verunreinigt. DC Nachweis mit Sprühreagenzien und welche Stoffe werden nachgewiesen?
 - 3.2. DC-Nachweis von Anthranoiden und Cardenoliden (Sprühreagens und worauf beruht Nachweis?)
4. Mikroskopische und makroskopische Analyse
 - 4.1. Ceylon-Zimt makroskopisch mit lat. Und deutscher Drogenbezeichnung, Stammpflanze, Verwendung und Inhaltsstoffe
 - 4.2. Mikroskopisch: Bastfasern und Steinzellen von Ceylon-Zimt
5.
 - 5.1. Spaltöffnung erkennen und Charakteristika: diazytisch
 - 5.2. Sklerenchymatische Zellen aufzählen und deren Funktion

Termin: 10.10.2019

1. Aus 4 Methoden ankreuzen, welche zur Reinheitsprüfung angewendet werden
 - Thermogravimetrie
 - Filtration
 - Koloniebildende Einheitenund noch eines

DEV berechnen (gleiche Rechnung wie Dezember 2011 + Extraktgehalt ausrechnen)

2. DC zuordnen, stat. Phase war RP-18

GC-MS Prinzip erklären. Welche stationären Phasen, welche mobilen. 2 Strukturen, die damit nachgewiesen werden können.

3. Nachweis auf Herzwirksame Glykoside
Was heißt ELISA. Kompetitiven ELISA erklären.

4. Gehaltsbestimmung von äth. Öl in Kamille.
Wie kann man Verfälschungen aufdecken?

5. Kollateral geschlossenes und radiäres Leitbündel skizzieren.
Welche sklerenchymatischen Zellen gibt es?
Spaltöffnung erkennen (diazytisch)
Makroskopisch/mikroskopisch: Faulbaumrinde - - > Stammpflanze, Familie, Verwendung, Inhaltsstoffe, Bastfaserbündel und rotbraunen Kork erkennen.

Termin: 16.05.2019

Kap 1

- 1.1. Aus 4 Methoden diejenigen ankreuzen, die für Reinheitsprüfung geeignet sind (z.B. DC)
- 1.2. Tagesdosis- & Extraktionsgehalt - Berechnungen (wie immer)
- 1.3. 3 Kriterien für Zusammensetzung von Nativextrakt

Kap 2

- 2.1 Auf Chromatogramm Glucosid, Glucuronid, etc. zuordnen (Kieselgel war stationäre Phase)
- 2.2 Wie sich die Rf-Werte verändern, wenn Ethylacetat in der mobilen Phase an Volumenanteilen erhöht wird
- 2.3 Informationen, die man aus Photodiodenarray-Detektor & EI-MSD erhält

Kap. 3

- 3.1 In unbekannter Droge sollen Herzglykoside nachgewiesen werden: einen phytochemischen, spezifischen Nachweis dazu nennen
- 3.2 ELISA: Namensklärung, Prinzip

Kap. 4

- 4.1 Dragendorff-, Marquis- & Bornträger-Reagens: welche Chemikalien werden dafür benötigt, was kann man mit ihnen nachweisen
- 4.2 Gehaltsbestimmung für Flavonoide in Goldrutenkraut

Kap. 5

- 5.1 Kollateral offenes & radiäres Leitbündel skizzieren
- 5.2 2 Arten von sklerenchymatischen Zellen nennen & deren Aufgabe
- 5.3 Spaltöffnung erkennen & Charakteristika angeben dazu

Kap. 6

- 6.1 Arzneidroge, Stammpflanze, Indikation & Inhaltsstoffe einer Droge nennen
- 6.2 Dazu waren 2 mikroskopische Bilder gegeben zum Beschriften

Termin: 11.04. 2019 - 50 Punkte (ab 30 Punkte war 4); 1:15 Stunde war Zeit

Kap. 1:

- 1.1 Bulkprobe: Behältnisse berechnen (einmal unter 3, einmal mehr als 3 (8))
- 1.2 Welche Schwermetalle können verunreinigen? Wie kann man sie nachweisen? Wie kann die Methode empfindlicher gemacht werden?
- 1.3 DEV-Berechnungen und Berechnung der benötigten Droge für 1t Fertigextrakt mit 25% Hilfsstoffe
 - Rechnungen 4 Extraktgehalte -> DEV war zu berechnen und welche Extraktbreite vorliegt
 - Von Charge 4 (E=11.76%) berechnen wieviel Droge man braucht wenn man 1 t Fertigextrakt haben will (25% HST)

Kap. 2:

2.1 RP-18-Säule, 2 Substanzen waren gegeben: Welche Substanz eluiert vorher? Was bedeutet „isokratisch“?

2.2 Aufbau & Funktion von Photodiodenarraydetektor, Kopplung mit HPLC

2.3 Isolierung von freien basischen Alkaloiden

Kap. 3:

3.1 Zitronen- & Melissenöl: Eignet sich HPLC-ESI-MS oder GC-MS besser? Und warum (Begründung)? Welche Information liefert ein Massenspektrum?

