

**Safran**  
**Croci stigma**  
*Flos Croci*

**Definition**

Safran besteht aus den getrockneten, meistens durch ein kurzes Griffelstück zusammengehaltenen Narben von *Crocus sativus* L.

*Gehalt*: mindestens 5,00 Prozent Gesamtcrocingehalt, bezogen auf die getrocknete Droge

**Prüfung auf Identität**

- A. Die ziegelroten Narben sind in trockenem Zustand 20 bis 40 mm, in nassem Zustand 35 bis 50 mm lang. Die auf einer Seite aufgespaltenen Röhren erweitern sich nach oben. Der obere Rand ist offen und feingezackt. Das die 3 Narben zusammenhaltende Griffelstück ist blassgelb und höchstens 5 mm lang.
- B. Die Epidermiszellen sind von gestreckter Form und weisen oft im Zentrum oft eine kurze Papille auf; in Wasser lassen sie einen gelben Farbstoff austreten. Der obere Rand der Narben besitzt fingerartige, bis 150 µm lange Papillen. Zwischen den Papillen finden sich einzelne kugelige Pollenkörner mit fein getüpfelter Exine. Die Leitbündel enthalten schmale Gefäße mit spiraligen Verdickungen.
- C. Die Droge wird pulverisiert (355) (2.9.12). Das Pulver ist ziegelrot.  
Die Prüfung erfolgt unter dem Mikroskop, wobei Chloralhydrat-Lösung *R* verwendet wird. Das Pulver zeigt folgende Merkmale: Bruchstücke der Narben mit Epidermis in Aufsicht: langgestreckte Epidermiszellen mit wallförmigen Papillen im Zentrum, sichtbar als halbkreisförmige Gebilde; selten Bruchstücke des Narbenrands mit kleineren Epidermiszellen und fingerförmigen Papillen;  
Bruchstücke der Narben im Querschnitt: Epidermiszellen mit wallförmigen Papillen. Weiters sind zu sehen: große, feingetüpfelte Pollenkörner, abgebrochene fingerförmige Papillen, spiralig verdickte Gefäße.

