



Artikelbezeichnung: Zinkoxid-Neutralöl 50 % (NRF11.113.)

Zusammensetzung:

	ARTIKEL - BEZEICHNUNG	[%]
1.	Zinkoxid Ph.Eur.	50,0
2.	Magnesiumstearat Ph.Eur.	0,5
3.	Mittelkettige Triglyceride Ph.Eur.	49,5

PARAMETER	PRÜFVORSCHRIFT	SOLL
Eigenschaften		
Eigenschaften		weiße, weiche, dickflüssige Suspension von gleichmäßiger Beschaffenheit
Geruch		darf nicht anders riechen als Mittelkettige Triglyceride
Identität		
DC	QPM 2316	Die Chromatogramme der Referenz- und Untersuchungslösung entsprechen der Beschreibung der Prüfmethode.
Gehalt		
Zinkoxid	Ph.Eur. 2.5.11	48,0 bis 52,0 %
1 ml Na-Edetat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 8,14 mg ZnO, M _r 81,4		

**Prüfmethode QPM\2316B****zur Identitätsprüfung von Zinkoxid-Neutralöl 50 %
mittels Dünnschichtchromatographie****1. Inhaltsverzeichnis**

1.	Inhaltsverzeichnis	1
2.	Vorbemerkungen	2
3.	Materialien und Chemikalien.....	2
4.	Probenvorbereitung	3
4.1.	Referenzlösung 1 – Mittelkettige Triglyceride-Referenzlösung	3
4.2.	Referenzlösung 2 – Olivenöl-Referenzlösung	3
4.3.	Referenzlösung 3 – Erdnussöl-Referenzlösung	3
4.4.	Untersuchungslösung	3
5.	Durchführung	3
5.1.	Allgemeines	3
5.2.	Auftragung	3
5.3.	Entwicklung.....	3
5.4.	Detektion.....	3
5.5.	Dokumentation.....	3
6.	Auswertung.....	4
7.	Chromatogramm.....	4

erstellt von: KWe	geprüft QP: 11. AUG. 2013 St. Bambynek	genehmigt LQK: 11. AUG. 2013 St. Bambynek	gültig ab: 12.08.13 ersetzt Ausgabe A vom: 12.02.13
------------------------------------	--	---	--

Änderungsindex: Korrektur der Parameter Auftragevolumen und Konditionierzeit (entsprechend Monographie DAC 2011/B-020 „Basiscreme“), Hinweis auf QPM\1270 in „Vorbemerkungen“ entfällt, Verteiler ergänzt



2. Vorbemerkungen

Die Methode ist für die Identitätsprüfung von Zinkoxid-Neutralöl 50 % (NRF 11.113) bestimmt. Sie dient ebenfalls der Abgrenzung zum Produkt Zinköl DAC, das anstelle der Mittelkettigen Triglyceride und Magnesiumstearat Olivenöl enthält, sowie der Abgrenzung zum Produkt Zinkoxidöl SR 90, dass anstelle der Mittelkettigen Triglyceride und Magnesiumstearat Erdnussöl enthält.

Die Analytik erfolgt auf Grundlage der Monographie DAC 2011/B-020 „Basiscreme“.

Die Mittelkettigen Triglyceride werden durch Filtration vom Zinkoxid getrennt. Die Chromatographie wird anschließend auf einer Schicht aus Kieselgel R durchgeführt. Durch Reaktionen mit dem Detektionsmittel werden die Zonen in ihrer Sichtbarkeit verstärkt. Die relevanten Zonen im Chromatogramm werden visuell in Bezug auf Rf-Wert und Intensität mit denen der Referenzlösungen verglichen und somit identifiziert.

Die Prüfmethode ist gültig für folgende Produkte der Bombastus-Werke AG:

Tab. 2.1 Gültigkeitsbereich

Materialbezeichnung	Material-Nr.
UE Zinkoxid-Neutralöl 50 %	29092100
Zinkoxid-Neutralöl 50% 1 kg	60092102

3. Materialien und Chemikalien

Materialien

- Chromatographiekammer
- Einmal-Kapillarpipetten
- DC-Platten mit Kieselgel R
- BW-Pumpzerstäuber 1ml/für 50 ml Matr. Nr.11400102
- elektrische Heizeinrichtung (80°C)
- DC-Dokumentationssystem
- Analysenwaage d = 0,1 mg
- Papierfilter
- Maßkolben und Probengefäße in entsprechender Größe

Für die Untersuchungen sind ausschließlich kalibrierte und qualifizierte Geräte zu verwenden.

Chemikalien:

- Dichlormethan R
- Mittelkettige Triglyceride (Ph. Eur.)
- Erdnussöl, raffiniert (Ph. Eur.)
- Olivenöl R
- Ether R
- Heptan R
- Essigsäure 99 % R
- Wässrige Ammoniumanilinonaphthalinsulfonat RN-Lösung (1g/l)



4. Probenvorbereitung

4.1. Referenzlösung 1 – Mittelkettige Triglyceride-Referenzlösung

670 mg Mittelkettige Triglyceride (Ph. Eur.) werden in 10 ml Dichlormethan R gelöst.

4.2. Referenzlösung 2 – Olivenöl-Referenzlösung

20 mg Olivenöl R werden in 3 ml Dichlormethan R gelöst

4.3. Referenzlösung 3 – Erdnussöl-Referenzlösung

20 mg Erdnussöl, raffiniert Ph. Eur. werden in 3 ml Dichlormethan R gelöst

4.4. Untersuchungslösung

0,4 g Zubereitung werden in 3 ml Dichlormethan suspendiert und anschließend filtriert

5. Durchführung

5.1. Allgemeines

Die Analyse erfolgt gemäß Ph.Eur. 2.2.27 (Dünnschichtchromatographie).

5.2. Auftragung

Als stationäre Phase dient eine mit Kieselgel R beschichtete TLC-Platte.

Je 5 µl der Referenz- und Untersuchungslösungen werden punktförmig aufgetragen.

5.3. Entwicklung

Die Entwicklung erfolgt 2-mal (mit Zwischentrocknung) mit einer Mischung von Heptan R / Ether R / Essigsäure 99 % R (90:9:1 V/V/V) über eine Laufstrecke von 6 cm (jeweils nach 15 Min. Kammersättigung).

5.4. Detektion

Die Platte wird an der Luft trocknen gelassen und mit einer wässrigen Lösung von Ammoniumanilinonaphthalinsulfonat RN-Lösung (1g/l) besprüht. Die Platte wird etwa 1 min lang bei 80°C getrocknet und im UV 366 ausgewertet.

5.5. Dokumentation

Die Chromatogramme der Referenz- und Untersuchungslösung werden nach Detektion unter UV 366 mit Hilfe des DC-Dokumentationssystems fotografiert und in das Computersystem übertragen. Relevante Zonen werden beschriftet. Das DC-Prüfprotokoll wird der Chargendokumentation beigelegt.