



Art.-Nr.: 3238	<b>Ammoniumbituminosulfonat</b> <b>Ammonium bituminosulfonicum, Ichthammolum, "Ichthyol®, Tumenol®"</b>
<b>1. Herstelldaten</b> 1.1. <u>Definition</u>	Ammoniumbituminosulfonat wird durch Destillation aus bestimmten bitumenhaltigen Schiefen, Sulfonierung des Destillats und Neutralisierung des Produkts mit Ammoniak gewonnen.
<b>2. Qualitätsdaten</b> 2.1. <u>Eigenschaften</u> 2.1.1. Aussehen 2.1.2. Löslichkeit  2.2. <u>Identität</u> 2.2.1. A  2.2.2. B  2.2.3. C  2.3. <u>Reinheit</u> 2.3.1. Sauer oder alkalisch reagierende Substanzen  2.3.2. Relative Dichte (2.2.5)  2.3.3. Sulfatasche (2.4.14)  2.4. <u>Gehalt</u>	Zäh, schwarzbraune Flüssigkeit. Mischbar mit Wasser und mit Glycerol, schwer löslich in Ethanol 96%, in fetten Ölen und in flüssigem Paraffin. Die Flüssigkeit bildet homogene Mischungen mit Wollwachs und Vaseline.  1,5 g Substanz werden in 15 ml Wasser R gelöst (Lösung A). Werden 2 ml Lösung a mit 2ml Salzsäure R versetzt, bildet sich ein harzartiger Niederschlag. Der Überstand wird abgegossen. Der Niederschlag ist teilweise löslich in Ether R.  2 ml Lösung A (siehe „Prüfung auf Identität, A“) geben die Identitätsreaktion auf Ammoniumsalze und Salze flüchtiger Basen (2.3.1).  Die bei der „Prüfung auf Identität, B“ erhaltene Mischung von Lösung a und verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R wird eingedampft und gegläht. Der Rückstand wird mit 5 ml verdünnter Salzsäure R aufgenommen. Das sich entwickelnde Gas färbt Blei (II)-acetat-Papier R braun bis schwarz. Die Lösung wird filtriert. Das Filtrat gibt die Identitätsreaktion a auf Sulfat (2.3.1).  10,0 ml des bei der Bestimmung „Gesamtammoniak“ (siehe „Gehaltsbestimmung“) erhaltenen klaren Filtrats werden mit 0,05 ml Methylrot-Lösung R versetzt. Bis zum Farbumschlag dürfen höchstens 0,2 ml Salzsäure (0,02 mol x l <sup>-1</sup> ) oder Natriumhydroxid-Lösung (0,02 mol x l <sup>-1</sup> ) verbraucht werden.  1,040 bis 1,085, mit einer Mischung gleicher Volumteile der Substanz und Wasser R bestimmt.  Höchstens 0,3 Prozent, mit 1,00 g Substanz bestimmt.  <b>Trockenrückstand: 50,0 bis 56,0 Prozent (m/m)</b> In ein zuvor tariertes Gefäß, das zusammen mit 2 g Sand R und einem kleinen Glasstab bei 100 bis 105 °C bis zur Massekonstanz getrocknet wurde, wird 1,000 g Substanz eingewogen. Die Substanz wird 2 h lang im Wasserbad unter häufigem Rühren erhitzt und im Trockenschrank bei 100 bis 105 °C getrocknet, bis 2 aufeinanderfolgende Wägungen höchstens um 2,0 mg voneinander abweichen. Die zweite Wägung erfolgt nach erneutem, 1 h langem Trocknen.

**Gesamtammoniak (NH<sub>3</sub>; Mr 17,03):****4,5 bis 7,0 Prozent (m/m) (getrocknete Substanz):**

2,50 g Substanz werden in 25 ml warmem Wasser R gelöst. Die Lösung wird in einen 250-ml-Messkolben überführt und nach Zusatz von 200 ml Natriumchlorid-Lösung R mit Wasser R zu 250,0 ml verdünnt. Diese Lösung wird filtriert und die ersten 20 ml Filtrat werden verworfen. 100,0 ml des klaren

Filtrats werden mit 25 ml Formaldehyd-Lösung R versetzt, die zuvor gegen Phenolphthalein-Lösung R 1 neutralisiert wurden. Die Mischung wird mit Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol x l<sup>-1</sup>) titriert, bis eine schwache Rosafärbung auftritt.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol x l<sup>-1</sup>) entspricht 1,703 mg NH<sub>3</sub>.

**Organisch gebundener Schwefel: mindestens 10,5 Prozent (m/m) (getrocknete Substanz):**

In einem 50-ml Porzellantiegel werden 0,500 g Substanz mit 4 g wasserfreiem Natriumcarbonat R und 3 ml Dichlormethan R gemischt, erwärmt und gerührt, bis das gesamte Dichlormethan verdampft ist. Der Inhalt des Tiegels wird mit 10 g grob pulverisiertem Kupfer (II)-nitrat R versetzt, anschließend wird gründlich gemischt und die Mischung sehr vorsichtig über einer kleinen Flamme erhitzt. Nachdem die anfängliche Reaktion abgeklungen ist, wird die Temperatur leicht erhöht, bis der größte Teil der Substanz geschwärzt ist. Der Tiegel wird erkalten gelassen und in ein großes Becherglas gestellt. In den Tiegel werden 20 ml Salzsäure R gegeben. Nach Beendigung der Reaktion werden 100 ml Wasser R zugesetzt und die Mischung wird zum Sieden erhitzt, bis sich das gesamte Kupferoxid gelöst hat. Die Lösung

wird filtriert, mit 400 ml Wasser R verdünnt, zum Sieden erhitzt und mit 20 ml Bariumchlorid-Lösung R 1 versetzt. Die Mischung wird 2 h lang stehen gelassen und filtriert. Der Niederschlag wird mit Wasser R gewaschen, getrocknet und bei etwa 600 ± 50 °C geglüht, bis 2 aufeinanderfolgende Wägungen höchstens um 0,2 Prozent der Masse des Rückstands voneinander abweichen.

1 g Rückstand entspricht 0,1374 g Gesamtschwefel.

Der Prozentgehalt des Gesamtschwefels wird berechnet und der Prozentgehalt des Sulfatschwefels subtrahiert.

**Sulfatschwefel: höchstens 20,0 Prozent (m/m) des Gesamtschwefels:**

2,000 g Substanz werden in 100 ml Wasser R gelöst. Die Lösung wird mit einer Lösung von 2 g Kupfer(II)-chlorid R in 80 ml Wasser R versetzt, mit Wasser R zu 200,0 ml verdünnt, geschüttelt und filtriert. 100,0 ml Filtrat werden bis nahe an den Siedepunkt erhitzt. 1 ml Salzsäure R und 5 ml Bariumchlorid-Lösung R 1 werden tropfenweise zugesetzt. Die Mischung wird im Wasserbad erhitzt und filtriert. Der Niederschlag wird mit Wasser R gewaschen, getrocknet und bei etwa 600 ± 50 °C geglüht, bis 2 aufeinanderfolgende Wägungen der Masse des Rückstands höchstens um 0,2 Prozent voneinander abweichen.

1 g Rückstand entspricht 0,1374 g Sulfatschwefel.

Der Prozentgehalt des Sulfatschwefels wird berechnet.



3. <u>Hinweis</u>	Sofern keine Angaben gemacht werden, erfolgen die Prüfungen nach den Methoden des jeweils gültigen Arzneibuchs.
4. <u>Literatur</u>	Ph.Eur.