

Schwarzer Senfsame

Sinapis nigrae semen

Semen sinapis

Definition

Schwarzer Senfsame besteht aus den ganzen, reifen, getrockneten Samen von *Brassica nigra* (L.) K. Koch (Brassicaceae).

Gehalt: Die in der Droge enthaltenen Glucosinolate müssen nach enzymatischer Spaltung mindestens 0,4 Prozent Allylithiocyanat (C_4H_5NS ; $M_r:99,2$) ergeben.

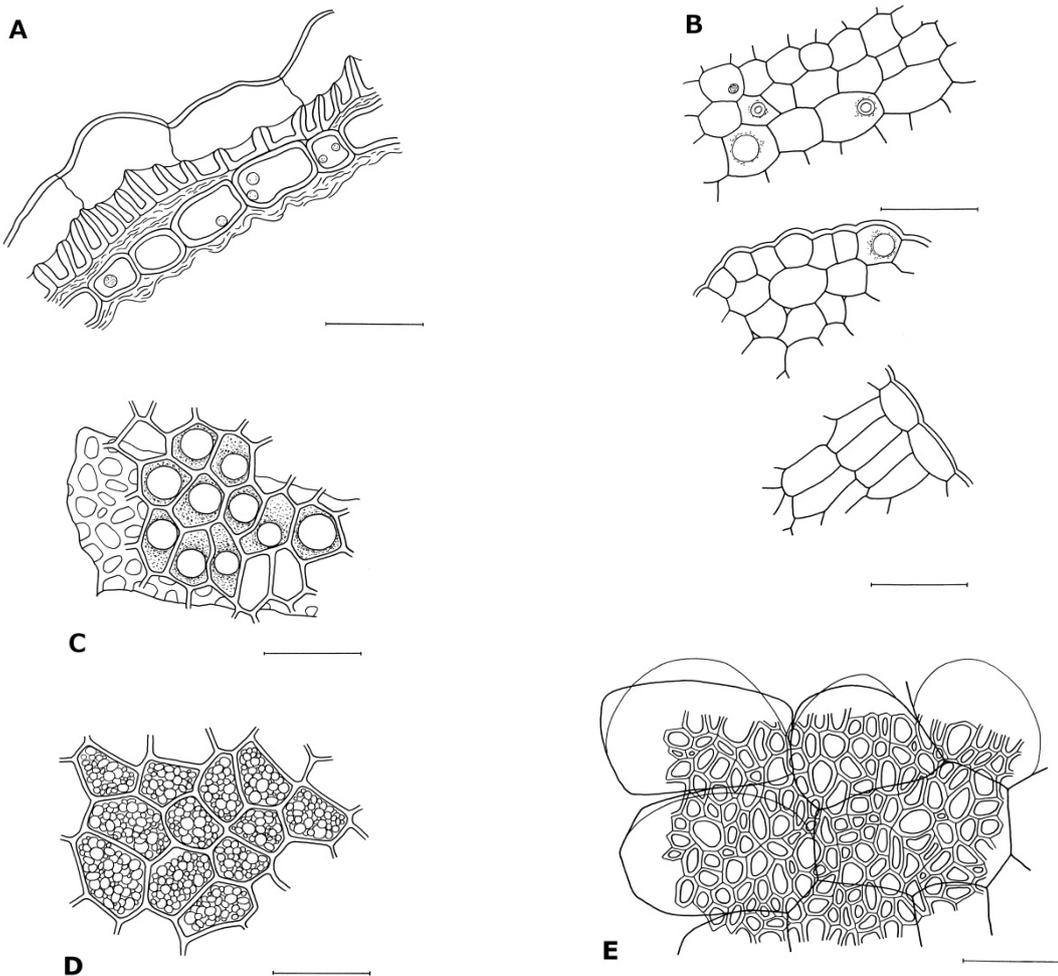
Eigenschaften

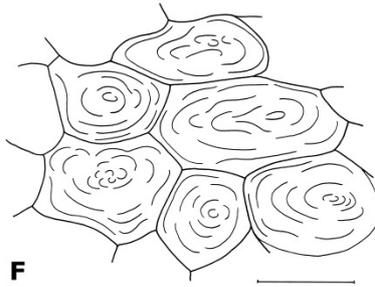
Geruch: Die Droge ist geruchlos. Nach dem Pulverisieren und Anfeuchten riecht sie nach Allylsenföhl

