

Bericht P1796_21_03
für Natura Trading BV, Eindhoven

Bestimmung von L-DOPA in einem Mucuna
Pruriens Extrakt



BioTeSys BioTeSys GmbH, Schelztorstraße 54-56, D-73728 Esslingen

Kontakt:

BioTeSys GmbH

Schelztorstrasse 54-56
73728 Esslingen

Dr. Roland Wacker

Tel.: +49 (0) 711 310571 46
Fax: +49 (0) 711 310571 51
E-Mail: r.wacker@biotesys.de

Natura Trading BV

Weegschaalstraat 3
5632 CW Eindhoven, Niederlande

Frank Wenzinger

Tel.: +43 (0) 660 2603276
E-Mail: wenzinger@natura-trading.com

Titel: Bestimmung von L-DOPA in Mucuna Pruriens Extrakt

Art der Proben: Pflanzenextrakt

Methode: UPLC-UV

SOP-Nr.: SOP_S1796_21 V1.0 (02.11.2021)

Projektnummer: BTS1999/23

Berichtsnummer: P1796_21_03

Qualifikation:

- akkreditiert nach ISO / IEC 17025
- validiertes Verfahren
- Partnerlabor, Unterauftragnehmer

Probeneingang: 13.04.2023

Messdatum: 25.04.2023

Abkürzungen

CoA:	Certificate of Analysis
DAD:	Diode Array Detector
FA:	Ameisensäure
MeOH:	Methanol
RSD:	Relative standard deviation
SD:	Standard deviation
SOP:	Standard operating procedure

Inhalt

1	Aufgabenstellung	4
2	Proben	4
3	Methode & Technik	4
3.1	Probenansatz	4
3.2	Analyse	5
3.3	Kalibration	5
4	Ergebnisse	6
5	Zusammenfassung	8

1 Aufgabenstellung

In den vorliegenden Proben sollen die Gehalte an L-DOPA in Kapselfüllungen und Extrakten quantifiziert werden.

2 Proben

Die eingesandten Proben sind in nachfolgender Tabelle aufgelistet. Es handelt sich dabei um Kapselprodukte und Pflanzenextrakt.

Tab. 1: Probenliste

Nummer	Probenkennzeichnung	Proben ID	Probeneingang
1	Premium Mucuna Pruriens ^{HFQ} Nahrungsergänzungsmittel 410 mg / 180 Kapseln LOT.: MPC180-123, MHD: 31.01.2025	179621030519	13.04.2023
3	Premium Mucuna Pruriens ^{HFQ} Nahrungsergänzungsmittel 410 mg / 120 Kapseln LOT.: MPC120-0123, MHD: 31.01.2025	179621030521	13.04.2023
2	Premium Mucuna Pruriens ^{HFQ} Nahrungsergänzungsmittel 60 g Pulver / 240 Portionen LOT.: MPP60-0123, MHD: 31.01.2025	179621030520	13.04.2023
4	Poolprobe aus Füllung 1 und 3 LOT.: MPC-0123, MHD: 31.01.2025		

3 Methode & Technik

Die quantitative Bestimmung von L-DOPA erfolgt mit einem UPLC-DAD -Verfahren. Die zwei unterschiedlichen Abpackungen der Kapseln identischer Charge werden als Poolprobe analysiert.

3.1 Probenansatz

Aus jeweils 6 Kapseln beider Gebinde 1 und 3 wird eine Poolprobe der Kapselfüllungen erstellt und diese im weiteren als Probe 4 bezeichnet. Von der Poolprobe 4 sowie der Extraktprobe 2 werden jeweils 20 mg in 10 ml Extraktionspuffer (5 % Methanol, 0.1 % Ameisensäure in Reinstwasser) gelöst, 30 min im Ultraschallbad bei Raumtemperatur inkubiert, filtriert durch

ein 0.22 µm Spritzenfilter und mit Extraktionspuffer auf eine Konzentration von ca. 40 µg/ml L-DOPA verdünnt.

