

Ergebnisprotokoll Versuch 8

Anthrachinone: Charakterisierung und Quantifizierung

1. Stichworte

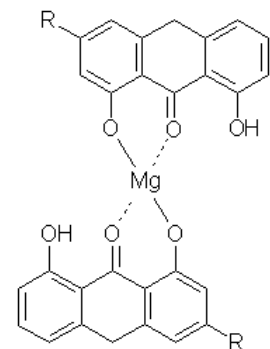
- Anthrachinone (*Stammpflanzen, Biosynthese, Pharmakologische Eigenschaften*)
- Methoden (*Dünnschichtchromatographie von Anthrachinonen, Detektion, UV-Absorption*)

2. Einleitung

Anhand von Dünnschichtchromatogrammen soll eine unbekannte Sennesdroge identifiziert werden. Der Gehalt an Anthrachinonen – sowohl Aglyka, als auch Glykoside – soll gemäß der Monographie Sennesblätter der Pharm. Eur. 1997 ermittelt werden.

3. Versuchsdurchführung

Der zur Gehaltsbestimmung genutzte Extrakt wird zunächst durch Kochen mit Wasser gewonnen. Hierbei gehen sowohl die Glykoside, als auch die Aglyka, die durch Extraktion mit Chloroform entfernt werden, in Lösung. Anschließend spaltet man die Dianthrone oxidativ mit FeCl_3 und hydrolysiert im Sauren die O-Glykoside. Extraktion mit Ether liefert die freigesetzten Aglyka, die entweder mit methanolischer KOH oder als Chelatkomplex mit $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ UV-photometrisch vermessen werden. Die Dünnschichtchromatogramme werden zunächst mit Hilfe der Bornträgerreaktion ausgewertet. Um eine genaue Identifikation der Sennesdroge zu ermöglichen wird zusätzlich mit Gibbs-Reagenz besprüht, das unterschiedlich gefärbte Kondensationsprodukte mit den einzelnen Anthrone-derivaten liefert.