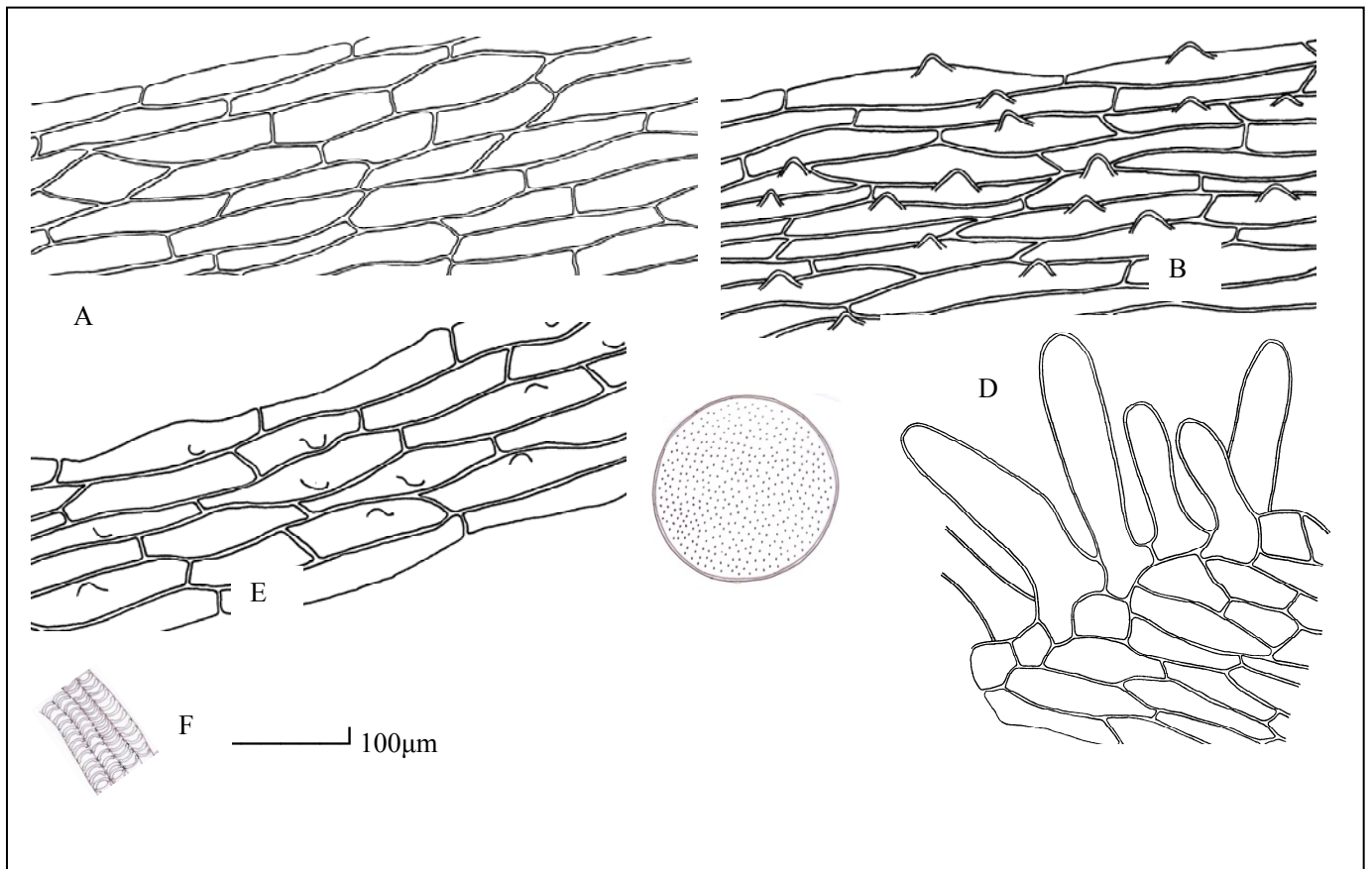


Abbildung 1:

- A: Längliche Epidermiszellen
- B: Epidermiszellen mit wallförmigen Papillen; Seitenansicht
- C: Epidermiszellen mit wallförmigen Papillen; Aufsicht
- D: Narbenrand mit fingerförmigen Papillen
- E: Getüpfeltes Pollenkorn
- F: Spiralig verdickte Gefäßbündel

#### D. Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

**Untersuchungslösung:** 10 mg Droge werden in einem kleinen Reagensglas (60 mm x 7 mm) mit Hilfe eines Glasstabes sorgfältig zerstoßen und mit einem Tropfen Wasser benetzt. Nach 2 bis 3 Minuten wird 1 ml Methanol R hinzugefügt, 20 Minuten lang unter Lichtausschluss stehen gelassen und anschließend die Lösung filtriert.

**Referenzlösung:** 5 mg Shikimisäure R werden in 5 ml Methanol R gelöst. Getrennt werden 5 mg Saccharose R in 5 ml Wasser R gelöst. Die beiden Lösungen werden vereinigt.

**Platte:** DC-Platte mit Kieselgel F<sub>254</sub> R (5-40µm) [oder DC-Platte mit Kieselgel F<sub>254</sub> R (2-10µm)]

**Fließmittel:** Ethylacetat R; Isopropanol R; Wasser R; Ameisensäure R (65/25/10/1;V/V/V/V)

**Auftragen:** 10 µl Untersuchungslösung; bandförmig (15 mm) [oder 2,5 µl; bandförmig (7,5 mm)] und 10 µl Referenzlösung; bandförmig (15mm) [oder 2,5 µl; bandförmig (7,5 mm)]

*Laufstrecke:* 10 cm [oder 7 cm]

*Trocknen:* an der Luft

*Ergebnis (bei Tageslicht):* Das Chromatogramm darf keine schwache rot gefärbte Bande mit einem Rf-Wert von 0,29 zeigen. (siehe Prüfung auf Reinheit)

*Detektion:* Die Platte wird mit Anisaldehyd-Reagenz *R* besprüht und 5-10 Minuten lang bei 105 °C erhitzt bis zur deutlichen Farbentwicklung. Die Auswertung erfolgt im Tageslicht.

*Ergebnis:* Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung und Untersuchungslösung ist aus den nachstehenden Angaben ersichtlich.

