



Art.-Nr.: 3471	Natriumlaurylethersulfat-Lösung 27%; (unkonserviert), TEXAPON® NSO UP, Nur zum äußerlichen Gebrauch INCI: Sodium Laureth Sulfate
1. <u>Definition</u>	<p>Natriumlaurylethersulfat-Lösung 27 Prozent ist die wässrige Lösung eines Gemisches von Natriumalkylethersulfaten, das hauptsächlich aus Dodecyldiethylenglykolethersulfat, Natriumsalz ($C_{16}H_{33}NaO_6S$; Mr: 376,5) und Tetradecyldiethylenglykolethersulfat, Natriumsalz ($C_{18}H_{37}NaO_6S$; Mr: 404,5) besteht. Der Ethoxyierungsgrad kann von zwei abweichen.</p> <p>Die Lösung enthält mindestens 25,7 und höchstens 28,4 Prozent (m/m) Natriumalkylethersulfate, berechnet auf die mittlere relative Molekülmasse von 382. Geeignete Konservierungsmittel und Stabilisatoren können zugesetzt werden.</p>
<p>2. <u>Qualitätsdaten</u></p> <p>2.1. <u>Eigenschaften</u></p> <p>2.1.1. Aussehen</p> <p>2.1.2. Löslichkeit</p> <p>2.2. <u>Identität</u></p> <p>2.2.1. Prüfung A</p> <p>2.2.2. Prüfung B</p> <p>2.2.3. Prüfung C</p> <p>2.2.4. Prüfung D</p> <p>2.2.5. Prüfung E</p>	<p>Klare, farblose bis gelbliche, viskose Flüssigkeit</p> <p>Mit Wasser mischbar Mit Ethanol 96% mischbar In Petroläther praktisch unlöslich</p> <p>Prüflösung: 5,0 g Substanz werden mit kohlendioxidfreiem Wasser R zu 50 mL ergänzt.</p> <p>In den bei der Prüfung auf Reinheit „Macrogolalkylether“ erhaltenen Chromatogrammen der Untersuchungslösung und der Referenzlösung I tritt in der unteren Hälfte jeweils ein lang gezogener Fleck mit dem gleichen Rf-Wert und der gleichen Intensität auf.</p> <p>0,3 mL Substanz bilden beim Schütteln mit 10 mL Wasser R reichlich Schaum. 0,1 mL dieser Lösung werden mit 0,1 mL einer wässrigen Lösung von Methyleneblau R ($1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$) und 2 mL verdünnter Schwefelsäure R versetzt. Nach Zusatz von 2 mL Dichlormethan R wird geschüttelt. Die untere Phase färbt sich blau.</p> <p>Etwa 0,2 g Substanz werden mit 10 mL Ethanol 96 % R unter häufigem Schütteln auf dem Wasserbad zum Sieden erhitzt. Die Lösung wird noch heiß filtriert und das Ethanol abgedampft. Der Rückstand wird in 8 mL Wasser R gelöst, die Lösung mit 3 mL verdünnter Salzsäure R versetzt, auf die Hälfte ihres Volumens eingedampft und in Eiswasser erkalten gelassen. Die Mischung wird durch wenig Watte filtriert und das Filtrat mit 1 mL Bariumchlorid-Lösung R1 versetzt. Es bildet sich ein weißer, kristalliner Niederschlag.</p> <p>3 g Substanz werden in einer Porzellanschale fast zur Trockne eingedampft. Die Mischung von etwa 1 g Rückstand und 0,1 mL Schwefelsäure R wird in einem Reagenzglas vorsichtig über offener Flamme erhitzt. Die Dämpfe färben ein mit Schiffs Reagenz R getränktes Filterpapier rotviolett.</p> <p>0,1 g Substanz geben die Identitätsreaktion b) auf Natrium (2.3.1).</p>



<p>2.3. <u>Reinheit</u></p> <p>2.3.1. Aussehen der Lösung</p> <p>2.3.2. pH-Wert (2.2.3)</p> <p>2.3.3. Dioxan (2.4.25)</p> <p>2.3.4. Macrogolalkylether</p>	<p>Die Prüflösung muss klar (2.2.1) sein und darf nicht stärker gefärbt (2.2.2, Methode II) sein als die Farbvergleichslösung G₇.</p> <p>Der pH-Wert der Prüflösung muss zwischen 10,0 und 11,5 liegen.</p> <p>Höchstens 10 ppm, bestimmt nach Methode A.</p> <p>Die Prüfung erfolgt mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie (2.2.27).</p> <p><i>Untersuchungslösung:</i> 1,0 g Substanz wird mit einer Mischung von gleichen Volumteilen Methanol R und Wasser R zu 10 mL ergänzt.</p> <p><i>Referenzlösung I:</i> 1,0 g <u>Natriumlaurylethersulfat-Lösung 27 Prozent R-DAC</u> wird mit einer Mischung aus gleichen Volumteilen Methanol R und Wasser R zu 10 mL ergänzt.</p> <p><i>Referenzlösung II:</i> Eine Lösung von 1 mmol · L⁻¹ (ca.0,03g/100ml) <u>Macrogol-3-laurylether</u>.</p> <p>Untersuchungsbedingungen</p> <p><i>Stationäre Phase:</i> Eine DC-Platte mit Kieselgel R wird durch Tauchen in eine Lösung von Oxalsäure R (30 g · L⁻¹) in Ethanol 96 % R imprägniert und anschließend getrocknet (1h).</p> <p><i>Auftragevolumen:</i> je 2 µL Untersuchungslösung und Referenzlösung I bzw. 12,5 µL Referenzlösung II, punktförmig.</p> <p><i>Fließmittel:</i> Mischung aus 90 Volumteilen Dichlormethan R und 10 Volumteilen Methanol R.</p> <p><i>Laufstrecke:</i> 10 cm.</p> <p>Detektion und Auswertung</p> <p>Die Platte wird an der Luft getrocknet (Platte muss vollständig getrocknet sein), mit verdünntem Dragendorffs Reagenz R besprüht, nach kurzer Zwischentrocknung mit Natriumnitrit-Lösung R nachbesprüht und <u>sofort</u> im Tageslicht ausgewertet (ggf. Zonen mit einem Bleistift markieren).</p> <p>Im Chromatogramm der Referenzlösung II tritt im oberen Drittel ein Fleck auf. Im Chromatogramm der Untersuchungslösung darf oberhalb des Hauptflecks kein Nebenleck auftreten, dessen Intensität stärker ist als die Intensität des Flecks im Chromatogramm der Referenzlösung II (2,0 Prozent).</p> <p>Die weitere Auswertung der Chromatogramme der Untersuchungslösung und der Referenzlösung I erfolgt nach den Angaben der Prüfung auf Identität A.</p>
--	--