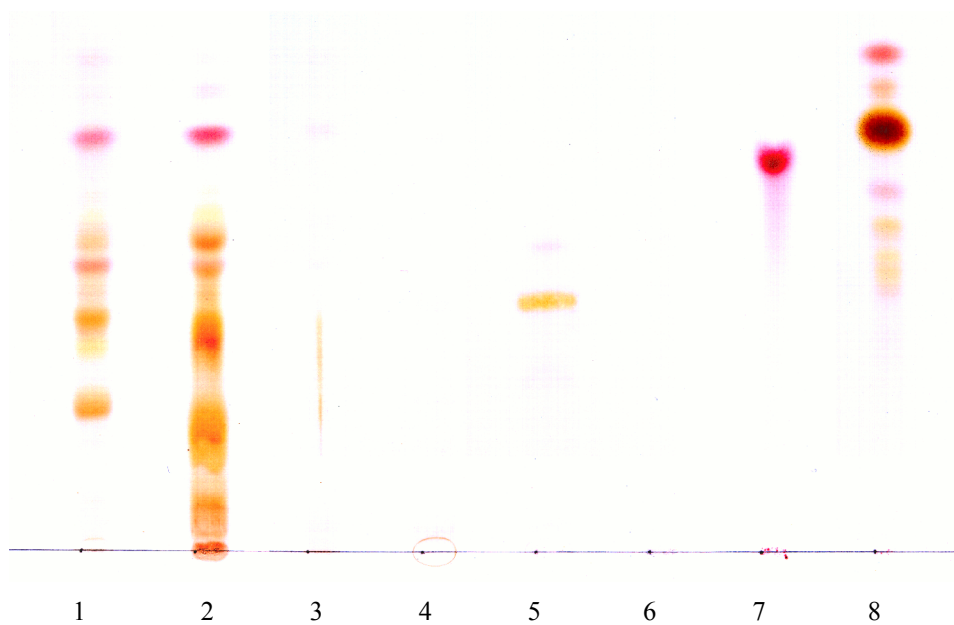


4. Messdaten

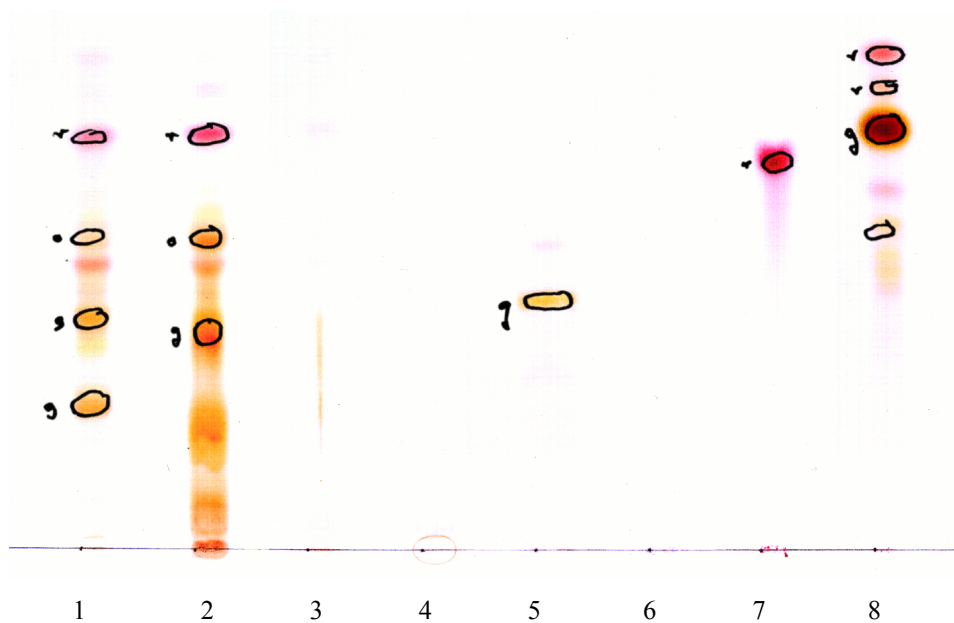
	Absorption zum Zeitpunkt							
	0 min.	5 min.	10 min.	15 min.	20 min.	25 min.	40 min.	66 h
Aglyka	0,384	0,387	0,390	0,394	0,401	0,404	0,415	0,421
Chelatkomplex	0,070	0,073	0,082	0,102	0,099	0,098	0,101	0,220
Phenolatanion	0,166	0,166	0,168	0,167	0,167	0,168	0,170	0,136

5. Auswertung der Dünnschichtchromatogramme

Dünnschichtchromatogramm nach Besprühen mit MeOH/KOH



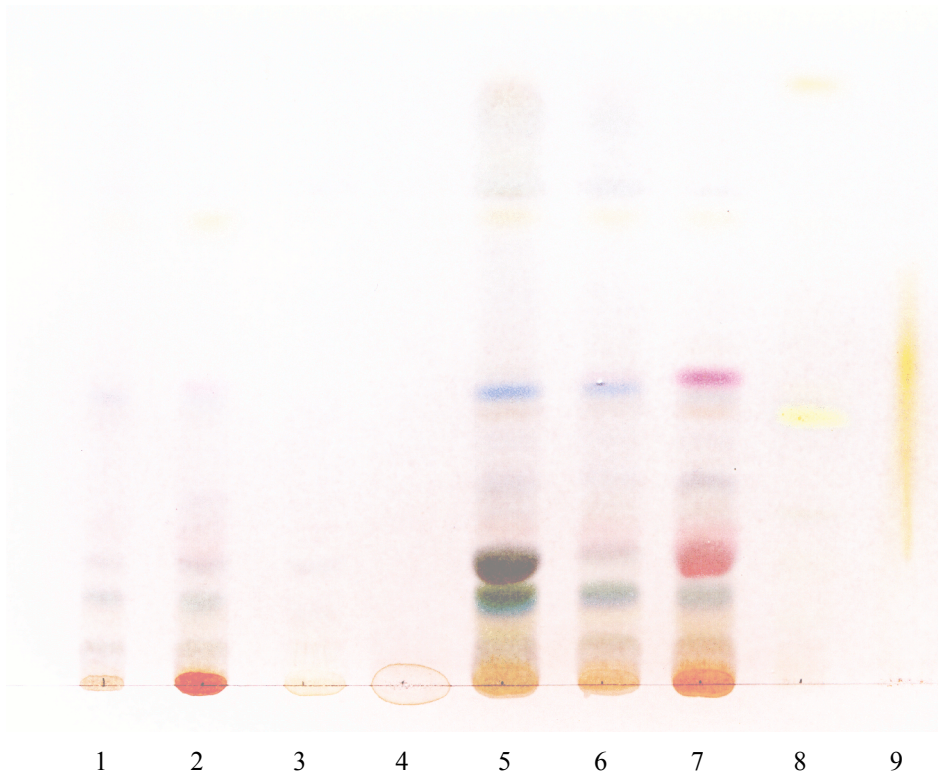
Dünnschichtchromatogramm mit Folienzeichnung direkt nach Besprühen