- RP HPLC – a.) Was heißt isokratisch, Acetonitril:Wasser - welches LM muss man verringern das die

Retentionszeiten länger werden, kommt zuerst das Diglucosid oder das Glucosid

Kap. 4:

4.1 Opiat-Nachweis (Morphin & Codein nachweisen, alles genau beschreiben, kommen Derivatisierungen dabei vor?)

- Morphin und Opiate forensischer Nachweis welche Chromatographischen Methoden welche Probenvorbereitung und welche Derivatisierung

4.2 Nachweis von Herzglykosiden & Cardenoliden: Wie kann man Digitalis-Drogen spezifisch unterscheiden? Welche Nachweisreaktionen gibt es für die Wirkstoffe von Eisenhut?

- Iridoide DC

Kap. 5:

5.1 Aus welchen Geweben besteht ein kollateral offenes Leitbündel?

5.2 Dann waren je 3 Bilder von Arzneidrogen & 3 Bilder von den „frischen“ Arzneidrogen gegeben und man musste diese richtig zuordnen (also z.B. war ein Bild von einem Salbei aus dem Garten gegeben und das Bild mit den getrockneten Salbeiblättern); dazu musste man die lateinische Drogenbezeichnung mit je einer Indikation angeben

5.3 Faulbaumrinde: lat. Drogenbezeichnung, Stammpflanze, Inhaltsstoffe, Verwendung, dann waren noch 2 mikroskopische Bilder gegeben & man musste hinschreiben, was es ist (also z.B. war der rotbraune Kork gegeben)

- Isolierung von stark basischen Alkaloiden

Termin: 18.10.2018

1. Verunreinigungen_DEV

- 2 Schwermetalle, die pflanzliche Drogen verunreinigen können. Wie werden diese laut Ph. Eur. Bestimmt und wie kann die Empfindlichkeit der Methode gesteigert werden? (4 Punkte)
- DEV Berechnen. Charge 1 mit $E = 6,25\%$ und Charge 2 mit $E = 3,125\%$
 - a.) DEV für beide Chargen berechnen
 - b.) Charge 1: wieviel Extrakt erhält man bei Verwendung von 32kg Droge? (3 Punkte)
 - c.) Charge 2: Fertigextrakt von 100kg soll hergestellt werden, davon sind 20% Hilfsstoff. Wieviel Droge muss verwendet werden? (4 Punkte)
 - d.) Von welcher Charge braucht man bei Herstellung eines Trockenextraktes mehr Droge? (1 Punkt)

2. Identitätsprüfung

- 2.1. Dünnschichtchromatogramm und Zuordnen von R_f -Werten (4 Punkte)
- 2.2. Saponine Isolieren (Extraktionsmittel, chromatographische Methoden) (4 Punkte)
- 2.3. UHPLC-PAD-ESI-MS: Schritte nummerieren (3 Punkte)

3. Gerbstoffe

- 3.1 2 Drogenbeispiele (2 Punkte)
- 3.2. Qualitative Analyse (4 Punkte)
- 3.3. Quantitative Analyse (3 Punkte)

4. Quantitative Prüfungen

- 4.1. DC-Fingerprintanalyse von Alkaloiden, Flavonoiden und Cumarinen (3 Punkte)
- 4.2. Sprühreagenzien für die oben genannten Verbindungen (3 Punkte)

5. Objektmikrometer ausrechnen (3 Punkte)

6. Pflanzendrogen

- 6.1. Altheae folium erkennen, Drogenname, Pflanzennamen, Familie, Inhaltsstoffe und Indikation (4 Punkte)
- 6.2. Lini semen erkennen, Drogenname, Pflanzennamen, Familie, Inhaltsstoffe und Indikation (3 Punkte)
- 6.3. Lini semen Mikro-Eigenschaften (2 Punkte)

