

!!! Neue ÖAB-Monographien !!!

Die folgenden revidierten Monographien sind für die Aufnahme in das ÖAB (Österreichisches Arzneibuch) vorgesehen. Stellungnahmen zu den Entwürfen sind bis zum **30. November 2008** an folgende Adressen zu schicken (bevorzugt als e-mail):

Rapporteur:

Dr. Martin Punzengruber
Chem.pharm. Laboratorium
der Österreichischen Apothekerkammer
Michelbeuerngasse 1A
A-1090 Wien
Tel:+43/1/49414 170
Fax:+43/1/4088440
e-mail: martin.punzengruber@potheker.or.at

Österreichische Arzneibuchbehörde:

Min.Rat. Mag. pharm. Yvonne Gaspar
Abt. III/A/2: Arzneimittel und Medizinprodukte
Bundesministerium für Gesundheit, Familie und Jugend
Radetzkystr. 2
A-1031 Wien
Tel:+43/1/71100-4729
eFax: +43/1/7134404-1454
e-mail: yvonne.gaspar@bmgfj.gv.at

Vorwort

Die derzeit gültigen Tee-Monographien im ÖAB entsprechen nicht dem **Style-Guide** der Ph.Eur. Die Bezeichnung der Drogen bei einigen Teemischungen entspricht nicht der Nomenklatur der Ph.Eur.

Die Monographien wurden daher redaktionell überarbeitet.

M. Punzengruber, Chem. Pharm. Laboratoriums der Österreichischen Apothekerkammer

+++++

Ameisensäure 98%
Acidum formicicum 98 per centum
Acidum formicicum concentratum

Definition

Ameisensäure 98 % enthält mindestens 98,0 und höchstens 100,5 Prozent (m/m) CH₂O₂ (M_r: 46,03).

Eigenschaften

Klare, farblose Flüssigkeit; mischbar mit Wasser, Ethanol 96% und Ether.

Prüfung auf Identität

- A. Eine Mischung von 2 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* und 1 Tropfen Phenolphthalein-Lösung *R* wird bis zur Entfärbung tropfenweise mit Ameisensäure 98% versetzt. Einen Teil der Lösung versetzt man mit Silbernitrat-Lösung *R* 2. Es tritt

zunächst keine Veränderung ein. Allmählich, rascher beim Erhitzen, wird die Lösung grau und trüb durch Ausscheidung von metallischem Silber.

- B. Versetzt man den Rest der Lösung mit Eisen-III-chlorid-Lösung *R*, so färbt sich die Lösung orangerot bis braunrot.
- C. Erwärmt man eine Mischung von 5 Tropfen Ameisensäure 98% und 1 ml Wasser *R* mit 1 ml Quecksilber-II-chlorid-Lösung *R*, so fällt ein weißer, feinkristalliner Niederschlag aus. Wird dieser abfiltriert und ausgewaschen, so färbt er sich beim Auftropfen von verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* schwarz.
- D. Die Substanz entspricht der „Gehaltsbestimmung“.

Prüfung auf Reinheit

Prüflösung: Der bei der Prüfung auf Reinheit „Verdampfungsrückstand“ erhaltene Rückstand wird durch zweimaliges Erwärmen mit je 15 ml Wasser *R* gelöst. Nach dem Erkalten wird die Lösung mit Wasser *R* zu 50 ml ergänzt.

Aussehen: Die Substanz muss klar (2.2.1) und farblos (2.2.2, Methode II) sein.

Relative Dichte (2.2.5): 1,217 bis 1,223

Chromatographische Reinheit: Flüssigchromatographie (2.2.29):

Untersuchungslösung: 0,500 g Substanz werden in der mobilen Phase zu 100,0 ml gelöst.

Referenzlösung I: 0,500 g wasserfreie Essigsäure *R* werden in der mobilen Phase zu 100,0 ml gelöst (Stammlösung). 2 ml Stammlösung und 1 ml Untersuchungslösung werden mit der mobilen Phase zu 100 ml ergänzt.

Referenzlösung II: 0,5 ml Stammlösung werden mit der mobilen Phase zu 100,0 ml ergänzt.

Referenzlösung III: 0,1 ml Untersuchungslösung werden mit der mobilen Phase zu 100,0 ml ergänzt.

Säule:

- Größe: $l = 0,15 \text{ m}$; $\varnothing = 4,6 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: hydrophilisiertes octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie R ($4\mu\text{m}$).¹
- Temperatur: 25°C

Mobile Phase:

Eine wässrige Lösung von Kaliumdihydrogenphosphat *R* ($2,72 \text{ g l}^{-1}$), die mit Phosphorsäure 10% *R* auf einen pH-Wert (2.2.3) 2,9 eingestellt wird.

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

Detektion: Spektrometer bei 220 nm.

Einspritzen: je 20 μl .

Das Chromatogramm der Untersuchungslösung wird für die 3fache Dauer der Retentionszeit der Ameisensäure aufgezeichnet.

Eignungsprüfung:

- *Retentionszeiten*

Ameisensäure: etwa 2,2 min

Essigsäure: etwa 3,8 min

- *Auflösung*

Mindestens 5,0 zwischen den Peaks der Ameisensäure und der Essigsäure im Chromatogramm der Referenzlösung I.

Auswertung:

- *Grenzwerte*

Essigsäure: nicht größer als die Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung II (0,5 Prozent).

Jede weitere Verunreinigung: nicht größer als die Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung III (0,1 Prozent).

Summe aller weiteren Verunreinigungen: nicht größer als das 3fache der Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung III (0,3 Prozent).

Ohne Berücksichtigung bleiben: Peaks, deren Fläche kleiner sind als das 0,5fache der Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung III (0,05 Prozent).

Chlorid (2.4.4) – höchstens 10 ppm: 12,5 ml Prüflösung werden mit Wasser *R* zu 15 ml verdünnt. Die Lösung muss der Grenzprüfung auf Chlorid entsprechen.

Sulfat (2.4.13) – höchstens 50 ppm: 7,5 ml Prüflösung werden mit Wasser *R* zu 15 ml verdünnt. Die Lösung muss der Grenzprüfung auf Sulfat entsprechen.

Sulfit: Die Mischung von 0,5 ml Substanz und 12,0 ml Natriumhydroxid-Lösung ($1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) muss nach Zusatz von 0,5 ml Jod-Lösung ($0,005 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 0,2 ml Stärke-Lösung *R* blau gefärbt sein.

Schwermetalle (2.4.8) – höchstens 10 ppm: 5 ml Prüflösung werden mit Wasser *R* zu 20 ml ergänzt. 12 ml dieser Lösung müssen der Grenzprüfung A auf Schwermetalle entsprechen. Zur Herstellung der Referenzlösung wird die Blei-Lösung (1ppm Pb) *R* verwendet.

¹ Synergi Hydro RP, Phenomenex ist geeignet

Verdampfungsrückstand: höchstens 0,01 Prozent:

20,0 g Substanz werden auf dem Wasserbad eingedampft. Der Rückstand wird im Trockenschrank bei 100 bis 105°C getrocknet. Die Masse des Rückstands darf höchstens 2 mg betragen.

Der Rückstand dient zur Herstellung der Prüflösung.

Gehaltsbestimmung:

1,000 g Substanz, mit 20 ml Wasser *R* verdünnt, wird nach Zusatz von 1 ml Phenolphthalein-Lösung *R* mit Natriumhydroxid-Lösung ($1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) bis zur Rosafärbung titriert.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung ($1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) entspricht 46,03 mg CH_2O_2 .

Lagerung

Dicht verschlossen