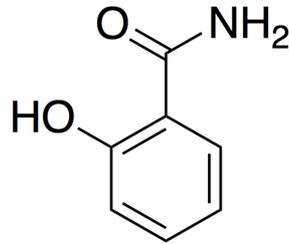


SALICYLAMID

Salicylamidum
Salicylsäureamid



$C_7H_7NO_2$
CAS Nr. 65-45-2

Mr = 137,1

Definition

- 2-Hydroxybenzamid
- Gehalt: 99,0 bis 101,0% Salicylamid (getrocknete Substanz)

Eigenschaften:

- Aussehen: weißes bis fast weißes, kristallines Pulver
- Löslichkeit: schwer löslich in Wasser, löslich in Ethanol 96% und leicht löslich in Alkalihydroxidlösungen
- Schmelztemperatur: 139 bis 142 °C (Heizmikroskop)

Prüfung auf Identität

1. A
2. B, C, D
 - A. IR-Spektroskopie (2.2.24) Vergleich Referenzspektrum Salicylamid
 - B. 0,2g Substanz werden mit 5ml Wasser R 2min lang geschüttelt und anschließend abfiltriert. 2ml Filtrat werden mit 0,1 ml Eisen (III) Chlorid-Lösung R1 versetzt. Es entsteht eine tiefviolette Färbung.
 - C. Eine Lösung von Salicylsäureamid gibt mit Bromwasser (R) einen weißen, flockigen Niederschlag.

D. Erhitzt man Salicylsäureamid mit verdünnter Natriumhydroxidlösung (R), so entweicht Ammoniak, das charakteristisch riecht und rotes Lackmuspapier (I) bläut.

Prüfung auf Reinheit

1. **Aussehen der Lösung:** Die heiße Lösung von 0.75g Substanz in 15ml verdünnter Natriumhydroxidlösung R muss klar (2.2.1) und farblos (2.2.2, Methode II) sein.
2. **Chlorid** (2.4.4) – 100 ppm: 10 ml Prüflösung werden mit Wasser R zu 15 ml ergänzt. Die Lösung muss der Grenzprüfung auf Chlorid entsprechen.
3. **Sulfat** (2.4.13) – 250 ppm: 13 ml Prüflösung werden mit destilliertem Wasser R zu 15 ml ergänzt. Die Lösung muss der Grenzprüfung auf Sulfat entsprechen.
4. **Ammonium** (2.4.1) – 50 ppm: 4 ml Prüflösung werden mit Wasser R zu 14 ml ergänzt. Die Lösung muss der Grenzprüfung auf Ammonium entsprechen.
5. **Schwermetalle** (2.4.8) – 20 ppm: 1.0 g der Substanz muss der Grenzprüfung auf Schwermetalle entsprechen. Zu Herstellung der Referenzlösung werden 2ml Blei-Lösung (10 ppm Pb) verwendet.
6. **Trocknungsverlust** (2.2.32): Höchstens 0.5 Prozent, mit 1.000g Substanz durch Trocknen im Vakuum bestimmt.
7. **Sulfatasche** (2.4.14) – 250 ppm: Höchstens 0.1 Prozent, mit 1.000g Substanz bestimmt
8. **Prüfung auf verwandte Substanzen:** Die Prüfung erfolgt mit Hilfe der Flüssigkeitschromatographie (2.2.29).

Untersuchungslösung: 0.100g Substanz werden in einem Lösungsmittelgemisch (Methanol R/Wasser R (50:50 V/V)) zu 50ml gelöst.

Referenzlösung 1: 0.100g Salicylsäure R werden in der mobilen Phase zu 25.0ml gelöst (Stammlösung). 1.0ml Untersuchungslösung und 1.0ml Stammlösung werden mit der mobilen Phase zu 100 ml ergänzt.

Referenzlösung 2: 1.0ml Stammlösung werden mit der mobilen Phase zu 10.0ml ergänzt. 0.5ml dieser Lösung werden mit der mobilen Phase zu 100.0 ml ergänzt.

Referenzlösung 3: 1.0 ml Untersuchungslösung wird mit der mobilen Phase zu 10.0 ml ergänzt.

Säule

- Größe: $l = 0.15\text{m}$, $\varnothing = 4.0\text{mm}$
- Stationäre Phase: octadecylsiliertes, desaktiviertes Kieselgel zur Chromatographie (5 μM)

Mobile Phase:

Methanol R1 / 0.0025M Tetrabutylammoniumhydrogensulfat R in Wasser R (40:60 V/V)

Durchflussrate: $1\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$

Detektor: 254nm

Injektionsvolumen: 10 μl

Retentionszeit:

- Salicylsäure (Verunreinigung A): 6,161 min
- Salicylsäureamid: 2,650 min
- Salicylsäuremethylester (Verunreinigung B): 16,171 min

Chromatographiedauer: 7fache Retentionszeit von Salicylamid

Eignungsprüfung: Referenzlösung 1

- Auflösung: mindestens mindestens 4.0 zwischen den Peaks des Salicylamids und der Salicylsäure (Verunreinigung A) im Chromatogramm der Referenzlösung 1

Grenzwerte

- Verunreinigung A: nicht größer als die Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung 2 (0,1%)
- Jede weitere Verunreinigung: nicht größer als die Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung 3 (0,1%)
- Summe aller Verunreinigungen: nicht größer als das 5-fache der Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung 3 (0,5%).
- Ohne Berücksichtigung bleiben: Peaks, deren Flächen kleiner sind als das 0.5-fache der Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung 3 (0,05%)

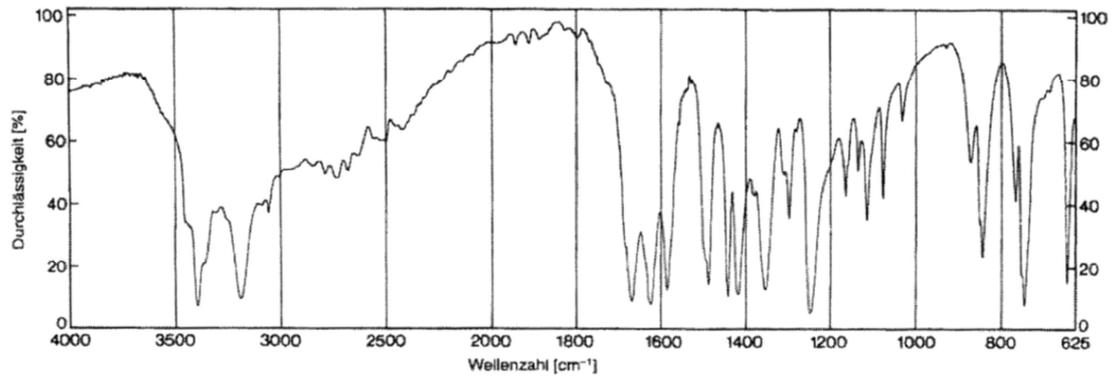
Gehaltsbestimmung

0.18g Substanz (auf 0.1mg genau eingewogen), in 50ml Ethanol 96% unter Erwärmen gelöst und anschließend mit 50ml deionisiertem Wasser verdünnt, werden mit Natriumhydroxid-Lösung ($0.1\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$) titriert. Der Endpunkt wird mit Hilfe der Potentiometrie bestimmt (2.2.20).

1ml Natriumhydroxid-Lösung entspricht ($0.1\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$) entspricht 13.714 mg Salicylamid (getrocknete Substanz).

Appendix:

IR-Spektrum Salicylamid:



IR-Spektrum von Salicylamid (Kaliumbromid-Pressling).