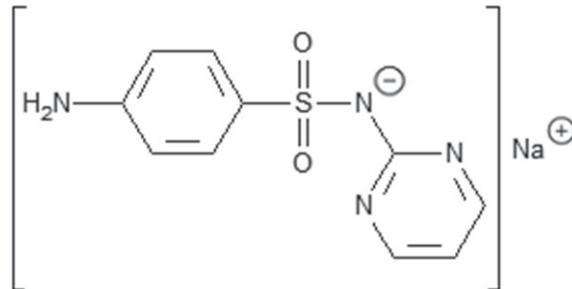


Sulfadiazin-Natrium

Sulfadiazinum natricum

Sulfadiazini Natrium



C₁₀H₉N₄NaO₂S

M_r 272,3

CAS Nr. 547-32-0

Definition

4-Amino-N-pyrimidin-2-ylbenzolsulfonamid, Natriumsalz

Gehalt: 99,0 bis 101,0 Prozent (getrocknete Substanz)

Eigenschaften

Aussehen: weißes oder nahezu weißes feines Pulver oder Kristalle

Löslichkeit: schwer löslich in Ethanol 96 %, leicht löslich in Wasser

Prüfung auf Identität

A. IR-Spektroskopie (2.2.24)

Probenvorbereitung: 1,5g Substanz werden in 25mL Wasser R gelöst. Zu dieser Lösung werden 3,0ml Ameisensäure R, Wasser R (2,3:7,7 V/V) zugefügt. Der entstehende Niederschlag wird abfiltriert mit 5ml kaltem Wasser R gewaschen, anschließend für 1h bei 105°C getrocknet.

Vergleich: Sulfadiazin CRS

B. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion a auf Natrium (2.3.1).

Prüfung auf Reinheit

Aussehen der Lösung: 0,5 g Substanz werden in 10,0 ml Wasser R gelöst. Die Lösung darf nicht stärker gefärbt sein als G5 (Ph.Eur. 2.2.2 Methode I).

Verwandte Substanzen: Flüssigchromatographie (2.2.29)

Lösungsmittelmischung: 40 g/l Natriumhydroxyd R, Acetonitril R, Wasser R (2:20:60 V/V/V)

Untersuchungslösung: 50,0 mg Substanz werden in der Lösungsmittelmischung gelöst. Die Lösung wird mit Wasser R zu 100,0 ml verdünnt.

Referenzlösung a: 5,0 mg Sulfadiazin Verunreinigung A CRS und 5,0 mg Sulfanilsäure R (Verunreinigung B) werden in der Lösungsmittelmischung gelöst. Die Lösung wird mit Wasser R zu 10,0 ml verdünnt. 1,0 ml Lösung wird mit der mobilen Phase zu 100,0 ml verdünnt. 3,0 ml dieser Lösung werden mit der mobilen Phase zu 10,0 ml verdünnt.

Referenzlösung b: 1,0 ml der Untersuchungslösung wird mit der mobilen Phase zu 100,0 ml verdünnt.

1,0 ml Lösung wird mit der mobilen Phase zu 10,0 ml verdünnt.

Referenzlösung c: Der Inhalt einer Durchstichflasche von Acetylsulfadiazin CRS (Verunreinigung E) wird in 1 ml der mobilen Phase gelöst.

Referenzlösung d: 5 mg Sulfadiazin zur Identifizierung der Nebensubstanz F CRS werden in Lösungsmittelmischung gelöst. Die Lösung wird mit Wasser R zu 10,0 ml verdünnt.

Säule:

- Größe: $l = 0,25 \text{ m}$, $\varnothing = 4,6 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: octadecylsilyl Kieselgel zur Chromatographie R ($5 \mu\text{m}$)

Mobile Phase: Acetonitril R, Lösung von Phosphorsäure R ($2,8 \text{ g/l}$) ($10:90 \text{ V/V}$)

Durchflussrate: $1,2 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

Detektion: Spektrometer bei 260 nm

Einspritzen: $20 \mu\text{l}$

Chromatographiedauer: 7-fache Retentionszeit des Sulfadiazin

Identifizierung der Verunreinigungen: Die Verunreinigungen A und B werden mit Hilfe des Chromatogramms der Referenzlösung a, die Verunreinigung E mit Hilfe des Chromatogramms der Referenzlösung c und die Verunreinigung F mit Hilfe des Chromatogramms der Referenzlösung d identifiziert.