Prüfung auf Identität

- A. Die 1 bis 1,5 mm großen Samen sind kugelig oder eiförmig. Sie sind außen dunkelrotbraun und innen gelb. Der Nabel tritt als heller Punkt hervor. Unter der Lupe zeigt der Samen eine netzartige Oberfläche; es lösen sich leicht Stücke der Samenschale ab.
- B. Querschnitt: Die Prüfung erfolgt unter dem Mikroskop, wobei Chloralhydrat-Lösung R verwendet wird. Die Droge zeigt folgende Merkmale [A] (*Maßstab: 50 μm*): Die Epidermis der Samenschale besteht aus großen Schleimzellen (bis 120 μm breit). Die, in der Literatur beschriebene, darunter liegende, Großzellenschicht ist meist nicht zu differenzieren. Darunter liegt eine Palisadenschicht (Steinzellschicht). Die Palisadenzellen sind gelbbraun, 4 – 20 μm breit, mit starker, im Querschnitt U-förmiger Wandverdickung. Sie sind in regelmäßiger Folge stellenweise verkürzt, wodurch auf der Außenseite der Samenschale Mulden entstehen, die zu der netzartigen Oberfläche der Samen führen. Den Palisaden nach innen folgt eine schwer aufzulösende Pigmentschicht aus dünnwandigen, mit dunkelbraunem Farbstoff gefüllten Zellen. Meist fest verbunden folgt eine einreihige Aleuronschicht aus dickwandigen Zellen (bis 50 μm breit), an der undeutliche Fragmente des Endosperms lokalisiert sein können. Die vom äußeren Teil des Samens losgelösten Kotyledonen bestehen aus dünnwandigen Zellen, die fettes Öl und Aleuron enthalten [B].
- C. Pulver: Das Pulver ist grünlich-gelb, mit rotbraunen Teilchen durchsetzt. Die Prüfung erfolgt unter dem Mikroskop, wobei Chloralhydrat-Lösung R verwendet wird. Im gesamten Präparat befinden sich viele Öltropfen. Die

Bruchstücke des Keimlings [B] bestehen aus dünnwandigen, recht einheitlichen Zellen die oft Reste von Öl oder Aleuron enthalten. Die rötlich-braunen Fragmente der Samenschale zeigen in der Übersicht ein fünf- bis sechseckiges Maschennetz aus dunkelbraunen Linien, die hellbraune Bereiche umgeben. Dieses sogenannte Schattennetz wird durch die unterschiedliche Länge der Palisadenzellen verursacht. In Aufsicht von der Oberseite her gesehen lassen diese Fragmente die Schleimzellen der Epidermis [E], von der Unterseite aus die dickwandigen Zellen der Aleuronschicht [C] mit der jeweils darunter liegenden Palisadenschicht erkennen. Das Aleuron in den Zellen der Aleuronschicht wird durch die Behandlung mit Chloralhydrat teilweise in große, öartige Tropfen umgewandelt [C]. Im Wasserpräparat sind in diesen Zellen noch deutlich die Aleuronkörner zu erkennen [D]. Öfters lassen sich auch Stücke von abgelöster Epidermis finden, die aus großen, durscheinenden Zellen mit konzentrisch strukturiertem Schleiminhalt bestehen [F].





D. Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

- Untersuchungslösung:* 1,0 g gepulverte Droge (710) wird mit 10ml Methanol R 5 min unter Rückfluß zum Sieden erhitzt und anschließend abfiltriert.
- Referenzlösung:* 10mg Sinigrinhydrat R werden in 10ml Methanol R gelöst.
- Platte:* DC-Platte mit Kieselgel F 254 R (2-10µm)
- Auftragen:* je 5µl bandförmig
- Entwicklung:* 2-mal mit Zwischentrocknung.
- 1. Fließmittel:* Petroläther R.
- Laufstrecke:* 8 cm
- 2. Fließmittel:* 1-Butanol R, 1-Propanol R, Essigsäure 99% R, Wasser R (52:16:16:16 V/V)
- Laufstrecke:* 6 cm
- Trocknen:* Die Platte wird bei 110°C bis zum Verschwinden des Fließmittelgeruchs erhitzt
- Detektion:* Die noch heiße Platte wird mit einer frisch hergestellten Lösung von 2,5g Eisen(III) chlorid R und 50mg Kaliumhexacyanoferrat(III) R in 50ml Wasser R besprüht. Nach dem Trocknen wird mit Salzsäure verd. R nachgesprüht.
- Ergebnis:* Im Chromatogramm der Referenzlösung ist die Zone des Sinigrins blau gefärbt (Rf.: ca. 0,4) Im Chromatogramm der Untersuchungslösung ist eine in Bezug auf Lage und Farbe entsprechende Zone detektierbar. Weitere schwache, blau gefärbte Nebenzonen können im Chromatogramm der Untersuchungslösung vorhanden sein.