Termin: 28.06.2018

1. -3Kriterien aufzählen für traditionelle Arzneimittel
2. -Altheae radix Gehaltsbestimmung
3. -Rechnung: Tagesdosis 4-8g Präparat A 2x1 Dragees mit 300mg DEV 4-9:1. Präparat B 1x1 Tablette mit 580mg DEV 5-9:1 (erreichen Präparate die empfohlenen Tagesdosis? Extraktionsgehalt berechnen)
4. -GS-Ms (Apparaturaufbau, mobile+ stationäre Phase, für welchen Analyt geeignet, Ionisations Möglichkeiten)
5. -4 Peaks zu Substanzen auf RP Säule zuordnen (Rhamnetin-3-O-galactosid, -3-O-tetraglucosid, -3-O-triglucosid, -3-O-diglucosid)
6. Identitätsnachweis+ auf was beruht es für Iridoiddrogen und Cumarindrogen
7. Wie werden in Verunreinigung Salix cortex durch Frangula cortex nachgewiesen, auf was beruht Nachweis?
8. Rosmarinsäure (Gerbstoff) Gehaltsbestimmung + auf was beruht Nachweis?
9. Gehaltsbestimmung Flavonoide von Passiflora herba, wieso nicht mit Müller-Christ Methode?
10. sklerenchym Zellen nennen (?)
11. Makroskopische Bestimmung von Birkenblatt (Drogenname, lat Name, Verwendung, Inhaltstoffe)
12. -makro: Senna Blätter (Drogenname, lat Name, Verwendung, Inhalstoffe) + Mikro benennen

Termin: 16.11.2017

1. Gehaltsbestimmung und Inhaltsstoffe von Plantaginis ovatae seminis tegumentum nennen
2. DEV von 2 Zubereitungen berechnen und wieviel man jeweils von den Drogen einsetzen muss um 1t Extrakt inkl. 20% Hilfsstoff zu erhalten
3. GC/MS schematisch aufzeichnen, und wie erfolgt die Ionisation
4. Antchrachinon: 2 Pflanzen nennen die es behinhalten
5. Beschreibung der Extraktion der Flavonoide
6. Sprühreagenzien von Cumarinen, Herzglykosiden und Alakoiden nennen
7. Bestimmung von Alkaloiden aus Atropa Belladonna. Vorgang beschreiben

Termin: 23.03.2017

1. Umfang der Probennahme für eine repräsentative Bulkprobe: A)wenn man 2 Behältnisse hat ; B)15 Behältnisse
2. DEV-Berechnung
3. Chromatographie- RP-18; angegeben waren Flavonmono- und diglucosid. Welches kommt früher?
4. Die mobile Phase besteht aus Acetonitril und Wasser. Welches LM soll verringert werden,damit die Retentionszeiten verländert werden? Was ist EI?
5. Opiate: Eine Nachweismethode (nach Immunotest)
6. Wie unterscheidet man Hypscyamus/Belladonna/Stramonium?(eine Methode)

Termin: 26.01.2017

1. Mikrobiologische Qualität von pflanzlichen Arzneimitteln: Nennen Sie die 3 Gruppen! Bei welcher muss man am genauesten prüfen?
2. DEV -Berechnung
3. Erklären Sie die Feuchtebestimmung?
4. 5 Substanzen laufen durch eine UHPLC mit RP-18 Säule – Man musste von 1-5 reihen welcher Zucker (...mono Glykosid, Glykosid, -tri,..) am zurückgehalten wird bzw. am längsten läuft
5. Bestimmung von Opium inkl. Quantitative Vorbereitung mittels Extrelut
6. Was ist LC-ESI?
7. Sprühreagenzien von Cardenoliden, Flavonoiden, Alkaloiden (allg. Name+ chem. Bezeichnung) Unterfrage: Welche Struktur wird bei den Cardenoliden ermittelt?
8. 5 Substanzen zum Ankreuzen ob man sie mittels DAD analysieren kann (Morphin, Glucose, n-Hexan, und noch 2)
9. Ein Nachweis auf 2 Verunreinigungen

Termin: 17.05.2016

1. Aflatoxin und Ochratoxin
2. Präparative Methoden zur Isolierung von Pflanzen
3. Quantitative Unterscheidung bzgl. mikrobieller Reinheit
4. Berechnung von Spissumextrakt
5. Hämolytischer Index

Termin: 26.03.2015

1. Validierung: 3 Kriterien, Welche Regelwerke gibt es dafür?
DEV-Berechnung Hippocastani semen, Aescin
2. Photoarray Detektor: Welche Informationen erhält man? Mit welchen chromatographischen Methoden wird er gekoppelt? Nachweis von Rutin möglich? Ja/nein zum Ankreuzen
Reversed Phase Festphasenextraktion beschreiben. Hydrophile Verunreinigung, lipophile Analyten-
Welche Lösungsmittel?
3. Äther. Öle/Lauchöle: Gesamtbestimmung von äther. Öl in Thymian
Estragolbestimmung in Fenchelöl
Gehaltsbestimmung von Allicin in Knoblauchpulver
4. Cardenolidbestimmung+ Welches Strukturelement?
Pflanze nennen, die Flavonolglykoside enthält + Gehaltsbestimmung

