

CAESAR & LORETZ GmbH Herderstr. 31 D-40721 Hilden	Prüfanweisung Nr. 2481 Oleum Cacao plv. (sprühgetrocknet)	
---	--	---

Art.-Nr.: 2481	Oleum Cacao plv. (sprühgetrocknet); Kakaobutter
1. Definition	Kakaobutter ist das durch Abpressen gewonnene, filtrierte oder zentrifugierte Fett aus Kakaokernen oder Kakaomasse von Samen von Theobroma cacao L.
2. Qualitätsdaten 2.1. Eigenschaften 2.1.1. Aussehen 2.1.2. Geruch / Geschmack 2.1.3. Löslichkeit / Mischbarkeit 2.2. Identität 2.2.1. Dünnschichtchromatographie Untersuchungslösung Referenzlösung Stationäre Phase Fließmittel Laufstrecke Detektion Auswertung 2.3. Reinheit 2.3.1. Brechungsindex (40 °C) 2.3.2. Schmelztemperatur in der offenen Kapillare	Blassgelbliches Pulver; Geschmolzene Kakaobutter muss in 1 cm Schichtdicke klar sein. Schwacher, angenehmer, kakaoartiger Geruch und milder, eigenartiger Geschmack. Sehr leicht löslich in Ether und Petroläther, schwer löslich in wasserfreiem Ethanol. 20 mg Substanz in 3 ml Dichlormethan R; 2 µl auftragen. I) 20 mg Substanz mit bekannter Identität in 3 ml Dichlormethan R; 2 µl auftragen. II) 20 mg Maisöl in 3 ml Dichlormethan R; 2 µl auftragen. HPTLC-Fertigplatten RP-18 F ₂₅₄ 1. Ether R 2. Dichlormethan R : wasserfreie Essigsäure R : Aceton R 20:40:50 2mal mit Fließmittel 1 über 0,5 cm und anschließend 2mal mit Fließmittel 2 über 8 cm 10% Molybdatophosphorsäure R in Ethanol 96% R Die erwärmte Platte wird besprüht und anschließend im Tageslicht ausgewertet. Das Chromatogramm der Referenzlösung II zeigt mehrere Zonen im mittleren Bereich. Im Chromatogramm der Untersuchungslösung und Referenzlösung I sind mehrere Zonen im Bereich vom unteren zum mittleren Drittel zu erkennen. 1,456 bis 1,459 30 bis 35 °C. Etwa 10 g Substanz werden bei ca. 30 °C geschmolzen, in eine Kapillare gefüllt und 2 Stunden lang bei etwa 4 °C gekühlt. Von der erstarrten Substanz wird die Schmelztemperatur in der offenen Kapillare (2.2.15) bestimmt, wobei die Temperatur zwischen 20 und 30 °C um höchstens 1 °C in der Minute und von 30 °C an nur noch um höchstens 0,2 °C in der Minute steigen darf.

CAESAR & LORETZ GmbH Herderstr. 31 D-40721 Hilden	Prüfanweisung Nr. 2481 Oleum Cacao plv. (sprühgetrocknet)	
---	--	---

2.3.3. Absorption	Die Absorption (2.2.25) einer Lösung der Substanz ($10 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) in Cyclohexan R, nach Waschen mit Alkalihydroxid-Lösung im Maximum bei 270 nm gemessen, darf höchstens 0,18 betragen. 2,0 g Substanz werden in einem Becherglas unter schwachem Erwärmen geschmolzen und in 5 ml Cyclohexan R gelöst. Die Lösung wird in einen 100-ml-Scheidetrichter gebracht und das Becherglas mit 5 ml Cyclohexan R ausgespült. Nach Zusatz von 3 ml Natriumhydroxid-Lösung 16% wird 2 bis 3 min lang schwach geschüttelt. Die wässrige Phase wird verworfen und die organische Phase 7mal mit je 3 ml Wasser R gewaschen. Zur organischen Phase werden 5 ml Cyclohexan R gegeben; über wasserfreiem Natrium-sulfat R wird getrocknet, abfiltriert und die organische Phase auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft. 0,100 g des Rückstandes werden in Cyclohexan R zu 10,0 ml gelöst. Die Absorption der Lösung wird bei 270 nm gemessen.
2.3.4. Säurezahl	Höchstens 3,5 10,00 g Substanz werden unter Erwärmen auf dem Wasserbad am Rückflusskühler in 50 ml des vorgeschriebenen Lösungsmittelgemisches gelöst (2.5.1).
2.3.5. Iodzahl	33 bis 42
2.3.6. Verseifungszahl	192 bis 198 Die Bestimmung erfolgt mit 2,00 g Substanz.
2.3.7. Unverseifbare Anteile	Höchstens 0,4 % Zur Bestimmung werden etwa 10,00 g der Substanz in einen 250 ml fassenden Kolben aus gegen Alkali widerstandsfähigem Glas eingewogen und mit einer Lösung von 5 g Kaliumhydroxid R in 50 ml Ethanol 96% R 1 Stunde lang unter Rückflusskühlung gekocht. Nach dem Abkühlen bringt man die alkoholische Seifenlösung in einen Scheidetrichter, versetzt mit 60 ml Wasser und schüttelt zunächst mit 50 ml und sodann 3 mal mit je 30 ml Petroläther (40-60°C) aus. Eventuell auftretende Emulsionen beseitigt man durch Zusatz von Kaliumchlorid R oder einer konzentrierten Lösung dieses Salzes. Die mit 3 mal 20 ml Wasser gewaschene Petrolätherlösung wird mit wasserfreiem Natriumsulfat R durchgeschüttelt; man filtriert in einen Kolben, wäscht mit Petroläther (40-60°C) nach und dampft zur Trockene ein. Der Rückstand wird mit einer Lösung von 2 g Kaliumhydroxid R in 15 ml Ethanol 96% R nochmals 1 Stunde lang verseift, in gleicher Weise wie oben mit Wasser verdünnt und 3 mal mit je 30 ml Petroläther (40-60°C) extrahiert. Die vereinigten Petrolätherauszüge schüttelt man mehrmals mit je 5-10 ml Wasser bis zum Verschwinden der alkalischen Reaktion. Hierauf bringt man die, wenn nötig, filtrierte Lösung in ein tariertes Kölbchen, destilliert den Petroläther am Rotavapor ab und trocknet den Rückstand bei 103-105° bis zur Gewichtskonstanz. Unverseifbare Anteile in % = $\frac{a \times 100}{e}$ a = Gewicht des Rückstandes in Gramm e = Einwaage der Substanz in Gramm
2.3.8. Verdorbenheit	Die Substanz darf nicht ranzig riechen und schmecken.
2.3.9. Peroxidzahl	Höchstens 3
3. <u>Hinweis</u>	Sofern keine Angaben gemacht werden, erfolgen die Prüfungen nach den Methoden des jeweils gültigen Arzneibuchs.
4. <u>Literatur</u>	DAB 1999 Ph.Eur. 1997, Seite 52, Punkt 2.3.2 ÖAB 1991 (Unverseifbare Anteile)