



Produkt	: Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltest Tilray Cannabisextrakt THC25
Customer	: Saxonia Diagnostics GmbH Praterschütz 5 01683, Nossen, Sachsen Deutschland
Methode	: Vorgehen nach Gebrauchsanweisung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests
Analyt(en)	: Cannabinoids: d9-THC, CBD
Verwendete Matrix	: Cannabisextrakt Ch-B: 24001802 QSI-Probennummer: 555253
Ziel der Validierung	: Bestätigung der Eignung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests für die Identifizierung von Cannabinoiden anhand des Tilray Cannabisextrakts THC25
Verantwortliches Labor	: Quality Services International GmbH
Dokumentation	: N:\CH QSI\K\23195_Saxonia Diagnostics GmbH\06_Validierungen\Cannafix-ID THC_CBD-Schnelltest\Tilray\Validierungspläne Tilray Cannabisextrakte

Vorbemerkung:

Dieser Validierungsplan beschreibt die Validierung einer Identitätsmethode zur Identifizierung von Δ^9 -THC und Cannabidiol (CBD) im Tilray Cannabisextrakt THC25 gemäß ICH Q2(R1). Die Analysenmethode wird von der Quality Services International GmbH validiert. Ziel der Validierung ist der Nachweis über die Eignung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests zur Identifizierung von Δ^9 -THC und CBD im Tilray Cannabisextrakt THC25. Der verwendete Cannabis Extrakt ist in MCT-Öl eingestellt. Beim Testsystem handelt es sich um einen 2-stufigen Farbstest, welcher die strukturellen Unterschiede von Δ^9 -THC und CBD ausnutzt. In der ersten Stufe wird die Probe mit einem alkalischen Verdünner extrahiert. Bei Anwesenheit von CBD wird dieses durch eine violette Farbe des korrespondierenden CBD-Phenolat-Ions angezeigt. Das entsprechende THC-Phenolat-Ion zeigt im sichtbaren Bereich keine Absorption, so dass auf dieser Stufe CBD auch in Anwesenheit von Δ^9 -THC sicher identifiziert werden kann. In der zweiten Stufe wird ein Teil des Verdünner-Extraktes-Gemisches in eine Ampulle mit einem Farbreagenz überführt. Bei diesem Farbreagenz handelt es sich um ein Diazoniumsalz. Dieses Diazoniumsalz reagiert via Azo-Kupplung mit Δ^9 -THC und mit CBD. Die dabei gebildeten Kupplungsprodukte von Δ^9 -THC und CBD unterscheiden sich in der Farbe (siehe Abbildung 9).



1 Akzeptanzkriterien und Prüfparameter

Tabelle 1: Zusammenfassung der Akzeptanzkriterien und Prüfparameter

Parameter	Beschreibung und Erwartungswerte	Akzeptanzkriterien
Eignungsprüfung der Methode: Identität, Δ^9-THC / CBD	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC25</u> Stufe 1: Keine violette Farbe → Identität CBD: Negativ Stufe 2: Violett → Identität THC: Positiv</p> <p><u>THC/CBD-Spike: (25 mg/ml THC, 25 mg/ml CBD in 1 ml MCT-Öl)</u> Stufe 1: Violette Farbe → Identität CBD: Positiv Stufe 2: Braun → Identität THC: Positiv</p> <p><u>CBD-Spike: CBD 25 mg/ml (in MCT)</u> Stufe 1: Violette Farbe → Identität CBD: Positiv Stufe 2: Orange → Identität THC: Negativ</p> <p><u>THC-Spike: Δ^9-THC 25 mg/ml (in MCT)</u> Stufe 1: Keine Farbe → Identität CBD: Negativ Stufe 2: Violett → Identität THC: Positiv</p> <p><u>CBD-Referenz: CBD 25 mg/ml (in 2-Propanol)</u> Stufe 1: Violette Farbe → Identität CBD: Positiv Stufe 2: Orange, Farbe dient als Referenz zur Beurteilung der Probe, der Spike-Proben und der THC-Referenz.</p> <p><u>THC-Referenz: Δ^9-THC 25 mg/ml (in 2-Propanol)</u> Stufe 1: Keine Farbe → Identität CBD: Negativ Stufe 2: Violett → Identität THC: Positiv</p>	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC25 (n = 3)</u> Identität THC: Positiv Identität CBD: Negativ</p> <p><u>THC/CBD-Spike (n = 1)</u> Identität THC: Positiv Identität CBD: Positiv</p> <p><u>CBD-Spike (n = 1)</u> Identität THC: Negativ Identität CBD: Positiv</p> <p><u>THC-Spike (n = 1)</u> Identität THC: Positiv Identität CBD: Negativ</p> <p><u>CBD-Referenz (n = 1)</u> Identität THC: Negativ Identität CBD: Positiv</p> <p><u>THC-Vergleichslösung (n = 1)</u> Identität THC: Positiv Identität CBD: Negativ</p>
Spezifität der Methode	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC25</u> Dünnschichtchromatographie gemäß DAB-Monographie „Eingestellter Cannabisextrakt“</p> <p><u>Reagenzien-Blank</u> Verdünner wird mit Farbreagenz gemischt und entwickelt → keine Farbreaktion.</p> <p><u>MCT-Blank</u> MCT-Öl ohne CBD/THC wird mit Verdünner (Stufe 1) und Farbreagenz (Stufe 2) geprüft. → keine Farbreaktion</p>	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC25 (je n = 1)</u> Identität identisch zu Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltest</p> <p><u>Reagenzien-Blank (je n = 1)</u> Identität THC: Negativ Identität CBD: Negativ</p> <p><u>MCT-Blank</u> Identität THC: Negativ Identität CBD: Negativ</p>
Robustheit	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC25</u> Die Probenmenge ist zu variieren (Standard: 100 µl). Niedrigere Probenmenge (75 µl) Höhere Probenmenge (125 µl)</p>	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC25 (je n = 1)</u> Identität THC: Positiv Identität CBD: Negativ</p>