Prüfung auf Reinheit

Fremde Bestandteile (2.8.2) : höchstens 2 Prozent.

Als fremde Verunreinigungen können insbesondere Samen anderer Brassica- und Sinapis-Arten vorkommen. Sie sind an der Größe und Farbe oder am mikroskopischen Bild (farblose oder gelblich weiße Palisadenzellen) zu erkennen.

Asche (2.4.16) höchstens 5,0 Prozent.

Gehaltsbestimmung:

Gaschromatographie (2.2.28)

Stammlösung: 100,0 mg Allylisothiocyanat R werden mit Ethylazetat R/Cyclohexan R (1+1,V/V) zu 100,0 ml verdünnt.

Interne-Standardlösung: 50,0mg Propylisothiocyanat R werden mit Ethylazetat R/Cyclohexan R (1+1, V/V) zu 100,0ml verdünnt.

Referenzlösung: 8,0ml Stammlösung und 10,0ml Interne – Standardlösung werden in einen 20ml Messkolben pipettiert und mit Ethylazetat R /Cyclohexan R (1+1, V/V) zu 20,0ml aufgefüllt.

Untersuchungslösung: 250,00 mg frisch gepulverte Droge (710) werden in ein dicht schließendes, 40ml Galsfläschchen mit Schraubverschluß eingewogen und mit 5 ml Wasser R übergossen. Nach Verschließen der Schraubkappe wird 2 h lang im Wasserbad bei 50°C unter gelegentlichem Umschütteln stehen gelassen. Nach dem Abkühlen wird sofort mit 5,0ml Interne-Standardlösung versetzt und für 5 Minuten geschüttelt. Nach Abtrennung der organischen Phase wird die wässrige Phase nochmals für 5 Minuten mit 5ml Ethylazetat R / Cyclohexan R (1+1, V/V) ausgeschüttelt.

Die vereinigten organischen Phasen werden der Gaschromatographie zugeführt.

Säule

- Material: Quarzglas
- Größe: l = 30 m, Ø = 0,25 mm
- Stationäre Phase: Poly[dimethyl(65)diphenyl(35)]siloxan (Filmdicke: 0,25µm)

Trägergas: Helium zur Chromatographie R

Durchflussrate: 1,1 ml · min⁻¹ (28,3cm·sec⁻¹)

Splitverhältnis: 1:50

	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Säule	0-2	70
	2-6	70 → 90
	6-14	90 → 300

14-20	300
-------	-----

Proben- einlass	180
--------------------	-----

Detektor	320
----------	-----

Detektion: Flammenionisation

Einspritzen: 1 µl

Eignungsprüfung: Referenzlösung

Elutionsreihenfolge:

- Allylithiocyanat, t_R ca. 6,4 min
- Propylithiocyanat, t_R ca. 6,7 min
- Auflösung : mind. 3 zwischen den Peaks von Allylithiocyanat und Propylithiocyanat

Der Prozentgehalt an Allylithiocyanat wird nach folgender Formel ermittelt:

$$\frac{A_1 * B_2 * c * P}{A_2 * B_1 * EW * 100000}$$

- A1 = Peakfläche Allylithiocyanat in der Untersuchungslösung
A2 = Peakfläche Allylithiocyanat in der Referenzlösung
B1 = Peakfläche Propylithiocyanat in der Untersuchungslösung
B2 = Peakfläche Propylithiocyanat in der Referenzlösung
c = Konzentration Allylithiocyanat in Referenzlösung [$\mu\text{g/mL}$]
EW = Einwaage [g]
P = Prozentgehalt von Allylithiocyanat

Lagerung

Dicht verschlossen, vor Licht geschützt

Reagenzien:

Propylithiocyanat CAS Nr.: 628-30-8
Gehalt: mind.: 98%

Sinigrinhydrat CAS Nr.: 3952-98-5
Gehalt: mind. 99,0% (TLC)

Allylithiocyanat : CAS Nr.: 57-06-7

Gehaltsbestimmung: Gaschromatographie (2.2.28) wie in der Monographie *Allylsenföhl, Verwandte Substanzen, Butylhydroxytoluol* beschrieben.

Untersuchungslösung: die Substanz

Gehalt: mindestens 95,0 Prozent Allylithiocyanat, ermittelt mit Hilfe des Verfahrens „Normalisierung“.