Termin: 06.11.2014

1. Qualitätsprüfung
Wertebestimmung von Althea radix. Welche Bestimmung; 2 Identitätsprüfungen und Inhaltsstoffe nennen.
DEV-Beispiel: Harpagophytum procumbens Tabletten Extraktgehalt 480 mg; mittlere Tagesdosis 4,5 g bei 6 Tabletten. Präparat A DEV 1,5:1; Präparat B DEV 2,5:1 – Entspricht die TD?
2. Trennmethode
Estragol – Bestandteil von ätherischem Fenchelöl; Bestimmung per GC – Vorgehensweise und Detektion instrumentell (welche)?
Elutionsreihe auf RP-Platten mit Quercetin-Rhamnosid; Quercetin-2O-diglucosid und Quercetin-3O-triglucosid
Welche Art der Ionisierung wird meist bei GC verwendet?
3. Alkaloide
2 Drogen nennen, deren Blätter verwendet werden
Spurenanalyse (Quanti); der Capsaicinoide von Cayennepfeffer? Sprühreagenzien und Stammpflanzen nennen.
4. Flavonoide, Herzglycoside, Anthrachinone
5. Sprühreagenzien die beim DC-Fingerprint verwendet werden können
a) Flavonoiden b) Cardenolide und c) Anthrachinone.
Strukturelemente die bei
a) Flavonoiden b) Herzglycosiden c) Anthrachinonen angezeigt werden
Je charakteristische Pflanzendrogen waren noch zu nennen (pro Inhaltsstoff)

Termin: 04.07.2014

1. 2 Identitätsprüfungen nennen und beschreiben
2. Wertebestimmung radix genentianae
3. DEV: Extraktgehalt von 2 Chargen war gegen, jeweiliges DEV berechnen und sagen von welcher Charge man mehr für die gleiche Menge Extrakt bräuchte
4. Man hat einen lipophilen, thermolabilen Stoff vorliegen, wie kann man ihn extrahieren plus Beschreibung
5. MS: Was bedeutet ESI und APCI; womit kann ESI gekoppelt werden, vor und Nachteile zur PDA
6. DC Fingerprint durchführung von äth. Ölen, Cumarinen und Flavonoiden; welche Sprühreagenzien braucht man und ist es spezifisch; welche Struktur reagiert bei den Cumarinen;
7. Quantitative Bestimmung von aetherischen Ölen
8. Gewinnung von Rohopium; von welcher Pflanze plus Familie, welche Inhaltsstoffe und wie nachgewiesen
9. Cayennepfeffer: von welcher Pflanze plus Familie hergestellt. Inhaltsstoffe?

Termin: 27.05.2014

1. DEV gegeben, Extraktgehalt berechnen, worauf deutet das hohe DEV hin
Empfehlung Tagesdosis 4-6g Droge, gegeben sind DEV, Extraktgehalt pro Tablette, man muss berechnen ob die geforderte TD erreicht wird
Welche Parameter können die qualitative Zusammensetzung von einem Extrakt beeinflussen
2. Trennmethode
DC Fingerprintanalyse kurz beschreiben, von der Extraktion bis zur Identifizierung
3 Substanzen zuordnen auf Kieselgel (polar): Quercetin, Quercetin-3-O-Glucosid, Quercetin-3-O-Glucuronid
Welche Informationen erhält man mit einem Photodiodenarray Detektor bzw. mit einem MS-Detektor?
3. Herzglykoside
Analyse einer unbekannt Droge, wie kann der spezifische Nachweis auf die Herzglykoside gebracht werden
ELISA: was bedeutet die Abkürzung, kurze Beschreibung vom Prinzip
4. Sprühreagentien die beim DC-Fingerprint verwendet werden können
a) Flavonoide, b) Cumarine und c) Alkaloide
Strukturelemente die bei a) Cumarinen bzw. b) Herzglykosiden angezeigt werden