2 Reagenzien, Materialien und Equipment

Tabelle 2: Verwendete Materialien und deren Ansatz

Material	Ansatz
Probe (Tilray Cannabisextrakt THC25)	100 µl Extrakt sind zu prüfen. Mit dieser Probe wird überprüft, ob der Schnelltest in der Praxis mit Routineproben funktioniert (n = 3).
Blank (Reagenzien-Blank)	Der reine Verdünner wird geprüft und ausgewertet. (n = 1). Anhand dieser Probe wird der Einfluss des Reagenzien-Blindwertes überprüft.
Matrix-Blank	100 µl MCT-Öl werden geprüft und ausgewertet (n = 1). Anhand dieser Probe wird überprüft, ob die Matrix das Testergebnis beeinflusst.
THC-Spike	25 mg ± 0,43 mg Dronabinol (Δ^9 -THC) werden in 1 ml MTC-Öl gelöst (n = 1). Es werden 100 µl für die Durchführung des Tests verwendet.
CBD-Spike	25 mg ± 0,60 mg eines reinen CBD-Isolats (kristallin) werden in 1 ml MTC-Öl gelöst (n = 1). Es werden 100 µl für die Durchführung des Tests verwendet.
THC/CBD-Spike	25 mg ± 0,16 mg CBD-Isolat und 25 mg ± 0,27 mg Dronabinol (Δ^9 -THC) werden in 1 ml MTC-Öl gelöst (n = 1). Es werden 100 µl für die Durchführung des Tests verwendet.
THC-Vergleichslösung	25 mg ± 0,53 mg Dronabinol (Δ^9 -THC) werden in einen 1 ml Messkolben eingewogen. Das Dronabinol wird in 2-Propanol gelöst und der Messkolben mit 2-Propanol auf Volumen aufgefüllt (n = 1). Es werden 100 µl für die Durchführung des Tests verwendet.
CBD-Referenz	25 mg ± 0,12 mg eines reinen CBD-Isolats (kristallin) werden in einen 1 ml Messkolben eingewogen. Das CBD-Isolat wird in 2-Propanol gelöst und der Messkolben mit 2-Propanol auf Volumen aufgefüllt (n = 1). Es werden 100 µl für die Durchführung des Tests verwendet.