<p>2.3.5. Natriumchlorid</p>	<p>Höchstens 1,5 Prozent.</p> <p>3,50 g Substanz werden in 20 mL Wasser R gelöst und nach Zusatz von 2 mL Kaliumchromat-Lösung R mit Silbernitrat-Lösung (0,1 mol · L⁻¹) bis zur bleibenden Rotbraunfärbung titriert (Feinburette).</p> <p>1 mL Silbernitrat-Lösung (0,1 mol · L⁻¹) entspricht 5,844 mg NaCl.</p> $\text{Gehalt} = \frac{V \cdot 0,5844}{e} \text{ Prozent NaCl.}$ <p>V = Verbrauch an Silbernitrat-Lösung (0,1 mol · L⁻¹) in Millilitern. e = Einwaage in Gramm.</p> <p>Als Wiederholpräzision wurde s_{rel} = 0,5 Prozent (n = 6) ermittelt.</p>
<p>2.3.6. Natriumsulfat</p>	<p>Höchstens 1,0 Prozent.</p> <p>Die Lösung von 2,50 g Substanz in 20 mL Wasser R wird mit 1 mL einer Lösung von Dithizon R (0,5 g · L⁻¹) in Aceton R versetzt. Ist sie rot gefärbt, wird sie tropfenweise mit verdünnter Salpetersäure R bis zum Farbumschlag nach Blaugrün versetzt. Nach Zusatz von 2,0 mL Dichloressigsäure-Reagenz R und 80 mL Aceton R wird mit Blei(II)-nitrat-Lösung (0,01 mol · L⁻¹) bis zur <u>bleibenden</u> Violettfärbung titriert.</p> <p>1 mL Blei(II)-nitrat-Lösung (0,01 mol · L⁻¹) entspricht 1,420 mg Na₂SO₄.</p> $\text{Gehalt} = \frac{V \cdot 0,142}{e} \text{ Prozent Na}_2\text{SO}_4.$ <p>V = Verbrauch an Blei(II)-nitrat-Lösung (0,01 mol · L⁻¹) in Millilitern. e = Einwaage in Gramm.</p> <p>Als Wiederholpräzision wurde s_{rel} = 1,1 Prozent (n = 6) ermittelt.</p>
<p>2.3.7. Schwermetalle (2.4.8)</p>	<p>20 ppm</p> <p>12 mL Prüflösung müssen der Grenzprüfung auf Schwermetalle (Methode A) entsprechen. Zur Herstellung der Referenzlösung wird die Blei-Lösung (2 ppm Pb) R verwendet.</p>



<p>2.4. <u>Gehalt</u></p>	<p>1,30 g Substanz werden in Wasser R zu 250,0 mL gelöst. 20,0 mL dieser Lösung werden in einem 250-mL-Iodzahlkolben mit 20 mL Wasser R, 15 mL Dichlormethan R und 10 mL verdünnter Schwefelsäure R versetzt. Nach Zusatz von 10 mL <u>Dimidumbromid-Sulfanblau-Reagenz R</u> wird unter kräftigem Schütteln mit Benzethoniumchlorid-Lösung ($0,004 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) (Hyamin) titriert. Gegen Ende der Titration wird langsam titriert und die Mischung nach jeder Zugabe der Maßlösung kräftig gerührt oder im verschlossenen Kolben geschüttelt. Die Dichlormethanphase ist anfänglich weiß und wird zunehmend rosa bis hin zum kräftigen pink. Umschlagspunkt ist graublau. Die wässrige Phase färbt sich gegen Ende der Titration gelblich bis gelblichgrün und die milchig weiße Trübung verschwindet.</p> <p>1 mL Benzethoniumchlorid-Lösung ($0,004 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) entspricht 1,528 mg Natriumalkylethersulfat, berechnet auf eine mittlere relative Molekülmasse von 382.</p> $\text{Gehalt} = \frac{V \cdot 0,1528 \cdot 12,5}{e} \quad \text{Prozent Natriumalkylethersulfat.}$ <p>V = Verbrauch an Benzethoniumchlorid-Lösung ($0,004 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) in Millilitern e = Einwaage in Gramm.</p> <p>Als Wiederholpräzision wurde $s_{\text{rel}} = 0,59$ Prozent ($n = 6$) ermittelt.</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>DAC/NRF 2016/2</p>