



<b>Produkt</b>	: Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltest Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6
<b>Customer</b>	: Saxonia Diagnostics GmbH Praterschütz 5 01683, Nossen, Sachsen Deutschland
<b>Methode</b>	: Vorgehen nach Gebrauchsanweisung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests
<b>Analyt(en)</b>	: Cannabinoids: d9-THC, CBD
<b>Verwendete Matrix</b>	: Cannabisextrakt Ch-B: 24001402 QSI-Probennummer: 555255
<b>Ziel der Validierung</b>	: Bestätigung der Eignung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests für die Identifizierung von Cannabinoiden anhand des Tilray Cannabisextrakts THC20: CBD6
<b>Verantwortliches Labor</b>	: Quality Services International GmbH
<b>Dokumentation</b>	: 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  $\Delta^9$ -THC und Cannabidiol (CBD) im Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6 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  $\Delta^9$ -THC und CBD im Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6. Der verwendete Cannabis Extrakt ist in MCT-Öl eingestellt. Beim Testsystem handelt es sich um einen 2-stufigen Farbstest, welcher die strukturellen Unterschiede von  $\Delta^9$ -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  $\Delta^9$ -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  $\Delta^9$ -THC und mit CBD. Die dabei gebildeten Kupplungsprodukte von  $\Delta^9$ -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
<b>Eignungsprüfung der Methode: Identität, <math>\Delta^9</math>-THC / CBD</b>	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6</u> Stufe 1: Violette Farbe → Identität CBD: Positiv Stufe 2: Braun → Identität THC: Positiv</p> <p><u>THC/CBD-Spike: (20 mg/ml THC, 6 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 6 mg/ml (in MCT)</u> Stufe 1: Violette Farbe → Identität CBD: Positiv Stufe 2: Orange → Identität THC: Negativ</p> <p><u>THC-Spike: <math>\Delta^9</math>-THC 20 mg/ml (in MCT)</u> Stufe 1: Keine Farbe → Identität CBD: Negativ Stufe 2: Violett → Identität THC: Positiv</p> <p><u>CBD-Referenz: CBD 6 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: <math>\Delta^9</math>-THC 20 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 THC20: CBD6 (n = 3)</u> Identität THC: Positiv Identität CBD: Positiv</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>
<b>Spezifität der Methode</b>	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6</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 THC20: CBD6 (je n = 1)</u> Identität identisch zu Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests</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>
<b>Robustheit</b>	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6</u> Die Probenmenge ist zu variieren (Standard: 100 µl). Niedrigere Probenmenge (75 µl) Höhere Probenmenge (125 µl)</p>	<p><u>Probe: Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6 (je n = 1)</u> Identität THC: Positiv Identität CBD: Positiv</p>



## 2 Reagenzien, Materialien und Equipment

Tabelle 2: Verwendete Materialien und deren Ansatz

Material	Ansatz
Probe (Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6)	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	20 mg ± 0,72 mg Dronabinol ( $\Delta^9$ -THC) werden in 1 ml MTC-Öl gelöst (n = 1). Es werden 100 µl für die Durchführung des Tests verwendet.
CBD-Spike	6 mg ± 0,19 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	6 mg ± 0,36 mg CBD-Isolat und 20 mg ± 0,69 mg Dronabinol ( $\Delta^9$ -THC) werden in 1 ml MTC-Öl gelöst (n = 1). Es werden 100 µl für die Durchführung des Tests verwendet.
THC-Vergleichslösung	20 mg ± 0,94 mg Dronabinol ( $\Delta^9$ -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	6 mg ± 0,16 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-Schnelltests	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

 <small>A Tentamus Company</small>	<b>Validierungsbericht</b>	20.09.2024
Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6		

Tabelle 4: Verwendete Reagenzien

Referenzen	Hersteller / Lieferant	Charge	Gehalt	Verwendbar bis
Dronabinol ( $\Delta^9$ -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 THC20: CBD6)	555255	24001402	02/2025