Tabelle 3: Verwendete Geräte und Reagenzien

Geräte/Reagenzien	Hersteller / Lieferant
Pipette (für exakte Volumina)	Eppendorf
Skalierte Pipette für Cannabisextrakte	Eppendorf
Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltest	Saxonia Diagnostics GmbH
2-Propanol	ChemSolute
Methanol	Honeywell
MCT-Öl	Megamax
Eisessig	Supelco
Wasser	AppliChem
THC-Standard	Supelco
CBD-Standard	Supelco
DC-Platte	Merck
Kapillaren	Blaubrand

 QSI <small>A Tentamus Company</small>	Validierungsbericht	20.09.2024
Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC25		

Tabelle 4: Verwendete Reagenzien

Referenzen	Hersteller / Lieferant	Charge	Gehalt	Verwendbar bis
Dronabinol (Δ^9 -THC)	Alpha Cannabis Pharma GmbH	ACPS212901	100 % (m/m)	01/2026
Cannabidiol (CBD)	CBD Pharma GmbH	23N29251	100,3% (m/m)	08/2028

Tabelle 5: Verwendete Proben

Probenbeschreibung	Proben-ID	Charge	Verwendbar bis
Cannabis Extrakt (Tilray Cannabisextrakt THC25)	555253	24001802	03/2025

3 Methoden

Die Prüfungen werden bei Raumtemperatur (15-25°C) durchgeführt, d.h. Proben und Reagenzien haben Raumtemperatur.

Die Prüfungen sind nach dem in Abbildung 8 und 9 abgebildeten Schema durchzuführen (siehe Anhang).

Schritt 1: Probenvorbereitung

- Flasche mit Verdünner öffnen.
- Zugabe der entsprechenden Probemenge mit Hilfe der beiliegenden skalierten Pipette für Cannabisextrakte.

Schritt 2: Nachweis von CBD

- Flasche mit dem Verdünner verschließen, kurz schütteln und für ca. 5 Minuten ruhen lassen.
- Ergebnis anhand Farbskala beurteilen und mit einer Digitalkamera dokumentieren.

Schritt 3: Nachweis von THC

- Ampulle mit Reagenz öffnen.
- Zugabe von 10 Tropfen der Verdünnung (siehe Schritt 2).
- Zugabe der Entwicklerlösung.
- Mit Kappe verschließen und schütteln.
- Ergebnis anhand Farbskala beurteilen und mit einer Digitalkamera dokumentieren.

Die Prüfung der Dünnschichtchromatographie erfolgt nach den Vorgaben der DAB-Monografie „Eingestellter Cannabisextrakt“.

4 Eignungsprüfung Identität

Für die Eignungsprüfung der Identität des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests wurden der Tilray Cannabisextrakt THC25, mit entweder mit THC oder CBD dotiertem MCT-Öl, mit THC und CBD dotiertem MCT-Öl, sowie einer THC- und CBD-Referenzsubstanz mit den in Tab. 6 aufgeführten Einwaagen verwendet. Die Durchführung des Tests erfolgte nach Abb. 8 & 9.

Tabelle 6: Konzentrationen für die Bestimmung der Identität

Probe	Tilray Cannabisextrakt THC25	CBD/THC-Spike	THC-Spike	CBD-Spike	THC Vergleichslösung	CBD Referenz
Anzahl (n)	3	1	1	1	1	1
Δ^9 -THC -Gehalt	25 mg/ml	25 mg/ml	25 mg/ml	0 mg/ml	25 mg/ml	0 mg/ml
CBD-Gehalt	< 1 mg/ml	25 mg/ml	0 mg/ml	25 mg/ml	0 mg/ml	25 mg/ml
Probenvolumen	100 μ l					
Verdünner	2 ml					
Akzeptanzkriterium	THC: positiv CBD: negativ	THC: positiv CBD: positiv	THC: positiv CBD: negativ	THC: negativ CBD: positiv	THC: positiv CBD: negativ	THC: negativ CBD: positiv
Ergebnis	THC: positiv CBD: negativ	THC: positiv CBD: positiv	THC: positiv CBD: negativ	THC: negativ CBD: positiv	THC: positiv CBD: negativ	THC: negativ CBD: positiv