3.2 Analyse

Die Analyse fand mit einer Thermo Vanquish UHPLC-Anlage statt:

UPLC-System: Thermo Fisher Scientific Vanquish Flex, VF-D11 Diode Array Detector
 Säule: WATERS Acquity BEH C18, 2.1 x 100 mm, 1.7 µ
 Fluss: 0.4 ml/min (5 min Laufzeit)
 Injektion: 1 µl
 Detektion: 280 nm Wellenlänge
 Isokratische Elution: 2 % Methanol, 0.1 % Ameisensäure in Wasser

3.3 Kalibration

Die Anlage wurde mit einem geeigneten EDQM-Standard im Bereich von 2 – 100 µg/ml L-DOPA in Reinstwasser kalibriert. Die Richtigkeit wurde mit einer weiteren Charge L-DOPA eines anderen Herstellers in 2 Verdünnungsstufen kontrolliert.

Tab. 2: Standard- und Kontrollmaterial

Standard	Hersteller	Produktnummer	Charge	Lieferdatum	Reinheit CoA (%)	Verwendung
L-DOPA	Sigma	D9628-5g	SLC80627	02.11.2021	100.0	QC
L-DOPA	Supelco	PHR1271	LRAC2957	02.11.2021	99.7	QS

QS: Standard für Quantifizierung, QC: Kontrollsubstanz.

4 Ergebnisse

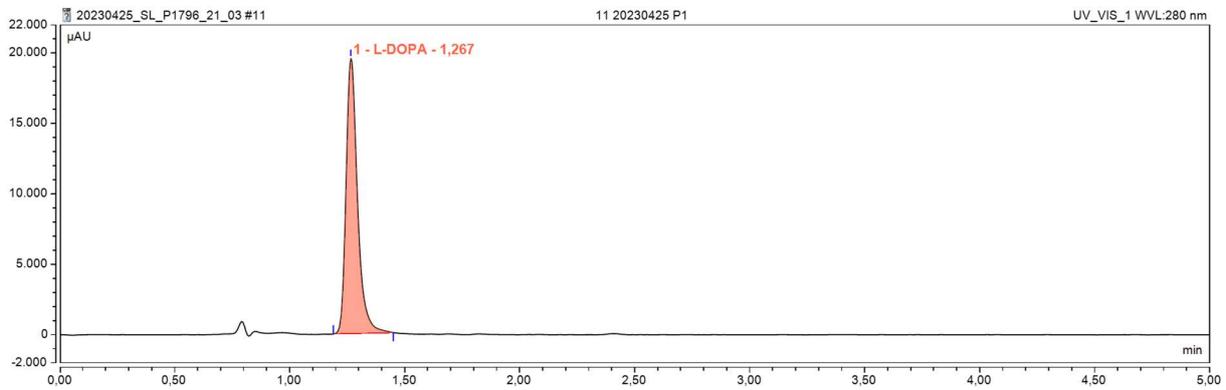


Fig. 1: UV-DAD-Chromatogramm der Probe 4 (Poolprobe Kapselfüllung) extrahiert auf 280 nm Wellenlänge.

