

**Eingestellter Kolaextrakt**  
**Colae extractum siccum normatum**  
*Extractum Colae normatum*

**Definition**

Eingestellter Kolaextrakt wird aus **Kolasamen (Colae semen, Ph. Eur.)** hergestellt.  
*Gehalt:* 9,5 – 10,5 Prozent Coffein ( $C_8H_{10}N_4O_2$ ;  $M_r$  194,2).

**Herstellung**

Der Extrakt wird aus Kolasamen und einer Mischung aus Ethanol 96 % *R* und Wasser *R* nach einem geeigneten Verfahren hergestellt.

**Eigenschaften**

*Beschreibung:* Braunes Pulver.

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

**Prüfung auf Identität**

Dünnschichtchromatographie (Ph. Eur. 2.2.27)

*Untersuchungslösung:* 0,15 g Kolaextrakt 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  $\mu m$ ) [oder DC-Platte mit Kieselgel  $F_{254}$  *R* (2 bis 10  $\mu m$ )]

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

*Auftragen:* 20  $\mu l$ ; bandförmig (10 mm) [oder 5  $\mu l$ ; 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 vorhanden sein.

<b>Oberer Plattenrand</b>	
Coffein: eine fluoreszenzmindernde Zone  Theobromin: eine fluoreszenzmindernde Zone	eine fluoreszenzmindernde Zone (Coffein)  eine fluoreszenzmindernde Zone (Theobromin)
<b>Referenzlösungen</b>	<b>Untersuchungslösung</b>

*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.

<b>Oberer Plattenrand</b>	
Coffein: eine rötlich-braune Zone	eine rötlich-braune Zone (Coffein)
<b>Referenzlösung</b>	<b>Untersuchungslösung</b>

### **Prüfung auf Reinheit**

*Trocknungsverlust* (2.8.17): Höchstens 5,0 %

### **Gehaltsbestimmung**

Flüssigchromatographie (Ph. Eur. 2.2.29):

*Untersuchungslösung:* 0,15 g Extrakt 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:  $l = 0,25 \text{ m}$ ,  $\varnothing = 4,6 \text{ mm}$

- Stationäre Phase: octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie *R* ( $5 \mu\text{m}$ )

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

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

*Detektion:* Spektrometer bei 272 nm

*Einspritzen:* 20  $\mu\text{l}$

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.