Termin: 18.12.2013

1. Bestimmung von Gentianae radix ohne die Einzelsubstanzen zu analysieren, welche Wirkstoffe, warum Einzelbestimmung nicht sinnvoll?
2. Rechnung: empfohlene Tagesdosis von Hyperici Herba: 4-6g Droge, Zubereitungen entsprechend.
Präparat A: 1x tägl. 1 Tablette, diese enthält 900mg Trockenextrakt, DEV 4:1
Präparat B: 2x tägl. 1 Tablette, 350mg Trockenextrakt pro Tablette, DEV 2,5:1
Wird bei Präparat A die Tagesdosis erreicht? O ja O nein
Wird bei Präparat B die Tagesdosis erreicht? O ja O nein
3. Gaschromatografie
a) Den schematischen Aufbau der GC-MS-Apparatur beschreiben
b) Bestimmung von äther. Öl mittels GC
c) welche stationäre Phasen werden bei der GC-Analytik von äther. Ölen verwendet? Welche mobile Phasen?
4. nach R_f-Werten ordnen (beginnend mit dem niedrigsten R_f-Wert): Dünnschichtchromatografie auf Kieselgel von Tetrahydroxyflavon, Flavon, Dihydroxyflavon
5. Alkaloide
a) Gehaltsbestimmung von Opium
b) mit welchen Farbreaktionen können Morphinderivate und Tropanalkaloide nachgewiesen werden? Geben Sie jeweils ein Drogen-Beispiel an!
6. Cumarine, Flavonoide, Saponine
a) Sprühreagenzien
b) Markieren sie den Teil im Flavonol-Molekül, der zur Komplexbildung mit Aluminiumionen befähigt ist!

Termin: 04. 10. 2012

1. Qualitätsprüfung:
a. Validierung: DC-Methode zur Identifizierung von Arnicae flos; welches Validierungskriterium?
Wo kann man Validierungsverfahren nachlesen?

- b. DEV: Tagesdosis: 4-6 g, 1 Tablette = 285 mg Extrakt; DEV = 20 – 15:1; mit einer Einzeldosis Tagesdosis erreicht? Extraktgehalt?
- 2. Trennmethode
 - a. Isolierung der Saponine aus Hippocastani semen – Durchführung (mit Extraktionsmittel, chromatographische und andere Trennverfahren...)? Wie heißt das isolierte Saponingemisch?
 - b. Welche Strukturaufklärung kann man aus LC-MS-Analyse und LC-PDA-Analyse feststellen?
- 3. Flavonoide
 - a. Gesamtbestimmung von O- und C-Glykosiden beschreiben
 - b. In welcher Droge sind sowohl Flavonoid-O- und -C-Glykoside enthalten?
- 4. Cumarine, Cardenolide, Alkaloide
 - a. Sprühreagenzien?
 - b. Welche Strukturelemente aus Cumarinen und Cardenoliden?
 - c. Mit welchem Sprühreagenz kann man Tropanalkaloide in Solanaceendrogen nachweisen? Was passiert dabei?

Termin vom 24.04.2012

1. Ankreuzen welche Methoden der Identifizierung von Pflanzen dienen
2. 2 Präparate werden gegeben mit jeweiligem Extraktgehalt/Tablette in mg. über gegebenen DEV musste berechnet werden ob mit einmaliger Einnahme die Tagesdosis erreicht wird
3. Gerbstoffe: Drogen nennen, qualitative und quantitative Bestimmung
4. Sprühreagenzien und Strukturen Cumarinen und Cardenoliden, nur Reagenzien von Alkaloiden
5. DC Fingerprint erklären
 - 3 chromatographische Parameter nennen, welche zur Reproduzierung von DC beitragen
 - Flavon, DiFlavon und Tetraflavon werden mit unpolarem Lösungsmittel in RP18 Säule getrennt. was kommt am schnellsten was am langsamsten aus Säule raus?
 - 2 geeignete Detektoren nennen und kurz beschreiben

1. Qualitätsprüfung von Drogen und pflanzlichen Zubereitungen / 2. Einsendung :-)

1. Welche der folgenden Methoden können zur Identifizierung von Drogen eingesetzt werden (bitte die geeigneten Methoden ankreuzen)?

- Dünnschichtchromatographie
- Mikroskopische Drogenanalyse
- Aschebestimmung
- Supercritical Fluid Extraction
- Ultrafiltration
- LC-ESI-MS-Analyse

2. DEV: Die empfohlene mittlere Tagesdosis für Urticae radix (Brennnesselwurzel) beträgt lt. Kommission E in der Anwendung bei Miktionsbeschwerden bei Prostataadenom 4-6 g Droge, Zubereitungen entsprechend. Zwei Phytopharmaka enthalten nun pro Einzeldosis folgende Extraktmengen mit entsprechendem DEV:

- a.) Bazono uno, 459mg Extrakt/Filmtablette, DEV 7,1 – 14,3:1, AZM (Auszugsmittel) Methanol 20%
- b.) Prostaforon uno, 285mg Extrakt/Filmtablette, DEV 15 – 20:1, AZM Ethanol 80%

Berechnen Sie bitte für beide Präparate, ob mit einer Einzeldosis die empfohlene Tagesdosis an Droge erreicht wird, für die Berechnung soll jeweils der arithmetische Mittelwert des angegebenen DEV-Bereichs verwendet werden.