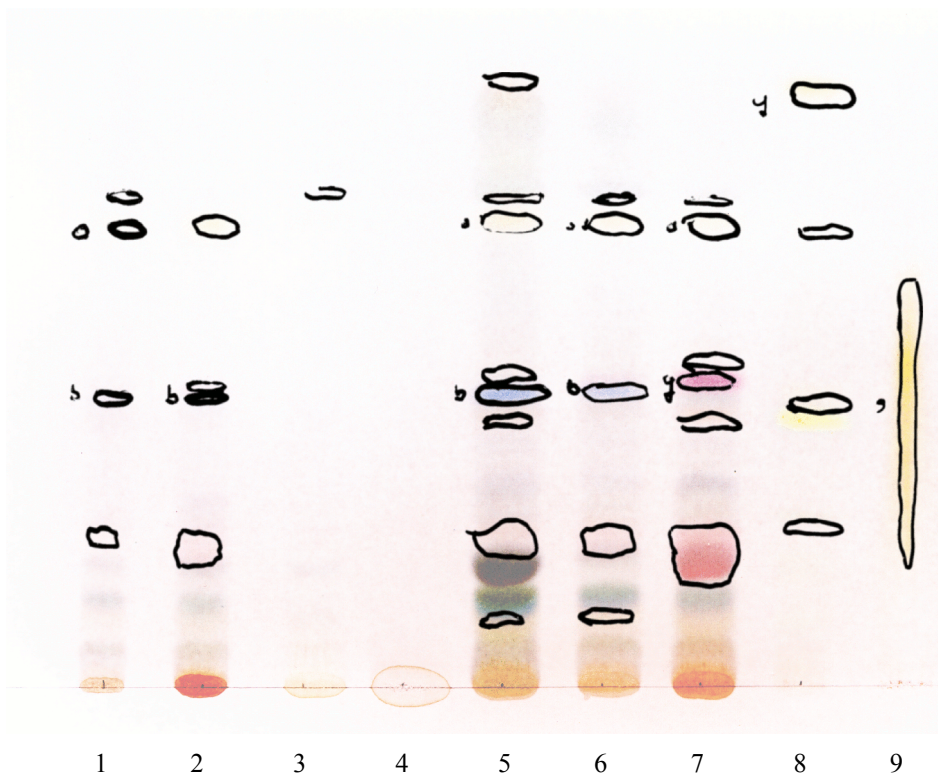
- | | | | |
|---|------------------------|---|------------|
| 1 | Unbekannte Sennesdroge | 5 | Sennosid A |
| 2 | Liquidepin® | 6 | Sennosid B |
| 3 | Neda® | 7 | Rhein |
| 4 | Liquedipur® | 8 | Aloin |

