

!!! ÖAB-Monographie Revision !!!

Die folgende revidierte Monographie ist für die Aufnahme in das ÖAB (österreichisches Arzneibuch) vorgesehen. Stellungnahmen dazu sind bis zum 19.9.2012 an folgende Adresse zu schicken (bevorzugt als e-mail):

Min.Rat. Mag.pharm. Yvonne Gaspar
Bundesministerium für Gesundheit
Radetzkystr. 2
A-1031 Wien
Tel:+43/1/711100-4729
Fax:+43/1/7134404-1454
e-mail: yvonne.gaspar@bmg.gv.at

Vorwort:

Die Methode zur Bestimmung der Konservantien mittels HPLC wurde optimiert. Die Spezifikationen wurden beibehalten.

R. Macas, AGES PharmMed, 19.09.2012

Wasserhaltige emulgierende Salbe

Unguentum emulsificans aquosum

ÖAB 2013/###

Definition

Gemisch von Emulgierender Salbe und Gereinigtem Wasser

Herstellung

Emulgierende Salbe	30 g
Gereinigtes Wasser.....	70 g
Methyl-4-hydroxybenzoat.....	0,06 g
Propyl-4-hydroxybenzoat.....	0,04 g

Die Emulgierende Salbe wird auf dem Wasserbad geschmolzen, dann fügt man die auf ca. 70°C erwärmte Lösung der Alkyl-4-hydroxybenzoate in Gereinigtem Wasser hinzu und rührt bis zum Erkalten.

Eigenschaften

Aussehen: Weiße Salbe vom Typus einer Fett-in-Wasser-Emulsion

Geruch: nahezu geruchlos

Prüfung auf Identität

- A. Der Verbrennungsrückstand von 3 g Salbe wird unter Erwärmen in 2 ml verdünnter Salzsäure *R* und 2 ml Wasser *R* gelöst. Die, wenn nötig, filtrierte Lösung ergibt mit Bariumchlorid-Lösung *R1* einen weißen, feinkristallinen Niederschlag.
- B. Der Verbrennungsrückstand färbt die nicht leuchtende Flamme gelb.

Prüfung auf Reinheit

Methyl-4-hydroxybenzoat, Propyl-4-hydroxybenzoat: 0,0539 % bis 0,0659 %
Methyl-4-hydroxybenzoat und 0,0360 % bis 0,0440 % Propyl-4-hydroxybenzoat

Flüssigchromatographie (2.2.29)

Untersuchungslösung: 2,500 g der Zubereitung werden mit 40 ml Methanol *R* versetzt. Die Mischung wird 10 min bei 60 °C gerührt und die noch heiße Lösung 5 min im Ultraschallbad homogenisiert. Anschließend wird auf -18 °C abgekühlt und mindestens 2 h lang bei dieser Temperatur stehen gelassen. Die kalte Lösung wird sofort zentrifugiert. Der Überstand wird in einen 50-ml-Messkolben überführt und mit Methanol *R* zu 50,0 ml verdünnt.

Referenzlösung: 30,0 mg Methyl-4-hydroxybenzoat und 20,0 mg Propyl-4-hydroxybenzoat werden in Methanol *R* zu 100,0 ml gelöst. 5,0 ml dieser Lösung werden mit Methanol *R* zu 50,0 ml verdünnt.

Säule

- Größe: $l = 0,150 \text{ m}$, $\varnothing = 4,6 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie *R* (5 μm)
- Temperatur: 40 °C

Mobile Phase: Wasser *R*, Acetonitril *R* (60:40 V/V)

Durchflussrate: 1,0 ml \cdot min⁻¹

Detektion: Spektrometer bei 254 nm

Einspritzen: 20 μl

Eignungsprüfung: Referenzlösung

- Auflösung: mindestens 2,0 zwischen den Peaks von Methyl-4-hydroxybenzoat und Propyl-4-hydroxybenzoat

Der Prozentgehalt an Methyl-4-hydroxybenzoat und Propyl-4-hydroxybenzoat wird nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{A_1 \cdot m_2 \cdot p \cdot 5}{m_1 \cdot A_2}$$

A_1 = Fläche des Methyl-4-hydroxybenzoat-Peaks bzw. des Propyl-4-hydroxybenzoat-Peaks im Chromatogramm der Untersuchungslösung

A_2 = Fläche des Methyl-4-hydroxybenzoat-Peaks bzw. des Propyl-4-hydroxybenzoat-Peaks im Chromatogramm der Referenzlösung

m_1 = Einwaage der Wasserhaltigen emulgierenden Salbe in der Untersuchungslösung in Gramm

m_2 = Einwaage von Methyl-4-hydroxybenzoat bzw. Propyl-4-hydroxybenzoat in der Referenzlösung in Gramm

p = Prozentgehalt von Methyl-4-hydroxybenzoat bzw. Propyl-4-hydroxybenzoat

Trocknungsverlust (2.2.32): 65 bis 70 Prozent, mit 1,000 g Salbe durch 4 h langes Trocknen im Trockenschrank bei 105 °C bestimmt

Lagerung

Dicht verschlossen, vor Licht geschützt