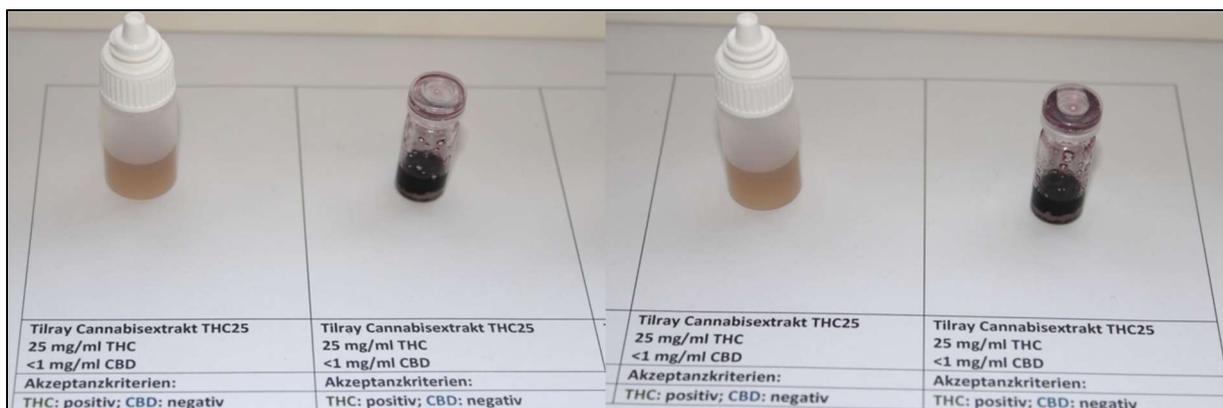


Abbildung 1: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests mit Tilray Cannabisextrakt THC25

Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC25

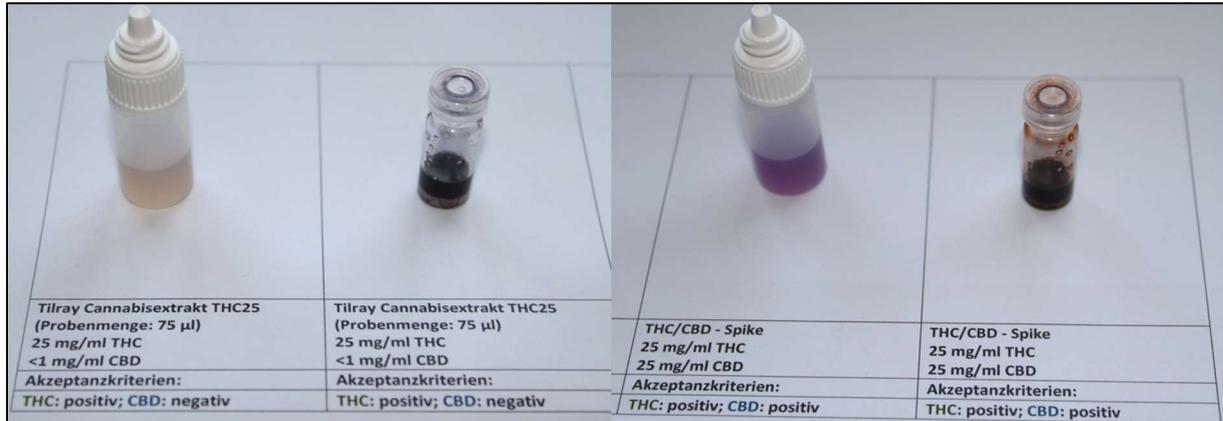


Abbildung 2: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests mit Tilray Cannabisextrakt THC25 und THC/CBD-Spike



Abbildung 3: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests mit THC-Spike und CBD-Spike

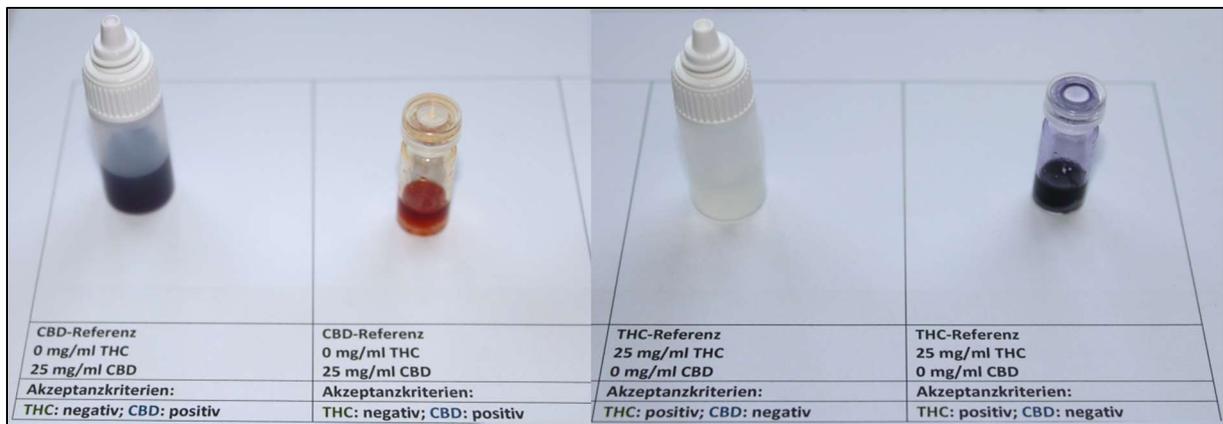


Abbildung 4: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests mit THC-Referenz und CBD-Referenz

