

!!! NEUE ÖAB-MONOGRAPHIE !!!

Die folgende revidierte Monographie ist für die Aufnahme in das ÖAB (Österreichisches Arzneibuch) vorgesehen. Stellungnahmen zu diesem Gesetzesentwurf sind **bis zum 31.01.2008** an folgende Adresse zu schicken (bevorzugt als e-mail):

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
Fax: +43/1/7134404-1454
e-mail: yvonne.gaspar@bmgfj.gv.at

VORWORT

Die derzeit gültige Monographie im ÖAB entspricht nicht dem Stand der Wissenschaft und ist methodisch nicht mit Ph.Eur. harmonisiert.

Als Grundlage für die Revision wird die Monographie gemäß DAB mit folgenden Änderungsvorschlägen herangezogen:

GC / Benzol:

Verwendung derselben Phase wie für die Bestimmung von Benzol in Ethanol. Verwendung von Helium als Trägergas. Optimierung des Temperaturprogramms.

GC / Hexan:

Verwendung der gebräuchlicheren DB 5 – Phase. Verwendung von Helium als Trägergas. Optimierung des Temperaturprogramms.

Destillationsbereich:

Methodische Vereinfachung auf Ph.Eur. 2.2.11.

Prüfung auf Tetraethylblei:

Aufgrund der Stellungnahme der Firma Shell (ebenso bestätigt von Exxon / Mobil) wird beantragt, den Prüfpunkt zu streichen.

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

ÖAB 2008/003

BENZIN

BENZINUM

Definition

Benzin ist ein Gemisch niedrig siedender, gesättigter Kohlenwasserstoffe einschließlich C_6H_{14} .

Eigenschaften

Aussehen: Klare, farblose, leicht bewegliche und leicht entzündbare, flüchtige Flüssigkeit.

Löslichkeit: Praktisch unlöslich in Wasser; mischbar mit Ethanol, Ether, ätherischen und fetten Ölen (außer Rizinusöl).

Prüfung auf Reinheit

Aussehen: Die Substanz muß klar (2.2.1) und farblos (2.2.2, Methode II) sein und darf nicht im Tageslicht fluoreszieren.

Sauer oder alkalisch reagierende Substanzen: Nach dem Schütteln von 10 ml Substanz mit 5 ml kohlendioxidfreiem Wasser R und 0,25 ml Phenolrot – Lösung R muss die wässrige Schicht gelb gefärbt sein und nach Zusatz von 0,05 ml Natriumhydroxid – Lösung ($0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) nach Rot umschlagen.

Relative Dichte (2.2.5): 0,642 bis 0,656

Destillationsbereich (2.2.11): Zwischen 40 und 60° C müssen mindestens 75 Prozent (V/V) übergehen. Zur Bestimmung des Siedebereichs werden 100 ml Substanz destilliert.

Fremder Geruch, nichtflüchtige Substanzen: 5 ml Substanz dürfen, langsam auf ein Rundfilter von 11 cm Durchmesser getropft, bei und nach dem Verdunsten keinen fremden Geruch zeigen und auf dem Papier keinen transparenten Fleck hinterlassen.

Schwefelverbindungen, reduzierende Substanzen: 2 ml ammoniakalische Silbernitrat – Lösung R dürfen sich beim Schütteln mit 10 ml Substanz innerhalb 15 min nicht verändern.

Benzol: Höchstens 10 ppm (V/V).

Gaschromatographie (2.2.28).

Interner Standard: Toluol R.

Untersuchungslösung: 100µl Toluol R werden mit der Substanz zu 100,0 ml verdünnt. 2,5 ml dieser Mischung werden mit der Substanz zu 250,0 ml verdünnt.

Referenzlösung: 100µl Benzol R werden mit der Untersuchungslösung zu 100,0 ml verdünnt. 1,0 ml dieser Mischung wird mit der Untersuchungslösung zu 100,0 ml verdünnt.

Säule

- Material: Quarzglas
- Größe: $l = 30\text{m}$, $\varnothing = 32\text{mm}$
- Stationäre Phase: Poly[(cyanopropyl)(phenyl)][dimethyl]siloxan R (Filmdicke 1,8 µm)

Trägergas: Helium zur Chromatographie R

Durchflussrate: $2,3\text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

Splitverhältnis: 1:5

Temperatur

	Zeit (min)	Temperatur (°C)	Rate (°C • min ⁻¹)
Säule	0-12	40	
	12-32	40-240	10
	32-42	240	
Proben- einlass		260	
Detektor		260	

Detektion: Flammenionisation

Einspritzen: 1 µl

Aufzeichnungsdauer : etwa 40 min.

Auswertung

In den Chromatogrammen der Untersuchungs- und der Referenzlösung wird jeweils das Verhältnis der Peakfläche des Benzols zur Peakfläche des Toluols bestimmt. Der Verhältniswert der Untersuchungslösung darf nicht größer sein als die Hälfte des Verhältniswertes der Referenzlösung.

Hexan: Höchstens 2 Prozent (V/V).

Gaschromatographie (2.2.28).

Interner-Standard-Lösung: 0,1 ml Heptan R werden mit Toluol R zu 100,0 ml verdünnt.

Untersuchungslösung: 1,0 ml Substanz wird mit Interner-Standard-Lösung zu 10,0 ml verdünnt.

Referenzlösung: 0,1 ml Hexan R werden mit Interner-Standard-Lösung zu 50,0 ml verdünnt.

Säule

- Material: Quarzglas
- Größe: $l = 30\text{m}$, $\varnothing = 0,53\text{ mm}$
- Stationäre Phase: Poly(dimethyl)(diphenyl)siloxan R (Filmdicke 5 μm)

Trärgas: Helium zur Chromatographie R

Durchflussrate: 6,2 ml \cdot min⁻¹

Splitverhältnis: 1:25

Temperatur

	Zeit (min)	Temperatur (°C)	Rate (°C \cdot min ⁻¹)
Säule	0-12	40	
	12-32	40-240	10
	32-42	240	
Proben- einlass		260	
Detektor		260	

Detektion: Flammenionisation

Einspritzen: 1 μl

Aufzeichnungsdauer : etwa 40 min.

Auswertung

In den Chromatogrammen der Untersuchungs- und der Referenzlösung wird jeweils das Verhältnis der Peakfläche des Hexans zur Peakfläche des Heptans bestimmt. Der Verhältniswert der Untersuchungslösung darf nicht größer sein als der Verhältniswert der Referenzlösung.

Verhalten gegen Schwefelsäure: 5 ml Schwefelsäure R dürfen sich bei 5 min langem Schütteln mit 5 ml Substanz nicht verändern.

Nichtflüchtige Bestandteile: höchstens $0,01\text{g} \cdot \text{l}^{-1}$

50 ml Substanz werden auf dem Wasserbad verdampft. Der im Trockenschrank bei 100 bis 105° C getrocknete Rückstand darf höchstens 0,5 mg betragen.

Lagerung

Dicht verschlossen, vor Licht geschützt

Verunreinigungen

- A. Benzol
- B. Hexan