

## BEITRAG ZUR REPRODUZIERBARKEIT DC-COLORIMETRISCHER BESTIMMUNGSMETHODEN

DIETER HEUSSER

*Kontroll-Laboratorium der Firma E. Merck AG, Darmstadt (Deutschland)*

---

### SUMMARY

#### *The reproducibility of TLC-colorimetric determination methods*

The principle of TLC-colorimetric determination methods is explained and their reproducibility demonstrated by the relative standard deviations of several procedures.

---

Die Bestimmungsverfahren nach chromatographischer Isolierung gewinnen stetig an Bedeutung, da in zunehmendem Masse die Forderung nach spezifischen Bestimmungsmethoden erhoben wird. Das gilt insbesondere für die Stabilitätsprüfungen pharmazeutischer Spezialitäten. Auf diese Weise wird weitgehend ausgeschlossen, dass Zersetzungsprodukte miterfasst werden. Auch für die Wirkstoffbestimmung von Drogen und Extrakten erwiesen sich diese Verfahren als ideal.

Ist die U.V.-Absorption einer Substanz zu gering oder liegt das Absorptionsmaximum zu sehr im kurzwelligen U.V.-Bereich—z.B. unter  $250\text{ m}\mu$ , was eine zu grosse Störanfälligkeit der spektrophotometrischen Bestimmung bedingt—wenden wir, wenn möglich, dc-colorimetrische Bestimmungsverfahren an. Wir haben diese Bezeichnung gewählt, da die dünnschichtchromatographisch isolierte Substanz colorimetrisch bestimmt wird. In der Regel wird die markierte Substanzzone von der Platte geschabt und direkt mit einem geeigneten Reagenz versetzt, also ohne zuvor eine Extraktion vorzunehmen. Nach Abzentrifugieren des Kieselgels wird die Lösung colorimetriert. Die Auswertung erfolgt gegen mitchromatographierte Standards.

Häufig wird die Exaktheit der DC-Colorimetrie angezweifelt, da vor allem das Abschaben der Kieselgelzone von der Platte als ungewöhnlich und mit grossen Fehlern behaftet erscheint. Wir konnten aber immer wieder mit Befriedigung feststellen, wie leicht es gelang, bei praktischen Demonstrationen diese Vorurteile zu beseitigen. Verblüffung erregte meist die gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse.

Wir berichteten verschiedentlich über Verfahren dieser Art, die heute in unseren Laboratorien zu den Standardmethoden gehören.

In Tabelle I sind die rel. Standardabweichungen einiger Bestimmungsverfahren zusammengestellt. Um allein den Fehler der dc-colorimetrischen Methode zu erfassen, gingen wir jeweils von einem Extrakt aus, mit dem wir ca. 15 Bestimmungen durchführten.

TABELLE I

DIE RELATIVEN STANDARDABWEICHUNGEN EINIGER DC-COLORIMETRISCHER VERFAHREN

<i>Bestimmung von</i>	<i>Reagenz</i>	<i>Literatur</i>	<i>Gehalt</i>	<i>Relative Standardabweichung</i>
Digitoxin in Digitalisblättern	Xanthydrol	1	0.1 % Digitoxin	± 3.6 %
Morphin in Opiumpulver	NaNO <sub>2</sub> + HCl	2	13 % Morphin	± 1.2 %
Capsaicin in Spanischpfefferextrakt	Folin-Denis (Phosphormolybdän- Phosphorwolframsäure)	3	1 % Capsaicin	± 2.9 %
Mestranol in Aconcen	Schwefelsäure + TiCl <sub>3</sub>	4	100 µg Mestranol/ Tablette	± 4.2 %
Prednisolon in Decortin H-Tabletten	Isonicotinsäure- hydrazid	5	5 mg Prednisolon/ Tablette	± 2.0 %

Die Ergebnisse zeigen, dass diese Verfahren mit einem max. Fehler von 5 % behaftet sind, eine Abweichung, die bei Wirkstoffbestimmungen von Drogen und Gehaltsbestimmungen pharm. Spezialitäten als völlig ausreichend angesehen werden kann.

## ZUSAMMENFASSUNG

Das Prinzip dünnschichtchromatographisch-colorimetrischer Bestimmungsmethoden wird erläutert und ihre gute Reproduzierbarkeit anhand der relativen Standardabweichungen einiger Verfahren belegt.

## LITERATUR

- 1 D. HEUSSER, *Deut. Apotheker-Ztg.*, 105 (1965) 1101.
- 2 D. HEUSSER UND E. JACKWERTH, *Deut. Apotheker-Ztg.*, 105 (1965) 107.
- 3 D. HEUSSER, *Planta Med.*, 12 (1964) 237.
- 4 D. HEUSSER, *Deut. Apotheker-Ztg.*, 106 (1966) 411.
- 5 D. HEUSSER, unveröffentl.

*J. Chromatog.*, 33 (1968) 400-401