### 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 THC20: CBD6, 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 THC20: CBD6	CBD/THC-Spike	THC-Spike	CBD-Spike	THC Vergleichslösung	CBD Referenz
Anzahl (n)	3	1	1	1	1	1
$\Delta^9$ -THC -Gehalt	20 mg/ml	20 mg/ml	20 mg/ml	0 mg/ml	20 mg/ml	0 mg/ml
CBD-Gehalt	6 mg/ml	6 mg/ml	0 mg/ml	6 mg/ml	0 mg/ml	6 mg/ml
Probenvolumen	100 $\mu$ l	100 $\mu$ l	100 $\mu$ l	100 $\mu$ l	100 $\mu$ l	100 $\mu$ l
Verdünner	2 ml	2 ml	2 ml	2 ml	2 ml	2 ml
Akzeptanzkriterium	THC: positiv CBD: positiv	THC: positiv CBD: positiv	THC: positiv CBD: negativ	THC: negativ CBD: positiv	THC: positiv CBD: negativ	THC: negativ CBD: positiv
Ergebnis	THC: positiv CBD: positiv	THC: positiv CBD: positiv	THC: positiv CBD: negativ	THC: negativ CBD: positiv	THC: positiv CBD: negativ	THC: negativ CBD: positiv

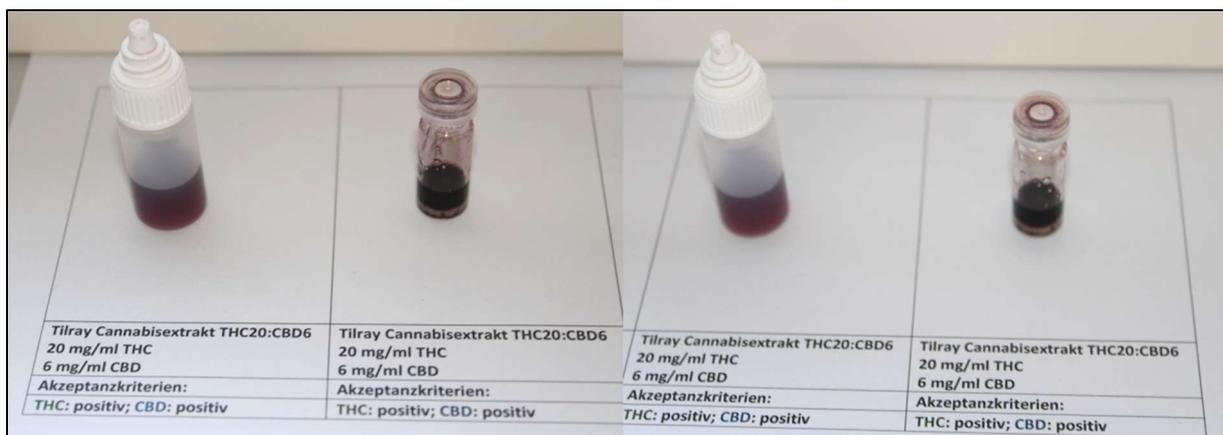


Abbildung 1: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6

**Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6**

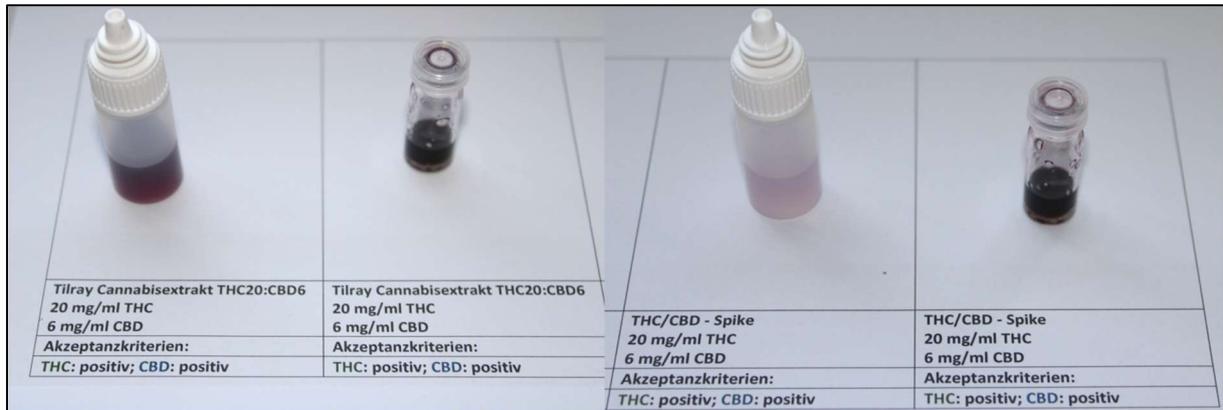


Abbildung 2: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6 und THC/CBD-Spike

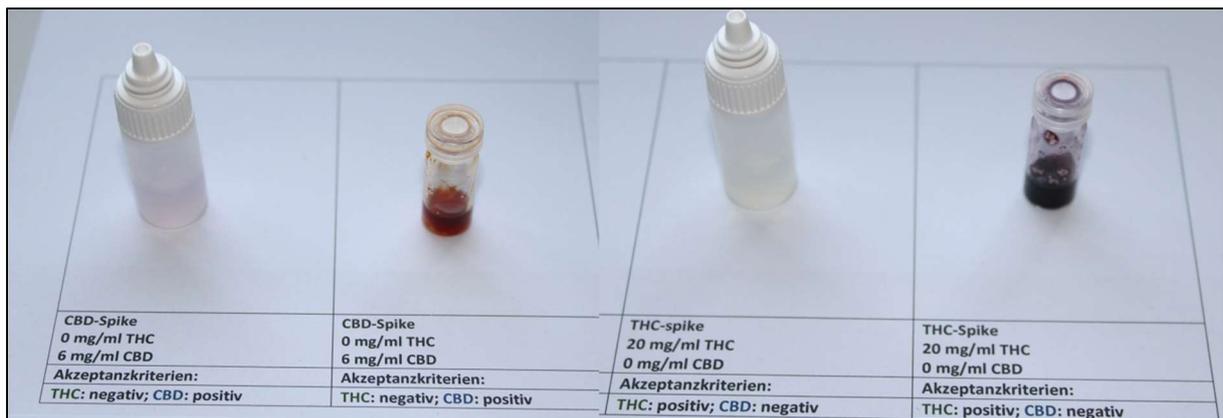


Abbildung 3: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am THC-Spike und CBD-Spike

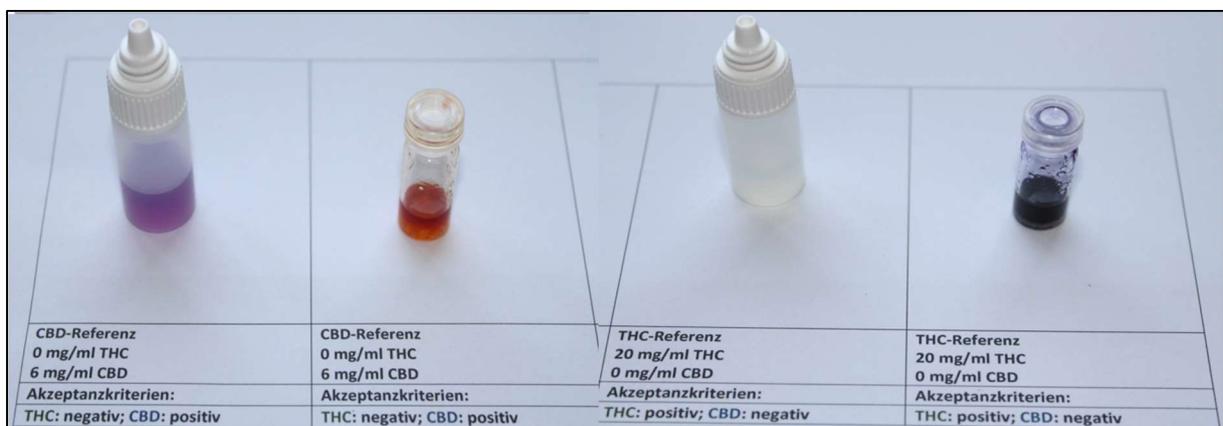


Abbildung 4: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am THC-Referenz und CBD-Referenz

Der Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6 wies in der ersten Stufe des Farbtests, nach der Reaktion mit dem Verdüner eine violette Färbung auf. In der zweiten Stufe des Farbtests, nach der Reaktion des Verdüner-Extraktes mit der Farbreaenz und dem Entwickler, ergab sich ein brauner Farbumschlag.

	<b>Validierungsbericht</b>	20.09.2024
Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6		

Die Farbumschläge aller weiteren untersuchten Substanzen entsprachen der in Abbildung 9 dargestellten Farbskala. Somit erfüllte der Tests für den Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6, 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
$\Delta^9$ -THC -Gehalt	0 mg/ml	0 mg/ml
CBD-Gehalt	0 mg/ml	0 mg/ml
Probenvolumen	100 $\mu$ l	-
Verdünner	2 ml	2 ml
Akzeptanzkriterium	THC: negativ CBD: negativ	THC: negativ CBD: negativ
Ergebnis	<b>THC: negativ</b> <b>CBD: negativ</b>	<b>THC: negativ</b> <b>CBD: negativ</b>



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

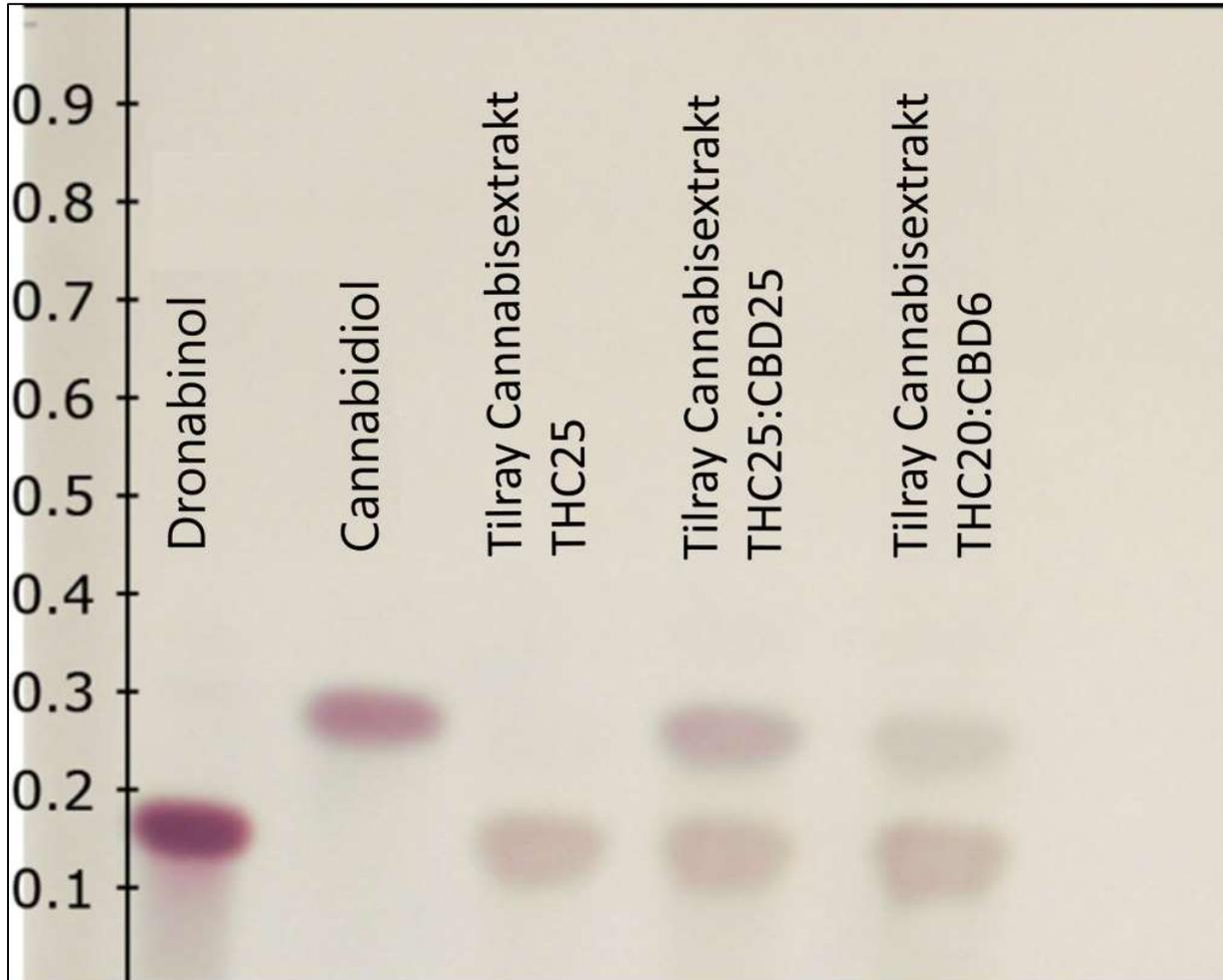


Abbildung 6: Auswertung der Dünnschichtchromatografie der Tilray Cannabisextrakte, sowie eines THC-Standards und eines CBD-Standards.

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-Schnelltests wurde der Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6 bei verschiedenen Volumina, wie in Tab. 8 beschrieben, getestet (75 %, 100 %, 125%).

	<b>Validierungsbericht</b>	20.09.2024
Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6		

Tabelle 8: Probenmengen für die Bestimmung der Robustheit

Probe	Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6	Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6	Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6
Anzahl (n)	<b>1</b>	Ergebnisse der Eignungsprüfung gelten hier ebenfalls.  <b>100 µl</b>	<b>1</b>
Δ <sup>9</sup> -THC -Gehalt	20 mg/ml		20 mg/ml
CBD-Gehalt	6 mg/ml		6 mg/ml
Probenvolumen	<b>75 µl</b>		<b>125 µl</b>
Verdünner	2 ml		2 ml
Anzahl	n = 1		n = 1
Akzeptanzkriterium	THC: positiv CBD: positiv	THC: positiv CBD: positiv	THC: positiv CBD: positiv
Ergebnis	<b>THC: positiv CBD: positiv</b>	<b>THC: positiv CBD: positiv</b>	<b>THC: positiv CBD: positiv</b>

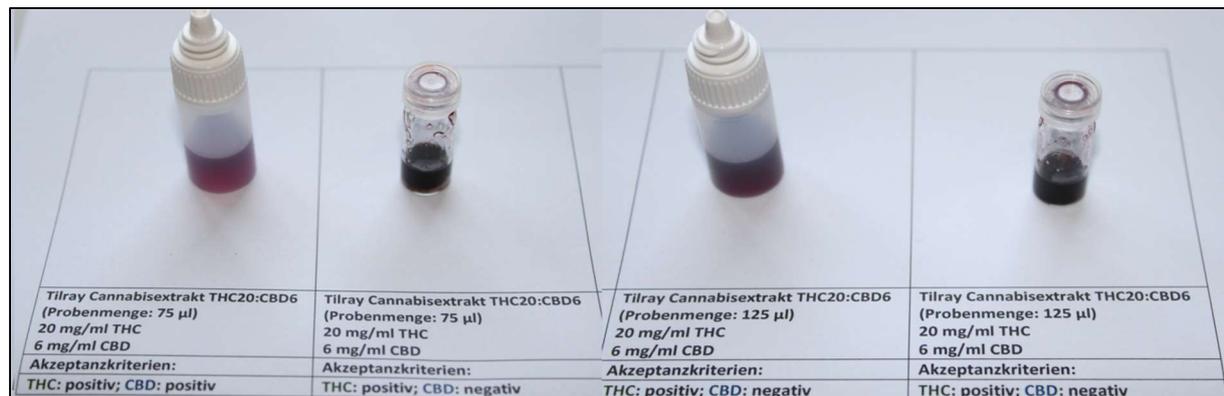


Abbildung 7: Fotos nach Durchführung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests mit Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6 (Probenvolumen: 75 µl und 125 µl)

Der Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6 wies in der ersten Stufe des Farbtests, nach der Reaktion mit dem Verdünner eine violette Färbung auf. In der zweiten Stufe des Farbtests, nach der Reaktion des Verdünner-Extraktes mit der Farbreagenz und dem Entwickler, ergab sich ein brauner Farbumschlag. Demnach erfüllte der Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6 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-Schnelltests wurde für die Bestimmung von THC und CBD Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6 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-Schnelltests zur alternativen Identitätsfeststellung des Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6.

	<b>Validierungsbericht</b>	20.09.2024
Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC20: CBD6		

## 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

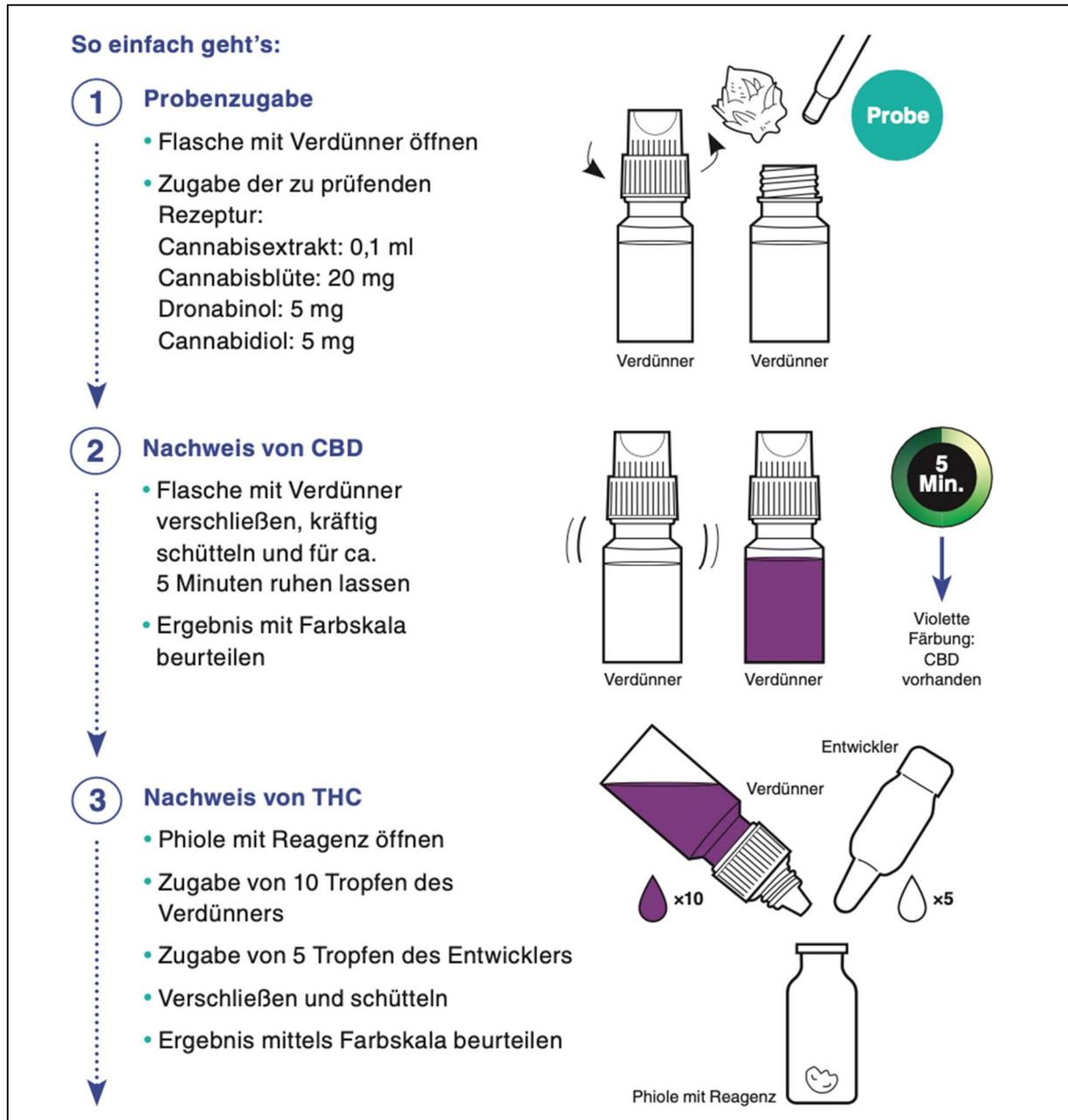


Abbildung 8: Handhabung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests

Validierung des Tilray Quick-ID THC-/CBD-Schnelltests am Tilray Cannabisextrakt THC20:CBD6

**Ergebnis ablesen**

	Verdüner 	Reagenz 
<b>KEIN THC/CBD</b>		
<b>THC</b>		
<b>THC &amp; CBD</b>		
<b>CBD</b>		

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