<b>Oberer Plattenrand</b>	
eine dunkelrosa Zone: Shikimisäure	eine violette Zone
	eine schwach blaue Zone
	eine blauviolette Zone
eine graublau Zone: Saccharose	eine dunkelblaue Zone
<b>Referenzlösung</b>	<b>Untersuchungslösung</b>

### **Prüfung auf Reinheit**

**Trocknungsverlust** (2.2.32): höchstens 10,0 Prozent, mit 0,200 g Droge durch 2h langes Trocknen im Trockenschrank bei 100 bis 105 °C bestimmt.

**Sulfatasche** (2.4.14): höchstens 8,0 Prozent, mit dem Rückstand der vorhergehenden Prüfung bestimmt.

### **Prüfung auf Verfälschung mit Färberdistelblüten:**

#### *Makroskopische/mikroskopische Prüfung*

Die Verfälschung besteht aus den orangefarbenen Röhrenblüten von *Carthamus tinctorius L.* Die Corolla weist gewellte Epidermiszellen auf, die Staubblätter ungewöhnlich netzartig getüpfelte, faserige Zellen. Die Pollen sind um die Hälfte kleiner als Pollen von *Crocus sativus L.*, triangulär, rauhwandig und an den Austrittsöffnungen mit drei mehr oder weniger großen, blasigen Auswüchsen versehen.

Die Prüfung erfolgt unter dem Mikroskop mit Chloralhydratlösung *R* unter Verwendung der pulverisierten Droge (355). Dabei sind bei einer Verfälschung mit *Carthamus tinctorius L.* Bruchstücke der Epidermiszellen und Staubblätter sowie Pollen von diesem im Pulver zu finden.

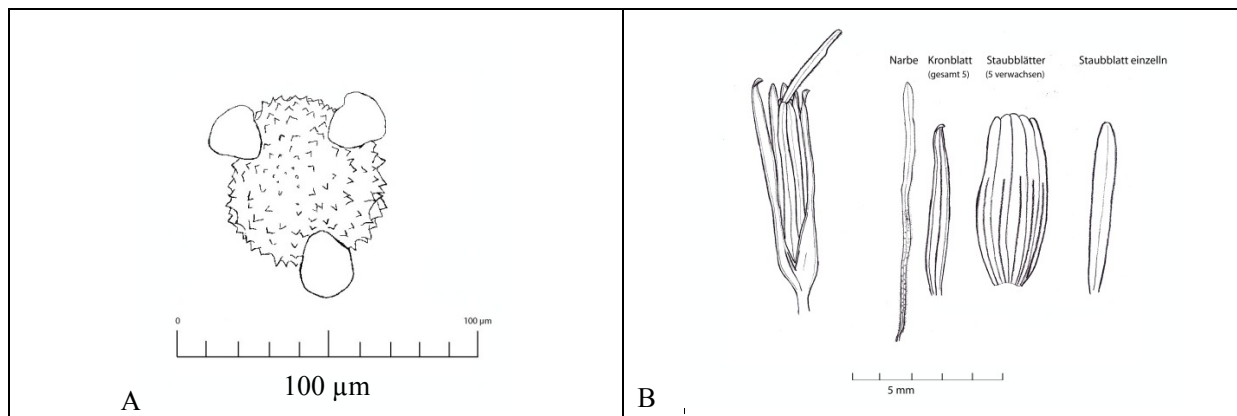


Abbildung 2:

A: Pollenkorn von Carthamus tinctorius

B: Übersicht der Röhrenblüte von Carthamus tinctorius

*Dünnschichtchromatographie.*

Das Chromatogramm der Prüfung auf Identität wird bei Tageslicht betrachtet.

*Ergebnis:* Im Chromatogramm der Untersuchungslösung tritt bei Verfälschung mit Färberdistelblüten eine hellrote Zone, wie in der nachfolgenden Abbildung dargestellt, auf.

Shikimisäure: Fluoreszenzlöschung bei 254 nm	eine hellrote Zone
Saccharose: Fluoreszenzlöschung bei 254 nm	
<b>Referenzlösung</b>	<b>Untersuchungslösung</b>

**Gehaltsbestimmung:**

Flüssigchromatographie (2.2.29): Die Lösungen sind unmittelbar vor der Analyse herzustellen.

