

!!! NEUE ÖAB-MONOGRAPHIE !!!

Die folgende revidierte Monographie ist für die Aufnahme in das ÖAB (österreichisches Arzneibuch) vorgesehen. Stellungnahmen dazu sind bis zum 31.8.2009 an folgende Adresse zu schicken (bevorzugt als e-mail):

Min.Rat. Mag.pharm. Yvonne Gaspar
Bundesministerium für Gesundheit
Radetzkystr. 2
A-1031 Wien
Tel: +43/1/71100-4729
Fax: +43/1/7134404-1454
e-mail: yvonne.gaspar@bmg.gv.at

VORWORT

Die dzt. ÖAB-Monographie entspricht hinsichtlich Spezifikationen und Analysenmethoden nicht dem Stand der pharmazeutischen Wissenschaften sowie der aktuellen Marktsituation. Der folgende Vorschlag erfüllt diese Anforderung unter Verwendung von Analysenmethoden und Reagenzien der Ph.Eur.

A. Mayrhofer, AGES PharmMed, 17.6.2009

Kalziumzitat-Tetrahydrat Calcii citras tetrahydricus

ÖAB 2009/00x

$C_{12}H_{10}Ca_3O_{14} \cdot 4H_2O$

DEFINITION

Kalziumzitat-Tetrahydrat enthält mindestens 98,0 und höchstens 101,0 Prozent $C_{12}H_{10}Ca_3O_{14}$

EIGENSCHAFTEN

Weißes, feines Pulver; praktisch unlöslich in Ethanol 96% R und Wasser R, leicht löslich in verdünnter Salpetersäure R und verdünnter Salzsäure R.

PRÜFUNG AUF IDENTITÄT

- A. 0,5g Substanz werden mit 10ml Wasser R 2 Minuten zum Sieden erhitzt und nach dem Erkalten abfiltriert. Das Filtrat entspricht der Identitätsreaktion auf Kalzium (Ph.Eur. 2.3.1, a).

- B. 0,15g Substanz werden mit 5ml verdünnter Schwefelsäure R 5 Minuten lang im Wasserbad erhitzt und nach dem Erkalten abfiltriert. Das Filtrat mit 0,5ml verdünnter Schwefelsäure R und 1 ml Kaliumpermanganatlösung R versetzt und solange erwärmt bis die Färbung des Permanganates verschwunden ist. Nach Zusatz von 0,5ml 10%iger Lösung von Nitroprussidnatrium R in verdünnter Schwefelsäure R und 4g Sulfaminsäure R werden 3ml konzentrierte Ammoniaklösung R zugesetzt. Es entsteht eine violette bis violettblaue Färbung.

PRÜFUNG AUF REINHEIT

Herstellung der Prüflösung: 1,25g Substanz werden in 10ml verdünnter Salzsäure R unter Erwärmen gelöst und nach dem Erkalten mit Wasser R auf 25 ml aufgefüllt.

Aussehen der Lösung: 1,25 g Substanz werden in 10ml verdünnter Salzsäure R unter Erwärmen gelöst. Nach dem Erkalten wird diese Lösung mit Wasser R auf 25ml aufgefüllt. Diese Lösung darf nicht stärker gefärbt sein als die *Ph.Eur.* Farbvergleichslösung BG₆.

pH-Wert (2.2.3): 1,00g Substanz wird mit 35ml Wasser R 2 Minuten lang zum Sieden erhitzt. Nach dem Erkalten wird filtriert und mit kohlendioxidfreiem Wasser R zu 40ml ergänzt. Der pH-Wert dieser Lösung muss zwischen 5,0 und 6,0 liegen.

Verhalten gegen Schwefelsäure: 0,20g Substanz werden mit 10ml Schwefelsäure R versetzt und 1 Stunde lang im Wasserbad bei 90±1°C erhitzt. Die Lösung darf nicht stärker gefärbt sein als die *Ph.Eur.* Farbvergleichslösung G₂.

Oxalsäure – 300ppm wasserfreie Substanz: 0,50g Substanz werden in 4ml Wasser R suspendiert. Zu dieser Lösung wird 3ml Salzsäure R und 1g gekörntes Zink R zugesetzt und 1min lang im Wasserbad erhitzt. Anschließend 2min bei Raumtemperatur stehen gelassen und in einem Reagenzglas das 250µl wässriger Lösung von Phenylhydrazinhydrochlorid R (10g/l) enthält dekantiert. Die Mischungen zum Sieden erhitzt, rasch abgekühlt, in einen Messzylinder übergeführt und mit der gleichen Menge Salzsäure R sowie 0,25 ml Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung R versetzt. Anschließend wird geschüttelt und 30min lang stehen gelassen. Die Probelösung darf nicht stärker gefärbt sein als eine gleichzeitig unter gleichen Bedingungen hergestellte Referenzlösung mit 4,0ml einer wässrigen Lösung von Oxalsäure R (50mg/l).

Eisen (2.4.9) - 100ppm: 2ml Prüflösung werden mit Wasser R zu 10ml ergänzt. Die Lösung muss der Grenzprüfung auf Eisen entsprechen.

Schwermetalle (2.4.8) - 20ppm: 1,0g Probe wird in 5ml verdünnter Salzsäure R unter Erhitzen gelöst. Die abgekühlte Lösung wird durch tropfenweisen Zusatz von etwa 1,5ml verdünnter Ammoniak-Lösung R1 auf den pH-Wert (2.2.3) 3,5 eingestellt und mit Wasser auf 20ml aufgefüllt. 12ml dieser Lösung müssen der Grenzprüfung auf Schwermetalle (Methode A) entsprechen. Zur Herstellung der Referenzlösung wird die Blei-Lösung (1 ppm Pb) R verwendet.

Trockenverlust (2.2.32): 11,5 bis 13,5 Prozent, mit 1,000g Substanz durch 4 Stunden langes Trocknen im Trockenschrank bei 180 °C bestimmt.

GEHALTSBESTIMMUNG

0,150 g Substanz werden in 10 ml verdünnter Salzsäure R gelöst. In dieser Lösung wird das Kalzium nach „Komplexometrische Titrations (2.5.11) bestimmt.

1ml Natriumedetat-Lösung (0,1mol/l) entspricht 16,62 mg $C_{12}H_{10}Ca_3O_{14}$.

LAGERUNG

In dicht verschlossenen Behältnissen.