

!!! ÖAB-Monographie Revision !!!

Die folgende revidierte Monographie ist für die Aufnahme in das ÖAB (österreichisches Arzneibuch) vorgesehen. Stellungnahmen dazu sind bis zum 19.11.2012 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 mehr dem Stand der pharmazeutischen Wissenschaften. Die Gehaltbestimmung wurde an die entsprechende Vorschrift des DAC angelehnt. Weiters wurde als Identitätsnachweis eine Dünnschichtchromatographie durchgeführt. Die Festlegung der Spezifikationen erfolgte in Anpassung an die dzt. Marktsituation in AT.

R. Macas, BASG/AGES, 19.09.2012

Sulfoguajacol-Hydrat

Sulfoguaiacolum hydricum

Kalium sulfoguajacolicum

ÖAB 2013/###

Aktuelle Formel, jedoch um „x.H₂O“ ergänzt

C₇H₇KO₅S

M_r 242,3

CAS Nr. 1321-14-8

Definition

Gemisch unterschiedlicher Mengen von Kalium-4-hydroxy-3-methoxybenzolsulfonat und Kalium-3-hydroxy-4-methoxybenzolsulfonat

Gehalt: 98,0 bis 101,0 Prozent (wasserfreie Substanz)

Eigenschaften

Aussehen: Weißes bis fast weißes, kristallines Pulver

Löslichkeit: leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ether, Ethanol 96% und Chloroform

Prüfung auf Identität

A. Dünnschichtchromatographie (2.2.27)

Untersuchungslösung: 10 mg Substanz werden in einer Mischung gleicher Volumenteile Methanol *R* und Wasser *R* zu 5 ml gelöst.

Referenzlösung: 10 mg Sulfoguajacol-Hydrat *R* werden in einer Mischung gleicher Volumenteile Methanol *R* und Wasser *R* zu 5 ml gelöst.

Platte: DC-Platte mit Kieselgel *R* (5 bis 40 µm) [oder DC-Platte mit Kieselgel *R* (2 bis 10 µm)]

Fließmittel: Wasser *R*, Essigsäure 99% *R*, 1-Butanol *R* (17:17:66 V/V/V)

Auftragen: 2 µl ; bandförmig

Laufstrecke: 6 cm [oder 5 cm]

Trocknen: 10 min lang bei 100 bis 105 °C

Detektion : im ultravioletten Licht bei 254 nm

Ergebnis : Die Zonenfolge in den Chromatogrammen von Referenzlösung und Untersuchungslösung ist aus den nachstehenden Angaben ersichtlich.

Oberer Plattenrand	
-	-
Sulfoguajacol: eine fluoreszenzmindernde Zone	eine fluoreszenzmindernde Zone (Sulfoguajacol)
-	-
-	-
Referenzlösung	Untersuchungslösung

B. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion b auf Kalium (2.3.1).

C. Etwa 50 mg Substanz werden in 10 ml Wasser *R* gelöst und mit 0,1 ml Eisen(III)-chlorid-Lösung *R 1* versetzt. Es entsteht eine blauviolette Färbung.

Prüfung auf Reinheit

Prüflösung: 2,50 g Substanz werden in kohlendioxidfreiem Wasser *R* zu 50,0 ml gelöst.

Aussehen der Lösung: Die Prüflösung muss klar (2.2.1) und darf nicht stärker gefärbt sein als die Farbvergleichslösung G₆ oder B₆ (2.2.2, Methode II).

Sulfat (2.4.13): höchstens 200 ppm

15 ml Prüflösung müssen der Grenzprüfung auf Sulfat entsprechen.

Schwermetalle (2.4.8): höchstens 20 ppm

12 ml Prüflösung müssen der Grenzprüfung A entsprechen. Zur Herstellung der Referenzlösung wird die Blei-Lösung (1 ppm Pb) *R* verwendet.

Wasser (2.5.12): 3,0 bis 7,5 Prozent

0,250 g Substanz werden in einer Mischung von 20 ml Lösungsmittel zur Titration und 20 ml Formamid *R* gelöst.

Vor der Titration wird die Lösung etwa 3 min lang gerührt.

Gehaltsbestimmung

In einem etwa 300 mm langem Glasrohr von 10 mm innerem Durchmesser, das unten mit einem Hahn verschließbar und darüber mit Glaswolle oder einer Fritte mit geeigneter Porengröße versehen ist, werden 5 g stark saurer Kationenaustauscher *R* mit kohlendioxidfreiem Wasser *R* bedeckt. Die Schicht aus stark saurem Kationenaustauscher *R* muss ständig mit Flüssigkeit bedeckt sein.

Auf den stark sauren Kationenaustauscher *R* werden 50 ml verdünnte Salzsäure *R* gegeben und die Durchlaufgeschwindigkeit auf etwa 5 ml · min⁻¹ eingestellt. Anschließend wird bei völlig geöffnetem Hahn mit kohlendioxidfreiem Wasser *R* bis zur neutralen Reaktion gegen blaues Lackmuspapier *R* gewaschen.

0,200g Substanz werden in einem Becherglas in 2 ml kohlendioxidfreiem Wasser *R* gelöst. Die Lösung wird auf den stark sauren Kationenaustauscher *R* gegossen, die Durchlaufgeschwindigkeit auf 2 bis 3 ml · min⁻¹ eingestellt und das Eluat in einem geeigneten Titriergefäß aufgefangen.

Das Becherglas wird 2-mal mit je 10 ml kohlendioxidfreiem Wasser *R* nachgespült, diese Lösungen auf die Säule aufgebracht und bei unveränderter Durchlaufgeschwindigkeit in das Titriergefäß eluiert.

Anschließend wird bei völlig geöffnetem Hahn mit etwa 200 ml kohlendioxidfreiem Wasser *R* in das Titriergefäß bis zur neutralen Reaktion gegen blaues Lackmuspapier *R* gewaschen.

Das Eluat wird mit Natriumhydroxid-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) titriert. Der Endpunkt wird mit Hilfe der Potentiometrie (2.2.20) bestimmt.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) entspricht 24,23 mg $\text{C}_7\text{H}_7\text{KO}_5\text{S}$.

Lagerung

Dicht verschlossen, vor Licht geschützt