	Validierungsbericht	20.09.2024
Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC25		

Der Tilray Cannabisextrakt THC25 wies in der ersten Stufe des Farbtst, durch die Eigenfarbe des Extrakts nach der Reaktion mit dem Verdünner eine schwache grün-gelbliche Färbung auf. Diese unterscheidet sich deutlich von den verwendeten Referenzen. In der zweiten Stufe des Farbtsts, nach der Reaktion des Verdünner-Extraktes mit der Farbreagenz und dem Entwickler, ergab sich ein violetter Farbumschlag. Die Farbumschläge aller weiteren untersuchten Substanzen entsprachen der in Abbildung 9 dargestellten Farbskala. Somit erfüllte der Tests für den Tilray Cannabisextrakt THC25, den THC/CBD-Spike, den THC-Spike, den CBD-Spike, die THC-Referenz und die CBD-Referenz die Akzeptanzkriterien. Die Eignungsprüfung der Identität gilt als bestanden.

5 Spezifität

Für die Ermittlung der Spezifität des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests wurden ein Matrix-Blank (MCT-Öl ; n = 1) und ein Reagenzien-Blank (Verdünner ; n = 1) mit den in Tab. 7 aufgeführten Einwaagen verwendet. Die Durchführung des Tests erfolgte nach Abb. 8 und 9. Der Weiteren wurde eine Dünnschichtchromatographie nach DAB durchgeführt, um die Spezifität des Tests zu bestätigen.

5.1 Negativkontrollen

Tabelle 7: Konzentrationen für die Bestimmung der Spezifität

Probe	MCT-Blank (Trägeröl)	Reagenzien-Blank
Anzahl (n)	1	1
Δ^9 -THC -Gehalt	0 mg/ml	0 mg/ml
CBD-Gehalt	0 mg/ml	0 mg/ml
Probenvolumen	100 μ l	-
Verdünner	2 ml	2 ml
Akzeptanzkriterium	THC: negativ CBD: negativ	THC: negativ CBD: negativ
Ergebnis	THC: negativ CBD: negativ	THC: negativ CBD: negativ

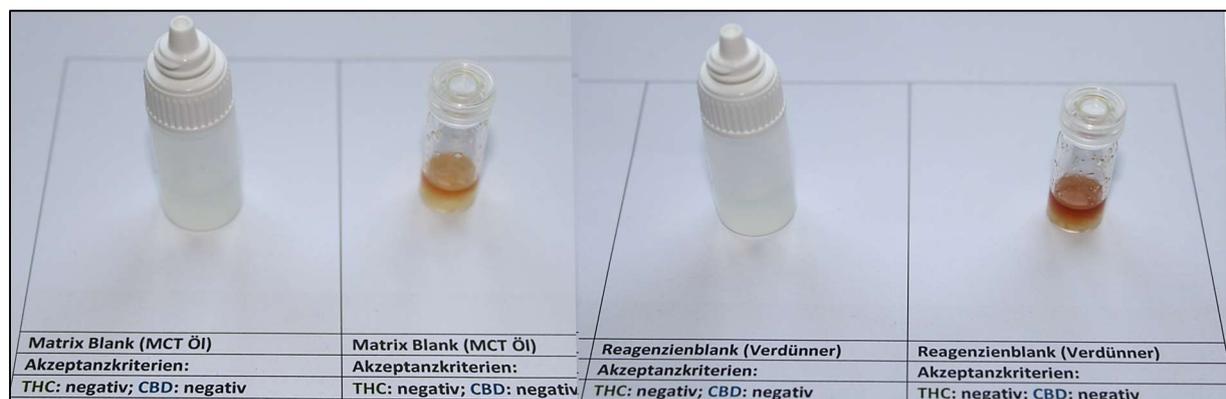


Abbildung 5: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests mit Matrix-Blank (MCT-Öl) und Reagenzien-Blank (Verdünner)