3. Wie hoch ist der Extraktgehalt des Extraktes, der in Prostaforon uno eingesetzt wird (arithm. Mittelwert des DEV zur Berechnung verwenden)?

2. Trennmethode

- 2.1 Beschreiben sie bitte mit wenigen Worten die Durchführung einer DC-Fingerprintanalyse zur Identifizierung einer unbekanntenen Droge von der Extraktion bis zum Ablesen des Ergebnisses.

- 2.1.1 Nennen Sie bitte 3 chromatographische Parameter, die bei der DC einzuhalten sind, um zu reproduzierbaren Ergebnissen zu kommen.

- 2.1.2 Welche Elutionsreihenfolge (beginnend bei der am schnellsten eluierten Substanz) ist auf einer Reversed-Phase-HPLC Säule für die folgenden Flavonoidglykone zu erwarten (Mobile Phase: Acetonitril-Wasser 7:3, v/v): Substanz 1 = 3,3',4',5-Tetrahydroxyflavon; Substanz 2 = Flavon; Substanz 3 = 3,4'-Dihydroxyflavon?

2.1.3 Mit welchen HPLC-Detektoren können diese Substanzen sichtbar gemacht werden (nennen Sie bitte zumindest 2 Detektoren), beschreiben Sie kurz ihre Funktionsweise.

3. Gerbstoffdrogen

Eine unbekannte Probe soll auf das Vorhandensein von Gerbstoffen geprüft werden.

3.1 Nennen Sie bitte zumindest 3 Gerbstoffdrogen.

3.2 Wie können Sie den qualitativen Nachweis auf Gerbstoffe durchführen?

3.3 Wie können Gerbstoffe in Drogen quantifiziert werden? Beschreiben Sie bitte die Durchführung der Bestimmung.

4. Cumarine, Cardenolide, Alkaloide

4.1 Welche Sprühreagenzien können bei der DC-Fingerprintanalyse einer Droge zur Prüfung auf a) Cumarine, b) Cardenolide, c) Alkaloide verwendet werden?

4.2 Welche Strukturelemente werden bei den Nachweisreaktionen auf Cardenolide (1) bzw. Cumarine (2) angezeigt?

Termin: 24. 1. 2012

1. Psyllii semen

- Gesamtbestimmung?
- warum ist eine Einzelbestimmung nicht sinnvoll?
- 2. DEV: vorgeschrieben sind 4,5g; Extrakt in Tablette 400mg; DEV 2,5:1; wie viele Tabletten müssen mindestens eingenommen werden?

3. Festphasenextraktion als Vorbereitung auf RP-HPLC:

- Festphasenextraktion erklären
- lipophiler Analyt und hydrophile Verunreinigungen, was kommt zuerst?
- welche Lösungsmittel werden dafür verwendet?

4. LC-MS:

- Ionisation mit ESI erklären
- Strukturaufklärung mit MS?
- was wird mit MS nicht erkannt?

5. Gerbstoffe:

- mindestens 3 Drogen aufzählen
- quantitativer Nachweis & Erklärung der Durchführung
- qualitativer Nachweis

6. Cardenolide, Cumarine und Alkaloide:

- welche Reagenzien für Fingerprintanalyse (DC)?
- Strukturelemente der Cardenolide und Cumarine?
- Quantifizierung von Cinchonae cortex?

Termin: Dezember 2011

1. Qualitätsprüfung von Drogen und pflanzlichen Zubereitungen

1.1 Eibischblätter sollen auf ihre Qualität geprüft werden. Welche Prüfungen können

- zur Identitätsprüfung,
- zur Quantifizierung der wertbestimmenden Inhaltsstoffe eingesetzt werden?

1.2 Die empfohlene mittlere Tagesdosis für Harpagophyti radix (Teufelskrallenwurzel) beträgt lt.

Komm. E bei der Anwendung als Analgetikum/Antirheumatikum 4,5g Droge, Zubereitungen entsprechend.

Ein Präparat (Doloteffin Filmtbl.) enthält pro Tabl. 400mg Extrakt mit einem DEV von 1,5:1 bis 2,5:1. Die TD beträgt 6 Tbl.