R _f -Werte						
Unbekannte Sennesdroge	0,25	0,40	0,55	0,73		
Liquidepin®		0,38	0,55	0,72		
Sennosid A		0,44				
Rhein				0,68		
Aloin			0,56	0,73	0,81	0,87

Dünnschichtchromatogramm nach Besprühen mit Gibbs-Reagenz



Dünnschichtchromatogramm mit Folienzeichnung vor Besprühen mit Gibbs-Reagenz



- | | | | | | |
|---|------------------------|---|----------------------|---|-------|
| 1 | Unbekannte Sennesdroge | 5 | Folium Angustifolia | 9 | Rhein |
| 2 | Liquidepin® | 6 | Fructus Angustifolia | | |
| 3 | Neda® | 7 | Fructus Acutifolia | | |
| 4 | Liquedipur® | 8 | Aloin | | |

R _f -Werte									
Unbekannte Sennesdroge		0,19		0,38			0,61	0,64	
Liquidepin®		0,19		0,38		0,40	0,61		
Neda®								0,65	
Folium Angustifolia	0,09	0,19	0,35	0,38		0,42	0,61	0,64	0,80
Fructus Angustifolia	0,10	0,20		0,39			0,61	0,64	
Fructus Acutifolia		0,17	0,36		0,40	0,43	0,61	0,64	
Aloin		0,21	0,36				0,60		0,78
Färbung mit Gibbs-Reagenz		grau		blau		violett	gelb		gelb

6. Quantitative Analyse der Extrakte mittels UV-Photometrie

Nach Pharm. Eur. 1997 berechnet sich der Gehalt an glykosilierten Anthronderivaten wie folgt:

$$\omega_{\text{Anthrondervate}} = \frac{A \cdot 2 \cdot 3 \cdot 10 \cdot 10}{A_{\text{spez}} \cdot m \cdot 1 \cdot 1 \cdot 2 \cdot 100} \cdot 100\% = \frac{A \cdot 3}{A_{\text{spez}} \cdot m} \cdot 100\% = \frac{A \cdot 1,25}{m} \%$$

Der Gehalt an nicht glykosilierten Anthronderivaten berechnet sich nach:

$$\omega_{\text{Aglyka}} = \frac{A \cdot 3 \cdot 10}{A_{\text{spez}} \cdot m \cdot 2 \cdot 100} \cdot 100\% = \frac{A \cdot 3}{A_{\text{spez}} \cdot m \cdot 20} \cdot 100\% = \frac{A \cdot 0,0625}{m} \%$$

	Aglyka	Anthrondervate	
	MeOH/Mg(CH ₃ COO) ₂	MeOH/KOH	MeOH/Mg(CH ₃ COO) ₂
Absorption	0,421	0,136	0,220
Gehalt	0,18%	1,13%	1,83%

7. Diskussion der Versuchsergebnisse

Den dünnstschichtchromatographischen Untersuchungen nach handelt es sich um *Sennae fructus angustifoliae*, da wir kein 6-Hydroxymusicin-8-glykosid durch violette Färbung in unserer Probe nachweisen konnten. Die Droge entspricht in ihrem Gehalt nicht den Anforderungen des Arzneibuches, da hier ein Gehalt von mindestens 2,2% Sennosid B gefordert ist. Möglicherweise ist der von uns gefundene Gehalt nicht richtig, da der Rückstand der einrotierten Etherphase schlecht in Lösung zu bringen war. Auch nach 66 Stunden hafteten Teile noch an der Wand des Spitzkolbens. Dies könnte auch den sprunghaften Anstieg der sonst eher langsam zunehmenden Absorption des Magnesium-Chelatkomplexes erklären. Die fehlende Langzeitstabilität der durch KOH erzeugten Phenolatationen zeigt sich deutlich in der Abnahme der Absorption nach 66 Stunden.

8. Quellen

- 1 Arbeitsunterlagen zum Praktikum Pharmazeutische Biologie III SS 2004
 Methoden der phytochemischen Untersuchung, Pharmazeutische Biologie
 Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn, Fassung SS 2004