5.2 Dünnschichtchromatografie nach DAB

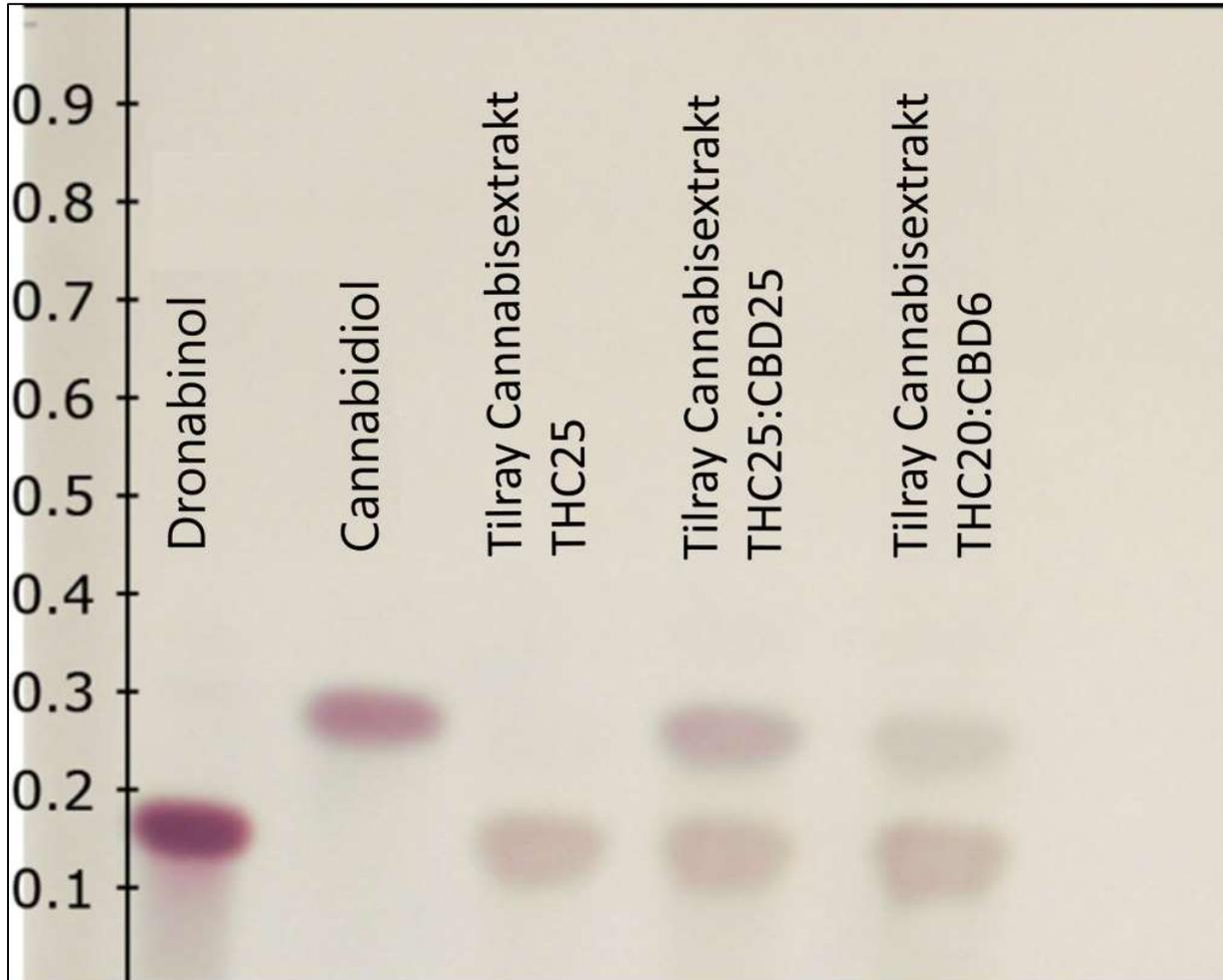


Abbildung 6: Auswertung der Dünnschichtchromatografie der Tilray Cannabisextrakte, sowie eines THC-Standards und eines CBD-Standards

Die Tests am Matrix-Blank und Reagenzien-Blank ergaben den erwarteten Farbumschlag. Die Dünnschichtchromatografie nach DAB bestätigte ebenfalls den positiven Farbumschlag aus Abbildung 9. Somit erfüllte der Tests die Akzeptanzkriterien und die Spezifität des Tests ist gewährleistet.

