

Betreff: Eisenzucker
Monographieentwurf

Stellungnahmen dazu sind bis zum 31.8.2012 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 zu Revision der ÖAB-Monographie Eisenzucker

- Das Ziel dieser Revision ist es, diese ÖAB-Monographie auf den technischen Stand der Ph. Eur. zu bringen.
- Die ursprüngliche Prüfung „*Überschüssiges Alkali*“ wurde durch die Bestimmung des pH-Wertes ersetzt, da das Erkennen der ersten Ausfällung nur durch einen darin geübten Analytiker sicher erfolgen kann. Bei der Messung des pH-Wertes handelt es sich zusätzlich um die modernere und breitere Methode (oberes und unteres Limit).
- Für die Bestimmung des Chlorids wurde die ÖAB-Methode beibehalten und auf Ph.Eur.-Reagenzien umgestellt, da die Aufarbeitung gem. Ph.Eur. die Probelösung nicht ausreichend entfärbt.
- Auch für die Gehaltsbestimmung (Eisen) wurde die ÖAB-Methode beibehalten, da alle Versuche einer Direkttitration (ohne den vorhergehenden, etwas langwierigen Zuckerabbau mit Kaliumpermanganat) mit potentiometrischer bzw. visueller Endpunktbestimmung erfolglos verliefen.
- Durch die in der Ph. Eur. übliche allgemeine Beschreibung des Herstellungsvorganges ist die ebenfalls revisionsbedürftige ÖAB-Monographie Eisen-III-Chlorid-Lösung obsolet. Die Qualität des Ausgangsstoffes *Eisen-III-chlorid-hexahydrat* ist durch die Ph. Eur. normiert.

A. Mayrhofer, 05.06.2012

Eisenzucker

Ferri oxidum saccharatum

Ferrum oxydatum saccharatum

Definition

Eisenzucker enthält 2,8 - 3,1 % Eisen (Fe, M_r 55,85)

Herstellung

Eisenzucker wird in geeigneter Weise aus *Eisen-III-chlorid-hexahydrat* durch Ausfällung mit *Natriumkarbonat-decahydrat* und anschließender Verreibung und Trocknung mit *Saccharose* hergestellt.

Eigenschaften

Aussehen: rotbraunes geruchloses Pulver

Löslichkeit: leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol 96% und n-Heptan

Prüfung auf Identität

1: A,B

2: A,C

- A. Eine Lösung von 0,33g Substanz in 1,0 ml Wasser *R* gibt die Identitätsreaktion a) auf Eisen (2.3.1).
- B. IR-Spektroskopie (2.2.24)
Probenvorbereitung: KBr-Preßling
Vergleich: IR-Referenzspektrum Eisenzucker
- C. 0,50g Substanz werden in 100ml Wasser *R* gelöst. 5 ml dieser Lösung werden mit 0,15 ml einer frisch hergestellten Kupfer-II-sulfat-Lösung *R* und 2 ml einer frisch hergestellten verdünnten Natriumhydroxid-Lösung *R* versetzt. Die Lösung ist auch nach dem Erhitzen zum Sieden blau und klar. Die heiße Lösung wird mit 4 ml verdünnter Salzsäure *R* versetzt und 1 min. lang zum Sieden erhitzt. Nach Zusatz von 4 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* bildet sich sofort ein orangefarbener Niederschlag.

Prüfung der Reinheit

Prüflösung:

1,0 g Substanz werden in Wasser *R* zu 20 ml gelöst.

Aussehen der Lösung: Die Prüflösung muss klar sein (2.2.1).

pH-Wert (2.2.3): Der pH-Wert der Prüflösung beträgt 5,0-7,0.

Chlorid:

Vergleichslösung: 10,0ml einer Lösung aus 1,0 ml 0,1M Salzsäure (T) in 1000ml Wasser *R* werden mit 1,0ml verdünnter Salpetersäure *R* vermischt. Diese Lösung wird mit 3 Tropfen einer Silbernitratlösung *R* 1 versetzt und 5 Minuten unter Lichtausschluss gelagert.

Probelösung:

0,5ml der Prüflösung werden mit 1,0ml konzentrierter Salpetersäure *R* vorsichtig erwärmt, bis die Mischung klar geworden ist. Nach Zusatz von 8,5ml Wasser *R* und 1,0 ml verdünnter Phosphorsäure *R* und 3 Tropfen Silbernitratlösung *R* 1 wird 5 Minuten unter Lichtausschluss gelagert.

Die Probelösung darf nicht stärker getrübt sein als die Vergleichslösung.

Gehaltsbestimmung

3,500 g werden in einem Erlenmeyerkolben mit 20ml verdünnter Schwefelsäure *R* auf dem Wasserbad erwärmt, bis die rotbraune Färbung verschwunden ist. Nach dem Erkalten fügt man nach und nach so viel Kaliumpermanganat-Lösung *R* hinzu, bis die Rotfärbung etwa 15 Sekunden lang bestehen bleibt. Sobald die Lösung wieder entfärbt ist, setzt man 3g Kaliumjodid *R* zu und titriert nach 15 Minuten das ausgeschiedene Jod mit 0,1M Natriumthiosulfat-Lösung (T) unter Verwendung von Stärkelösung *R* 1 als Indikator.

1ml 0,1 M Natriumthiosulfat-Lösung (T) entspricht 5,585mg Eisen.

Lagerung

Dicht verschlossen, vor Licht geschützt.

IR-Referenzspektrum Eisenzucker