Wie hoch ist die Dosierung – berechnet als Droge – im Fall eines DEV von (A) 1,5:1 und (B) 2,5:1?

Wird die TD im Vergleich zur Empfehlung der Komm. E erreicht?

2. Trennmethode

2.1 Beschreiben Sie bitte mit wenigen Worten die Durchführung einer DC-Fingerprintanalyse zur Identifizierung einer unbekanntenen Droge von der Extraktion bis zum Ablesen des Ergebnisses.

2.2 Beschreiben Sie bitte kurz das Prinzip einer LC-ESI-MS-Analyse. Wie erfolgt die Ionisierung der Analytmoleküle bei der ESI (ESI = ?)? Welche Informationen zur Strukturaufklärung von Substanzen kann man mittels LC-ESI-MS-Analyse erhalten?

3. Anthranoiddrogen

Ergänzungen und neue Fragen an: graz.download@pharmapoint.at

3.1 Eine unbekannte Probe soll auf das Vorhandensein von Anthrachinonen geprüft werden. Wie können Sie den spezifischen Nw. auf Anthrachinone führen?

3.2 Die unbekannte Probe stellt sich bei mikroskopischer U. als gepulverte Sennesblätter heraus. Welche Anthranoide sind darin enthalten? Wie könnte eine Gehaltsbestimmung dieser Anthranoide durchgeführt werden?

4. Flavonoide, Cardenolide, Alkaloide

4.1 Welche Sprühreagenzien können bei der DC-Fingerprintanalyse einer Droge zur Prüfung auf a) Flavonoide, b) Cardenolide, c) Alkaloide verwendet werden?

4.2 Welche Strukturelemente werden bei den Nw-Reaktionen auf Cardenolide (1) bzw. Flavonoide (2) angezeigt?

Termin: Juli 2011

1. Gentianae radix: Wie kann man den Gehalt bestimmen ohne die Einzelsubstanzen zu analysieren? Welche Methode zur Bestimmung? Durchführung? Warum keine Quantifizierung von Einzelsubstanzen bei gen. radix möglich?

2. DEV – Nachweis stark basischer Alkaloide

3. Trennmethode: GC MS zur Bestimmung von äth. Ölen. Schematischer Aufbau? Stat. u mobile Phasen? Wie Teilchen ionisieren und wie heißt der Teil im MS der Ionen erzeugt?

4. Elutionsreihe: Apigenin, -mono und diglykosid. Was rennt in H₂O und noch was? Laufmittel (aber mit höherem H₂O Anteil), am weitesten bzw. am kürzesten?

5. Alkaloide: Wann als freie Base und wann als Salz isolierbar? Farbreaktionen von Morphin und Tropanalkaloid?

6. Sapo Cumarine Flav.: Sprühreagenzien? Welche Strukturelemente? Andere sek. Pflanzenstoffe, die stören könnten?

Termin Mai 2011

1. DEV::: bissl anders als die ganzen Beispiele, aber wennst du verstehst, dann geht das Bsp. auch ... war nicht so schwer

2. Die Tabelle „Validierung für welchen Zweck“ ... da war eine Frage drin und den Begriff hat man da auch erklären müssen zB was ist die Präzision? Wofür dient sie?

3. Gaschromatographie war zu zeichnen und die üblichen Prüfungsfragen dazu

4. O/C – Glycosidbestimmung (Prüfungsfrage)

5. Isolierungsmethode: Saponine ... war eine neue Frage (vorletztes Kapitel)

6. Sprühreagenzien zu fast jeder Gruppe (mind. 2 od. 3 ...)

Termin: 07.12.2010

1. Möglichkeiten zur Identifizierung von Drogen, mind. 2 Methoden beschreiben.
- DEV ausrechnen, EG in % angeben (2 Bsp.)

2. LC Analyse

- Bedeutung von ESI-MC und APCI-MC

- Mit welcher Methode kann ESI gekoppelt werden

- Vorteile von Massenspektrometrie im Vergleich mit HPLC o. GC (ich bin nicht sicher)

- Festphasenextraktion und Zweck

- Methoden zur Extraktion von hydrolysierbaren Drogen

3. Nachweis von Flavonoiden, Alkaloiden und Cardenoliden mittels DC

- Welche Sprühreagenzien

- Welche Wirkstoffe werden mit diesen Reagenzien detektiert

4. Ätherische Öle

- Quantitative Bestimmung

- Zwei Methoden zur Identifizierung von äth. Ölen

- Nachweis von einzelnen Komponenten in äth. Ölen (2 Methoden)