6 Robustheit

Für die Ermittlung der Robustheit des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltest wurde der Tilray Cannabisextrakt THC25 bei verschiedenen Volumina, wie in Tab. 8 beschrieben, getestet (75 %, 100 %, 125%).

	Validierungsbericht	20.09.2024
Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC25		

Tabelle 8: Probenmengen für die Bestimmung der Robustheit

Probe	Tilray Cannabisextrakt THC25	Tilray Cannabisextrakt THC25	Tilray Cannabisextrakt THC25
Anzahl (n)	1	Ergebnisse der Eignungsprüfung gelten hier ebenfalls. 100 µl	1
Δ ⁹ -THC -Gehalt	25 mg/ml		25 mg/ml
CBD-Gehalt	≤1 mg/ml		≤ 1 mg/ml
Probenvolumen	75 µl		125 µl
Verdünner	2 ml		2 ml
Anzahl	n = 1		n = 1
Akzeptanzkriterium	THC: positiv CBD: negativ	THC: positiv CBD: negativ	THC: positiv CBD: negativ
Ergebnis	THC: positiv CBD: negativ	THC: positiv CBD: negativ	THC: positiv CBD: negativ

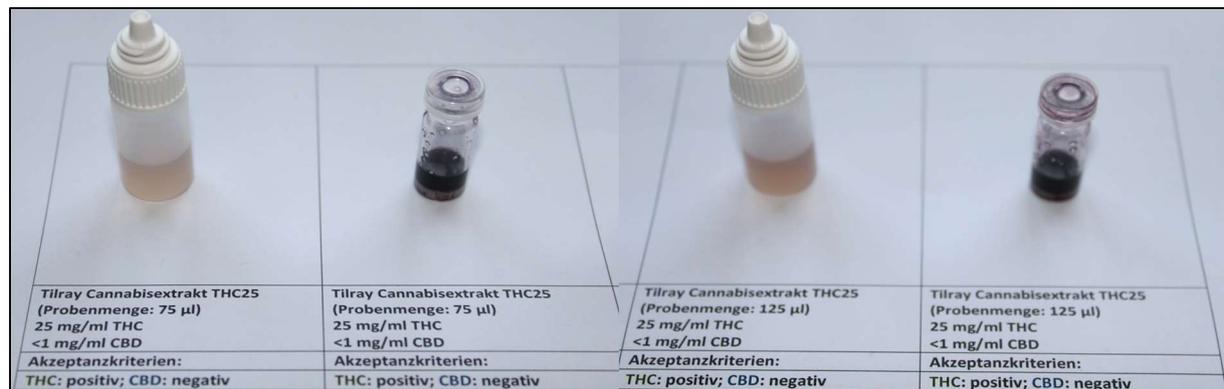


Abbildung 7: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests mit Tilray Cannabisextrakt THC25 (Probenvolumen: 75 µl und 125 µl)

Der Tilray Cannabisextrakt THC25 wies in der ersten Stufe des Farbtests, durch die Eigenfarbe des Extraktes nach der Reaktion mit dem Verdünner eine schwache grün-gelbliche Färbung auf. In der zweiten Stufe des Farbtests, nach der Reaktion des Verdünner-Extraktes mit der Farbreagenz und dem Entwickler, ergab sich ein violetter Farbumschlag. Demnach erfüllte der Tilray Cannabisextrakt THC25 bei einem Probenvolumen von 75 µl und 125 µl die Akzeptanzkriterien. Die Robustheit des Tests ist sichergestellt.

7 Zusammenfassung und Bewertung

Der Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltest wurde für die Bestimmung von THC und CBD im Tilray Cannabisextrakt THC25 in vollem Umfang validiert. Die Validierungs-Parameter der Eignungsprüfung der Identität, Spezifität und Robustheit wurden alle erfüllt. Daher eignet sich der Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltest zur alternativen Identitätsfeststellung des Tilray Cannabisextrakts THC25.

	Validierungsbericht	20.09.2024
Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC25		

8 Historie

Datum	Version	Bemerkungen	Signatur
12.09.2024	01	Erste Version	PLi
20.09.2024	02	Korrektur der Bewertung "4 Eignungsprüfung Identität"	PLi

Labor:

Quality Services International GmbH

Bremen, 20.09.2024

Bremen, 20.09.2024




Dr. Johannes Junemann

Pascal Lilla

(Leitung der Qualitätskontrolle)

(Stellv. Leitung der Qualitätssicherung)

Validierung durch den Kunden akzeptiert:

Two horizontal lines for customer acceptance signatures, each preceded by a comma (',').