*Referenzlösung:* 5,00 mg Crocin 1 CRS werden in 1 ml DMSO gelöst und mit Wasser auf eine Konzentration von 0,300 mg/ml verdünnt.

*Untersuchungslösung:* 0,100 g Droge werden in einem kleinem Reagensglas (60 mm x 7 mm) mit Hilfe eines Glasstabes sorgfältig zerstoßen und in einem 10 ml Messkolben genau eingewogen. Dieser wird mit Ethanol 70 Prozent R aufgefüllt. Die Extraktion erfolgt unter Lichtausschluss und Eiskühlung 20 Minuten im Ultraschallbad. 1,00 ml des Filtrats werden in einen 5 ml Messkolben übergeführt und mit Ethanol 70 Prozent R aufgefüllt.

*Säule:*

- Größe:  $l = 0,25 \text{ m}$ ,  $\varnothing = 4,6 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie R ( $5 \mu\text{m}$ )

*Mobile Phase:*

Mobile Phase A: Wasser R, eingestellt auf pH 2,8 mit Essigsäure 99 Prozent R

Mobile Phase B: Methanol R

<b>Zeit (min)</b>	<b>Mobile Phase A (% V/V)</b>	<b>Mobile Phase B (% V/V)</b>
1 – 6	70 → 55	30 → 45
6 – 20	55 → 25	45 → 75
20 – 25	25 → 10	75 → 90
25 – 30	10	90

*Durchflussrate:*  $1,0 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

*Detektion:* Spektrometer bei 440 nm

*Einspritzen:*  $10 \mu\text{l}$

*Relative Retentionszeiten zum externen Standard (Crocin 1):*

Crocin 2: 1,13; Crocin 3: 1,53; Crocin 4: 1,57; Crocin 5: 1,67.

Der Prozentgehalt an Gesamtrocinen wird nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{\text{g (Standard)} \cdot [A_1 + A_2 \cdot 0,834 + (A_3 + A_4) \cdot 0,668 + A_5 \cdot 0,502]}{A_6 \cdot \text{g (Droge)}} \cdot 100$$

$A_1$ : Peakfläche Crocin 1 (Probe)

$A_2$ : Peakfläche Crocin 2

$A_3$ : Peakfläche Crocin 3

$A_4$ : Peakfläche Crocin 4

$A_5$ : Peakfläche Crocin 5

$A_6$ : Peakfläche Crocin 1 (externer Standard)

0,834 = Korrekturfaktor für Crocin 2 bezogen auf Crocin 1

0,668 = Korrekturfaktor für Crocin 3 und Crocin 4 bezogen auf Crocin 1

0,502 = Korrekturfaktor für Crocin 5 bezogen auf Crocin 1

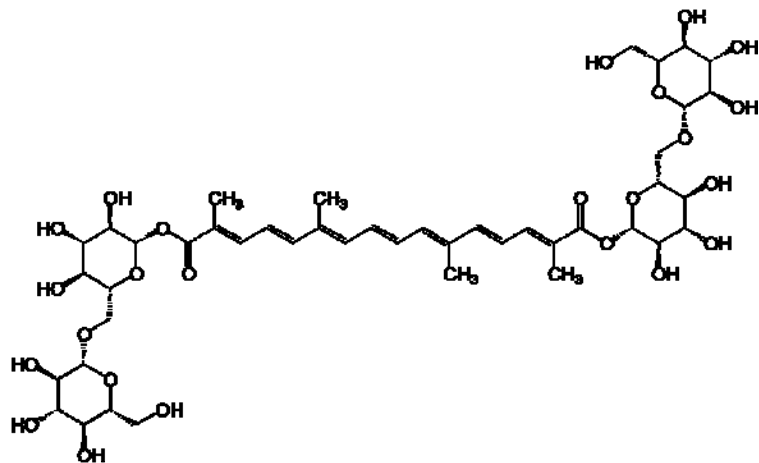
**Lagerung**

Vor Licht geschützt, in dicht schließenden Gefäßen.

## ANHANG

### Reagentien

#### Crocin 1



$C_{44}H_{64}O_{24}$   $M_r = 976,98$   
CAS No. 42553-65-1

erhältlich bei Chendu Mansite Pharmaceutical Co. LTD, Chengdu, China  
[www.scmust.com](http://www.scmust.com)