Relative Retention (bezogen auf Sulfadiazin, t_{R} etwa $6,2 \text{ min}$)

- Verunreinigung A: etwa $0,33$
- Verunreinigung B: etwa $0,37$
- Verunreinigung E: etwa $1,6$
- Verunreinigung F: etwa $4,1$

Eignungsprüfung: Referenzlösung a

- Auflösung: mindestens $2,0$ zwischen den Peaks der Verunreinigung A und B

Grenzwerte

– **Korrekturfaktor:** Zur Bestimmung der Menge an Verunreinigung E wird die Fläche des entsprechenden Signals in der Untersuchungslösung mit $0,7$ multipliziert.

– **Verunreinigung E:** nicht größer als die $1,5$ -fache Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung b ($0,15 \text{ Prozent}$)

– **Verunreinigung F:** nicht größer als die doppelte Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung b ($0,2 \text{ Prozent}$)

– **Nicht spezifizierte Verunreinigungen:** jeweils nicht größer als die Hälfte der Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung b ($0,05 \text{ Prozent}$)

– **Summe aller Verunreinigungen:** nicht größer als das 5 -fache des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung b ($0,5 \text{ Prozent}$)

– **Ohne Berücksichtigung bleiben:** Peaks, deren Fläche kleiner ist als das $0,3$ -fache des Hauptsignals in Referenzlösung b ($0,03 \text{ Prozent}$)

Trocknungsverlust (2.2.32): höchstens $0,5 \text{ Prozent}$, mit $1,000 \text{ g}$ Substanz bei 105°C für 2 Stunden

Gehaltsbestimmung

$0,250 \text{ g}$ Substanz werden in einer Mischung von 20 ml verdünnter Salzsäure R und 50 ml Wasser R gelöst. Nach dem Erkalten in einer Eis-Wasser-Mischung wird die Bestimmung nach „Stickstoff in primären aromatischen Aminen“ (2.5.8) durchgeführt. Der Endpunkt wird elektrometrisch bestimmt.

1 ml Natriumnitritlösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) entspricht $27,23 \text{ mg C}_{10}\text{H}_9\text{N}_4\text{NaO}_2\text{S}$.

Lagerung

Dicht verschlossen, vor Licht geschützt

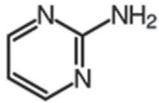
Verunreinigungen

Spezifizierte Verunreinigungen:

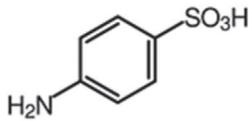
A, B, E, F

Andere bestimmbare Verunreinigungen:

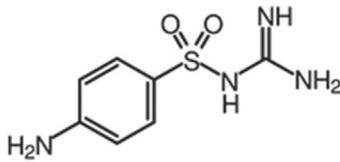
C, D



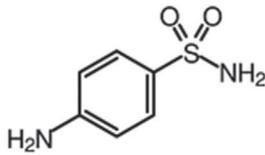
A. Pyrimidin-2-amin



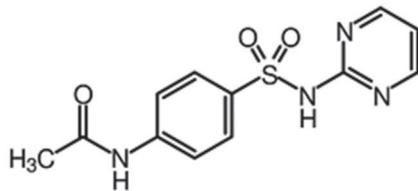
B. 4-Aminobenzolsulfonsäure
(Sulfanilsäure)



C. [(4-Aminophenyl)sulfonyl]guanidin
(Sulfguanidin)



D. 4-Aminobenzolsulfonamid
(Sulfanilamid)



E. N-[4-(Pyrimidin-2-ylsulfonyl)phenyl]acetamid
(Acetylsulfadiazin)

F. Unbekannte Struktur

