



Art.-Nr.: 4175	<b>Chlorocresol</b>
<b>1. <u>Herstelldaten</u></b>	
1.1. Summenformel	C <sub>7</sub> H <sub>7</sub> ClO
<b>2. <u>Qualitätsdaten</u></b>	
2.1. <u>Eigenschaften</u>	
2.1.1. Aussehen	Weißes bis fast weißes, kristallines Pulver oder weiße bis fast weiße und kompakte, kristalline Masse, die in Form von Plättchen vorliegen kann, oder farblose bis weiße Kristalle
2.1.2. Löslichkeit	Schwer löslich in Wasser, sehr leicht löslich in Ethanol 96%, leicht löslich in fetten Ölen  Die Substanz löst sich in Alkalihydroxid-Lösungen.
2.2. <u>Identität</u>	
2.2.1. Schmelztemperatur (2.2.14)	64 bis 67 °C
2.2.2. B	0,1 g Substanz werden mit 0,2 ml Benzoylchlorid R und 0,5 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R versetzt. Die Mischung wird so lange kräftig geschüttelt, bis ein weißer, kristalliner Niederschlag entstanden ist, der nach Zusatz von 5 ml Wasser R abfiltriert wird. Der Niederschlag, aus 5 ml Methanol R umkristallisiert und bei 70 °C getrocknet, schmilzt (2.2.14) bei 85 bis 88 °C.
2.2.3. C	Werden 5 ml Prüflösung (siehe „Prüfung auf Reinheit“) mit 0,1 ml Eisen(III)-chlorid-Lösung R1 versetzt, entsteht eine bläuliche Färbung
2.3. <u>Reinheit</u>	<b>Prüflösung:</b> 3,0 g fein pulverisierte Substanz werden 2 min lang mit 60 ml kohlendioxidfreiem Wasser R geschüttelt; anschließend wird die Mischung filtriert.
2.3.1. Aussehen der Lösung	Die Lösung muss klar (2.2.1) und darf nicht stärker gefärbt sein als die Farbvergleichslösung BG <sub>6</sub> (2.2.2, Methode II).  1,25 g Substanz werden in Ethanol 96 % R zu 25 ml gelöst.
2.3.2. Sauer reagierende Substanzen	10 ml Prüflösung werden mit 0,1 ml Methylrot-Lösung R versetzt. Die Lösung muss orange oder rot gefärbt sein. Bis zum Farbumschlag des Indikators nach Reingelb dürfen höchstens 0,2 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,01 mol x l <sup>-1</sup> ) verbraucht werden.
2.3.3. Verwandte Substanzen	Gaschromatographie (2.2.28) mit Hilfe des Verfahrens „Normalisierung“ Untersuchungslösung: 1,0 g Substanz wird in Aceton R zu 100 ml gelöst. Referenzlösung: 1,0 ml Untersuchungslösung wird mit Aceton R zu 100,0 ml verdünnt. 5,0 ml dieser Lösung werden mit Aceton R zu 100,0 ml verdünnt. Lösung für Peaksymmetrie: 1,0 ml Untersuchungslösung wird mit Aceton R zu 100,0 ml verdünnt. Säule - Material: Quarzglas - Größe: l = 30 m, Ø = 0,32 mm - Stationäre Phase: Phenyl(50)methyl(50)polysiloxan R,



<p>2.3.4. Nicht flüchtige Substanzen</p> <p>2.4. <u>Gehalt</u></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Filmdicke 0,25 µm</li> </ul> <p>Trägergas: Helium 5.0                  Durchflussrate: 1,4 ml/min                  Splittverhältnis: 40 : 1                  Temperatur</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Säule: 125 °C 30 min</li> <li>- Probeneinlass: 210 °C</li> <li>- Detektor: 230 °C</li> <li>- Injektionsvolumen: 1,0 µl</li> </ul> <p>Detektion: Flammenionisation                  Chromatographiedauer: 3fache Retentionszeit von Chlorocresol                  Retentionszeit</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Chlorocresol: etwa 8 Minuten</li> </ul> <p>Grenzwerte</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Nicht spezifizierte Verunreinigungen: jeweils höchstens 0,10 Prozent</li> <li>- Summe aller Verunreinigungen: höchstens 1 Prozent</li> <li>- Ohne Berücksichtigung bleiben: Peaks, deren Fläche nicht größer ist als die Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung (0,05 Prozent)</li> </ul> <p>Höchstens 0,1% Prozent</p> <p>2,0 g Substanz werden auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft. Der bei 100 bis 105 °C getrocknete Rückstand darf höchstens 2 mg wiegen.</p> <p>98,0 bis 101,0 %</p> <p>70,0 mg Substanz werden in einem Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen in 30 ml Essigsäure 99% R gelöst. Die Lösung wird mit 25,0 ml Kaliumbromat-Lösung (0,0167 mol x 1<sup>-1</sup>), 20 ml einer Lösung von Kaliumbromid R (150 g x 1<sup>-1</sup>) und 10 ml Salzsäure R versetzt und 15 min lang unter Lichtschutz stehen gelassen. Nach Zusatz von 1 g Kaliumbromid R und 100 ml Wasser R wird die Mischung mit Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol x 1<sup>-1</sup>) unter kräftigem Schütteln titriert, wobei gegen Ende der Titration 1 ml Stärke-Lösung R zugesetzt wird. Eine Blindtitration wird durchgeführt.</p> <p>1 ml Kaliumbromat-Lösung (0,0167 mol x 1<sup>-1</sup>) entspricht 3,565 mg C<sub>7</sub>H<sub>7</sub>ClO.</p>
<p>3. <u>Hinweis</u></p>	<p>Sofern keine Angaben gemacht werden, erfolgen die Prüfungen nach den Methoden des jeweils gültigen Arzneibuchs.</p>
<p>4. <u>Literatur</u></p>	<p>Ph.Eur.</p>