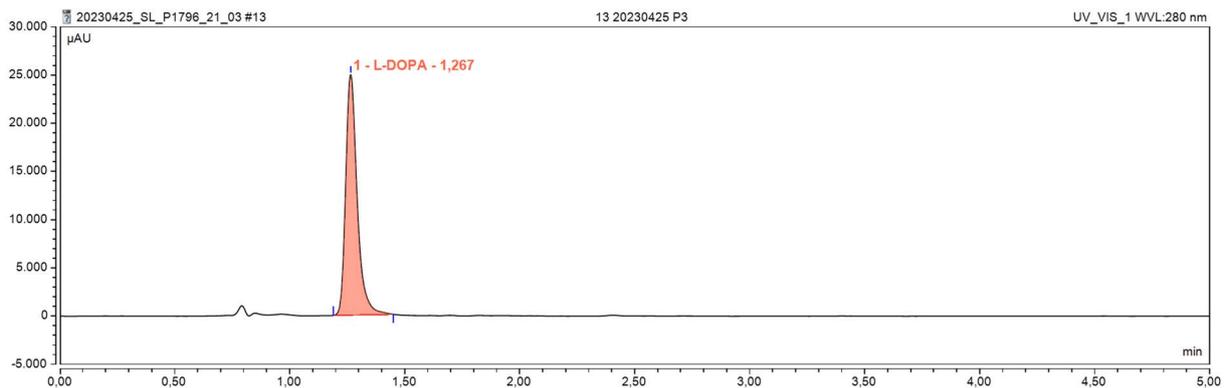


Fig. 2: DAD-UV-Chromatogramm der Probe 2 (Extraktprobe P179621030520) extrahiert auf 280 nm Wellenlänge.

In nachfolgenden Tabellen sind die Ergebnisse der Untersuchungen im Überblick dargestellt:

Tab. 3: Ergebnisse der Kapselfüllungsanalysen

Nummer	Probenkennzeichnung	Mittelwert Füllungsmasse [mg]	SD Füllungsmasse [mg]	RSD Füllungsmasse [%]
1	Premium Mucuna Pruriens ^{HFQ} Nahrungsergänzungsmittel 410 mg / 180 Kapseln LOT.: MPC180-123, MHD: 31.01.2025	463.87 (N=6)	33.91 (N=6)	7.3 (N=6)
3	Premium Mucuna Pruriens ^{HFQ} Nahrungsergänzungsmittel 410 mg / 120 Kapseln LOT.: MPC120-0123, MHD: 31.01.2025	473.56 (N=6)	25.11 (N=6)	5.3 (N=6)
4	Poolprobe aus Füllung 1 und 3 LOT.: MPC-0123, MHD: 31.01.2025	468.71 (N=12)	28.89 (N=12)	6.2 (N=12)

Tab. 4: Ergebnisse der L-DOPA-Gehaltsbestimmungen

Nummer	Probenkennzeichnung	Mittelwert Gehalt [%m/m]	SD Gehalt [%m/m]	RSD Gehalt [%]
2	Premium Mucuna Pruriens ^{HFQ} Nahrungsergänzungsmittel 60 g Pulver / 240 Portionen LOT.: MPP60-0123, MHD: 31.01.2025	42.59 (N=2)	0.659 (N=2)	1.5 (N=2)
4	Poolprobe aus Füllung 1 und 3 LOT.: MPC-0123, MHD: 31.01.2025	37.34 (N=2)	1.081 (N=2)	2.9 (N=2)

Basierend auf den Ergebnissen der Kapselinhaltsbestimmungen (Tab. 3) und der Ergebnisse von Probe 4 der Gehaltsbestimmungen (Tab. 4) errechnet sich im Mittel ein:

Gehalt LOT MPC180- / MPC120-0123 von 175.01 mg L-DOPA pro Kapsel.

5 Zusammenfassung

Die vorliegende Methode ermöglicht die Bestimmung von L-DOPA in den eingeschickten *Mucuna Pruriens* Proben mittels UHPLC-Trennung und UV-Detektion nach vorwiegend wässriger Extraktion.

Die Ergebnisse sind in sehr guter Übereinstimmung mit den deklarierten L-DOPA-Angaben auf den Gebinden.

Die Ergebnisse beziehen sich auf den Zustand der Proben, wie sie zu BioTeSys gelangt sind.

Unstimmigkeiten bei Lagerung oder Transport können die Ergebnisse gravierend verfälschen. Dafür kann die BioTeSys GmbH keine Verantwortung übernehmen.

Die Gewährleistung der BioTeSys erstreckt sich auf die Anwendung der wissenschaftlichen Sorgfalt sowie auf die Einhaltung der anerkannten Regeln der Technik. Soweit nicht ausdrücklich schriftlich anders vereinbart, übernimmt BioTeSys keine Gewährleistung hinsichtlich der Eignung der Analyseergebnisse für irgendeinen bestimmten Zweck. Der vorliegende Prüfbericht darf ohne Genehmigung der BioTeSys GmbH nicht auszugsweise vervielfältigt werden.

25.04.2023



Datum

Abteilungsleitung Analytik / TL
Dr. Roland Wacker