Termin: 20.01.2010

1. a) Erklären Sie folgende Begriffe: Extraktgehalt, pharmazeutische Qualität, Phytopharmaka!
b) Welche Methoden dienen zur Identitätsprüfung? Kreuzen Sie an!
Gehaltsbestimmung, makroskopisch, Flash-Chromatografie, HPLC, DC
2. a) Quantitativer Nachweis für Saponine? Nennen einer Saponindroge!
b) 2 Sprühreagenzien fuer Saponine
c) Erklären von SPE und für welche Zwecke eingesetzt?
3. a) C- und O- Glykosidgesamtbestimmung von Flavonoiden? Nennen einer Droge!
b) Auf Abwesenheit von Rutin in Arnicae flos prüfen - wäre sonst ein Hinweis auf Verfälschung mit Calendulae flos! Welche Methode wenden Sie an! 2 Sprühreagenzien!
c) Wie kann man dies in der Apotheke prüfen?
4. a) Mit welcher Methode kann man Gentianae radix prüfen ohne Einzelsubstanzen zu bestimmen?
b) Welche Wirkstoffe von Gentianae radix?

Termin: 07.07.2009

1. Zwei Möglichkeiten zur Identifizierung von Drogen nennen und beschreiben
Eine Wurzeldroge enthält viele anorganische Verunreinigungen (z.B. Sand), wie kann der Gehalt dieser Verunreinigungen bestimmt werden? Beschreiben der Durchführung
2. DEV-Berechnungen:

DEV von 40:1
Extraktgehalt berechnen, worauf deutet das hohe DEV hin?

Extraktgehalt 12,5%
DEV berechnen

Eine Tablette enthält 500mg Trockenextrakt, der Trockenextrakt enthält Hilfsstoffe (gravimetrischer Anteil 25%). Das DEV mit Hilfsstoffen im Trockenextrakt ist 10:1,
Berechnung des DEV nativ
3. Leinsamenöl mit GC bestimmen: Durchführung, warum und wie derivatisiert man die Fettsäuren; apparativer Aufbau der GC, welche Detektoren werden verwendet?
4. Mind. zwei Sprühreagenzien für Flavonoide nennen Crataegus enthält Flavonoide und Procyanidine. Wie kann der Gesamtgehalt der Flavonoide bestimmt werden? Stören Procyanidine die Bestimmung der Flavonoide?
5. Wie können Alkaloide allgemein qualitativ bestimmt werden
Wie können Alkaloide in Solanaceendrogen quantitativ bestimmt werden, einige arzneilich verwendete Solanaceenblätter aufzählen.

Termin: 21.01.2009

1. Psylli Samen: Welche Bestimmung möglich ohne Einzelsubstanzen, dessen Durchführung, welche Wirkstoffe befinden sich in Psylli Samen?
2. Berechnungen Drogen/Extrakt-Verhältnis
3. Trans-Anethol: GC-Bestimmung - Durchführung, welche Detektoren?
4. Angegeben: Octan, Tetradecan, Octadecan in GC mit unpolarer stationärer Phase, mobile Phase ist Helium: nach Retentionszeiten ordnen
5. 1,8-Di-OH-Anthranoide: Einzelbestimmung beschreiben, in welcher Referenzliteratur kann nachgeschlagen werden?
6. Ätherische Öle: Einzelbestimmung beschreiben
7. Flavonoide: Gesamtbestimmung, z.B. bei Birkenblättern + 3 Sprühreagenzien
Ergänzungen und neue Fragen an: graz.download@pharmapoint.at

Termin: 22.01.2008

1. Bestimmung von *Athae radix*,
2. Welche Bestimmung? Welche Wirkstoffe? Wie wird es bestimmt?
3. 2100g Droge liefern Charge1 15g Extrakt bzw. Charge2 12,5g Extrakt, berechne DEV? Wieviel Droge braucht man um bei Charge1 1050kg Extrakt herzustellen.
4. Braucht man von Charge1 mehr oder weniger Droge um gleiche Menge Extrakt herzustellen?

1. GC
2. Wofür steht GC
3. Wie wird ätherisches Öl mit GC bestimmt?
4. Welche Detektoren? Skizze von GC-Apparatur? Welche Mobile und stationäre Phase?
5. Elutionsreieche bestimmen

1. Flavonoidbestimmung?
2. 3 Sprühreagentien beim DC
3. Quantifizierung von Flavonoiden von *Butale Folium*
4. Bestimmung von Anthochyanidine?

1. Anthranoiden
2. Quantitative Bestimmung von Anthranoiden in XYZ?
3. Quantitative Bestimmung von 1,8 Di-OH-Anthronderivate in *Sennae folium*?