9 Anhang

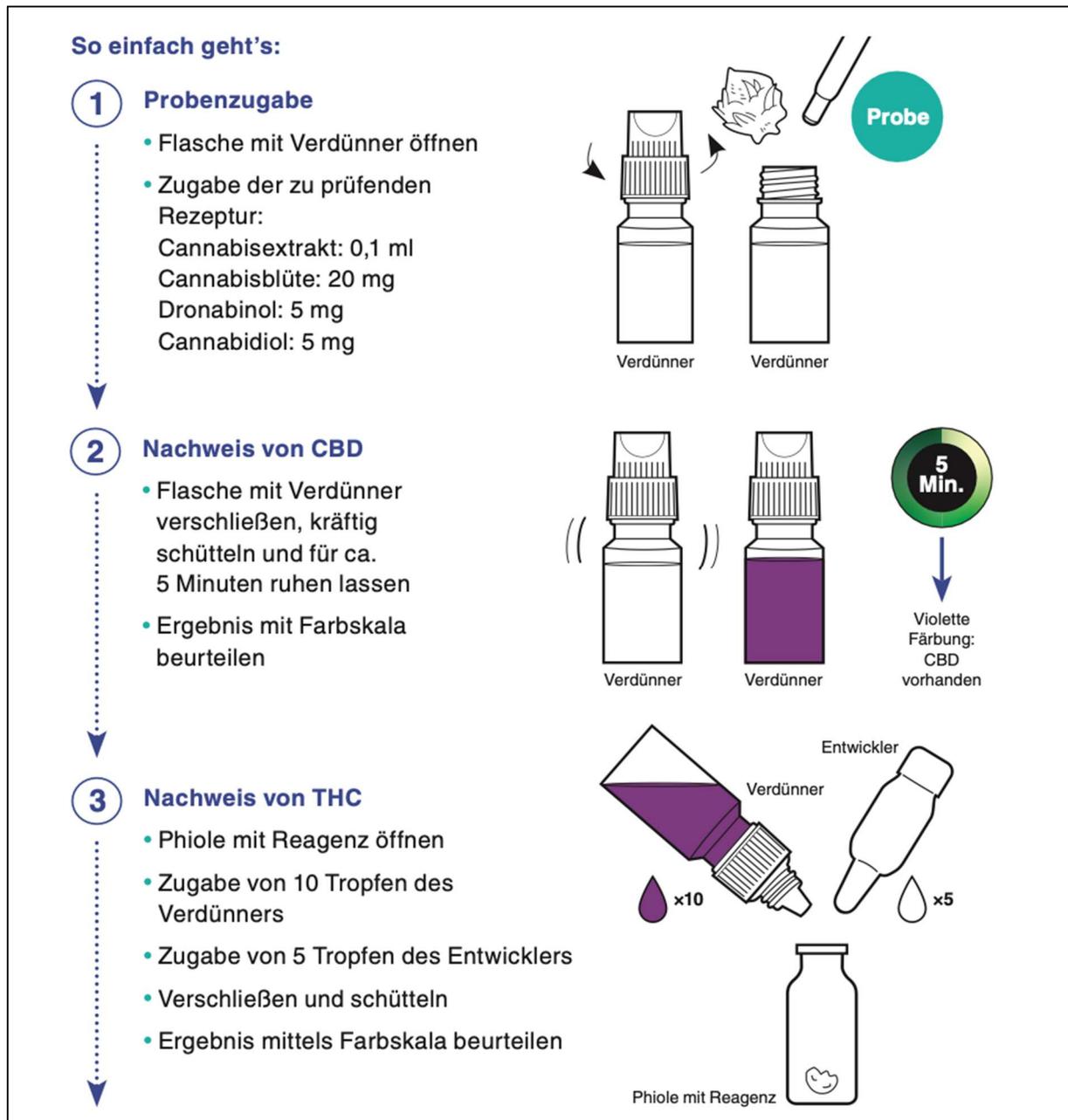


Abbildung 8: Handhabung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests

Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC25

Ergebnis ablesen

	Verdüner 	Reagenz 
KEIN THC/CBD		
THC		
THC & CBD		
CBD		

Abbildung 9: Farbskala der Stufe 1 und 2 des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests