

Eingestellter Kolafluidextrakt
Colae extractum fluidum normatum
Extractum Colae fluidum normatum

Definition

Eingestellter Kolafluidextrakt wird aus **Eingestelltem Kolaextrakt (Colae extractum siccum normatum, ÖAB)** hergestellt.

Gehalt: 1,4 – 1,6 Prozent Coffein ($C_8H_{10}N_4O_2$; M_r 194,2).

Herstellung

Der Fluidextrakt wird aus 15 Teilen Kolaextrakt, 39 Teilen Wasser *R* und 46 Teilen Ethanol 96% *R* durch ein geeignetes Verfahren hergestellt.

Eigenschaften

Beschreibung: Klare, dunkel rotbraune Flüssigkeit.

Mischbarkeit: Kolafluidextrakt ist in Ethanol 70 % *R* klar löslich; in Ethanol 96 % *R* oder Wasser *R* löst es sich nicht klar.

Prüfung auf Identität

Dünnschichtchromatographie (2.2.27):

Untersuchungslösung: 1,0 g Kolafluidextrakt wird in 5 ml Ethanol 60% *R* gelöst.

Referenzlösung a: 25 mg Coffein *R* werden in 10 ml Ethanol 60% *R* gelöst.

Referenzlösung b: 50 mg Theobromin *R* werden in 10 ml Fließmittel gelöst. Die Lösung wird filtriert.

Platte: DC-Platte mit Kieselgel F_{254} *R* (5 bis 40 μ m) [oder DC-Platte mit Kieselgel F_{254} *R* (2 bis 10 μ m)]

Fließmittel: Wasser *R*, Methanol *R*, Ethylacetat *R* (10:13:77, *V/V/V*)

Auftragen: 20 μ l; bandförmig (10 mm) [oder 5 μ l; bandförmig (7 mm)]

Laufstrecke: 10 cm [oder 8 cm]

Trocknen: 5 min lang an der Luft

Detektion A: im ultravioletten Licht bei 254 nm

Ergebnis A: Die Zonenfolge in den Chromatogrammen der Referenzlösungen und der Untersuchungslösung ist aus nachstehender Abbildung ersichtlich. Die fluoreszenzmindernde Zone des Theobromins in der Untersuchungslösung kann, muss jedoch nicht unbedingt zu sehen sein.

Oberer Plattenrand	
Coffein: eine fluoreszenzmindernde Zone Theobromin: eine fluoreszenzmindernde Zone	eine fluoreszenzmindernde Zone (Coffein) eine fluoreszenzmindernde Zone (Theobromin)
Referenzlösungen	Untersuchungslösung

Detektion B: Die Platte wird mit einer Mischung gleicher Volumenteile Ethanol 96% R und Salzsäure R und danach mit einer unmittelbar vor Gebrauch hergestellten Lösung von 1 g Iod R und 1 g Kaliumiodid R in 100 ml Ethanol 96% R besprüht.

Ergebnis B: Das Chromatogramm der Untersuchungslösung zeigt eine rötlichbraune Hauptzone, die in Bezug auf Lage und Farbe der Zone im Chromatogramm der Referenzlösung a entspricht.

Oberer Plattenrand	
Coffein: eine rötlich-braune Zone	eine rötlich-braune Zone (Coffein)
Referenzlösung	Untersuchungslösung

Prüfung auf Reinheit

Ethanolgehalt (2.9.10): Mindestens 48,0 Prozent (V/V)

Methanol, 2-Propanol (2.9.11): Höchstens 0,05 Prozent (V/V) Methanol und höchstens 0,05 Prozent (V/V) 2-Propanol

Gehaltsbestimmung

Flüssigchromatographie (2.2.29):

Untersuchungslösung: 1,0 g Fluidextrakt wird in Fließmittel zu 50,0 ml gelöst.

Referenzlösung: 30,0 mg Coffein CRS und 15,0 mg Theobromin R werden in einem 100 ml Meßkolben in der mobilen Phase zu 100,0 ml gelöst. 10,0 ml Lösung werden in einem 100 ml Messkolben zu 100,0 ml verdünnt.

Säule:

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

Mobile Phase: Methanol R, Wasser R (25:75, V/V)

Durchflussrate: 1,0 ml·min⁻¹

Detektion: Spektrometer bei 272 nm

Einspritzen: 20 μ l

Der Prozentgehalt an Coffein wird nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{m_2 \cdot A_1 \cdot 50 \cdot p}{m_1 \cdot A_2}$$

A_1 = Fläche des Coffein-Peaks im Chromatogramm der Untersuchungslösung

A_2 = Fläche des Coffein-Peaks im Chromatogramm der Referenzlösung

m_1 = Einwaage des Extraktes in der Untersuchungslösung in Gramm

m_2 = Einwaage von Coffein CRS in der Referenzlösung in Gramm

p = Prozentgehalt an Coffein in Coffein CRS

Lagerung

Vor Licht geschützt, in gut schließenden Gefäßen.