

Untersuchungen über Bezugssubstanzen zur Bestimmung von Schmelztemperaturen nach Ph.Helv.VI und Ph.Eur.I

Doctoral Thesis

Author(s):

Hasler, Christine

Publication date:

1972

Permanent link:

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-000090234>

Rights / license:

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#)

Diss. Nr. 4884

**UNTERSUCHUNGEN ÜBER BEZUGSSUBSTANZEN
ZUR BESTIMMUNG VON SCHMELZTEMPERATUREN
NACH Ph. Helv. VI UND Ph. Eur. I**

ABHANDLUNG

zur Erlangung der Würde eines Doktors der Naturwissenschaften
der
EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE
ZÜRICH

vorgelegt von

CHRISTINE HASLER
eidg. dipl. Apothekerin
geboren am 21. September 1942
von Zürich

Angenommen auf Antrag von
Prof. Dr. J. Büchi, Referent
Prof. Dr. X. Perlia, Korreferent

Juris Druck + Verlag Zürich
1972

4. ZUSAMMENFASSUNG

1. Im allgemeinen Teil beschrieben wir verschiedene Aspekte des Schmelzens im Zusammenhang mit der Kristallstruktur und aus thermodynamischer Sicht. Anschliessend wurde versucht, den Einfluss von Verunreinigungen auf das Schmelzen darzustellen.

Die verschiedenen Definitionen der Schmelztemperatur zeigten die Unklarheiten und die Notwendigkeit, zur allgemeinen Verständlichkeit der Resultate von Schmelzpunkten bzw. -bereichen, genaue Begriffe zu verwenden.

Im weiteren besprachen wir verschiedene Methoden und Apparate zur Bestimmung der Schmelztemperatur und verglichen tabellarisch einige Pharmakopöe-Methoden. Für die Reinheitsbestimmung beschrieben wir die neue Methode der Differential Scanning Calorimetry (DSC).

Die Notwendigkeit der Prüfung der Schmelzpunktbestimmungs-Apparaturen und die Anforderungen an Bezugssubstanzen zur Eichung der Apparate wurden in einem weiteren Kapitel behandelt.

2. Im speziellen Teil wurde die Durchführung der Schmelzpunkt- bzw. Schmelzbereichbestimmung (Ph. Helv. VI, Mettler FP 1) und der Reinheitsprüfungen (DSC) beschrieben und kommentiert.
3. Wir stellten fest, dass
 - Bezugssubstanzen auf Grund der unterschiedlichen Reinheitsgrade der Handelspräparate von einer amtlichen Stelle kontrolliert, mit dem richtigen Schmelzpunkt bezeichnet und ausgegeben werden müssen,
 - eine amtliche Prüfung der Temperaturmessgeräte für die Schmelzpunktbestimmung von Vorteil wäre,
 - mit dem Apparat der Ph. Helv. VI (= Ph. Eur. I) gute Resultate erzielt werden können, aber eine Ergänzung in den Allgemeinen Bestimmungen der Ph. Helv. VI oder im Kommentar zur Ph. Helv. VI erforderlich ist, die auf die zusätzliche Fadenkorrektur hinweist (Hilfsthermometer),

- auch bei kleinen Aufheizgeschwindigkeiten ($2^{\circ}/\text{min}$) schwankende Temperaturdifferenzen bis zu 1°C zwischen Heizbad und der Probe (in der Kapillare) auftreten, welche auf die unregelmässige Wärmeübertragung auf die Probe und in derselben zurückgeführt wird,
 - die DSC für Forschung und Qualitätskontrolle gut geeignet ist, für die Aufnahme in Pharmakopöen aber nur dort in Frage kommen könnte, wo die Verantwortung für die Reinheit der Arzneisubstanzen bei den Herstellfirmen liegt.
5. Wir kamen zum Schluss, dass die von Milazzo (1) vorgeschlagenen Stoffe sich als Bezugssubstanzen für die Eichung von Schmelzpunktbestimmungs-Apparaturen eignen (Tab. 3 und 25).