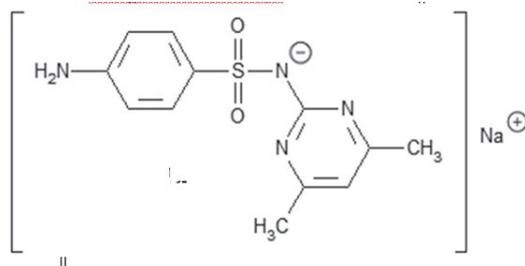


# Sulfadimidin-Natrium

## Sulfadimidinum natricum

### *Sulfadimidini Natrium*



C<sub>12</sub>H<sub>13</sub>N<sub>4</sub>NaO<sub>2</sub>S

Mr 300,3

CAS Nr. 1981-58-4

## Definition

4-Amino-*N*-(4,6-dimethylpyrimidin-2-yl)benzolsulfonamid, 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:* Sulfadimidin *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 Natriumhydroxid *R*, Acetonitril *R*, Wasser zur Chromatographie *R* (2,5:25:75 *V/V/V*)

**Untersuchungslösung:** 50,0 mg Substanz werden in 41 ml Lösungsmittelmischung gelöst und mit Wasser *R* zu 50,0 ml verdünnt.

**Referenzlösung a:** 5 mg Sulfacetamid-Natrium *CRS* (Verunreinigung E) und 5 mg Sulfaguanidin *CRS* (Verunreinigung C) werden in 41 ml Lösungsmittelmischung gelöst und mit Wasser *R* zu 100,0 ml verdünnt.

**Referenzlösung b:** 1,0 ml der Untersuchungslösung wird mit der mobilen Phase B zu 100,0 ml verdünnt. 1,0 ml Lösung wird mit mobiler Phase B zu 10,0 ml verdünnt.

**Referenzlösung c:** 20 mg Sulfadimidin zur Signalidentifizierung *CRS* (enthält Verunreinigung G) werden in 16,4 ml Lösungsmittelmischung gelöst und mit Wasser *R* zu 20,0 ml verdünnt.

**Säule:**

- Größe:  $l = 0,25\text{m}$ ,  $\varnothing = 4,6\text{mm}$
- Stationäre Phase: octylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie *R* ( $5\mu\text{m}$ ), end-capped
- Temperatur:  $35\text{ }^\circ\text{C}$

**Mobile Phase:**

- Mobile Phase A: 10 Volumteile Acetonitril *R* und 90 Volumteile einer 0,6-prozentigen Lösung (*V/V*) von Essigsäure *R*, die zuvor mit einer Lösung von Ammoniak *R* (250g/l) auf einen pH-Wert von 6,5 eingestellt wurde, werden gemischt.
- Mobile Phase B: Gleiche Volumina von Acetonitril *R* und einer 0,6-prozentigen Lösung (*V/V*) von Essigsäure *R*, die zuvor mit einer Lösung von Ammoniak *R* (250g/l) auf einen pH-Wert von 6,5 eingestellt wurde, werden gemischt.

Zeit (min)	Mobile Phase A (% <i>V/V</i> )	Mobile Phase B (% <i>V/V</i> )
0 – 25	100	0
25 – 35	100 --- 0	0 --- 100
35 – 45	0	100

**Durchflussrate:**  $1,3\text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

**Detektion:** Spektrometer bei 241 nm

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

**Identifizierung der Verunreinigungen:** Die Verunreinigung G wird mit Hilfe des Chromatogramms, welches der Sulfadimidin zur Signalidentifizierung *CRS* beigelegt ist und des Chromatogramms der Referenzlösung c identifiziert.

**Relative Retention** (bezogen auf Sulfadimidin,  $t_R$  etwa 20 min)

- Verunreinigung E: etwa 0,13
- Verunreinigung C: etwa 0,15
- Verunreinigung D: etwa 0,2
- Verunreinigung G: etwa 1,7

**Eignungsprüfung:** Referenzlösung a

- Auflösung: mindestens 2,0 zwischen den Peaks der Verunreinigung E und C

**Grenzwerte**

- Verunreinigungen C, D, G: jeweils nicht größer als die Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung b (0,10 Prozent)
- Nicht spezifizierte Verunreinigungen: jeweils nicht größer als die Hälfte der Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung b (0,05 Prozent)
- Summe aller Verunreinigungen: nicht größer als die fünffache Fläche des Hauptpeaks im Chromatogramm der Referenzlösung b (0,5 Prozent)
- Ohne Berücksichtigung bleiben: Peaks, deren Fläche kleiner ist als das 0,3-fache des Hauptsignals in Referenzlösung b (0,03 Prozent)

**Trocknungsverlust (2.2.32):** höchstens 2,0 Prozent, mit 1,000 g Substanz bei 105 C für 2 Stunden bestimmt

## Gehaltsbestimmung

0,250 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 30,03 mg  $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_4\text{NaO}_2\text{S}$ .

## Lagerung

Dicht verschlossen, vor Licht geschützt

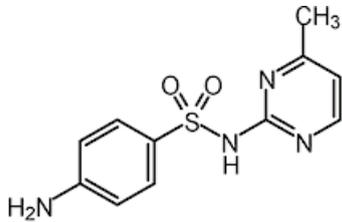
# Verunreinigungen

Spezifizierte Verunreinigungen:

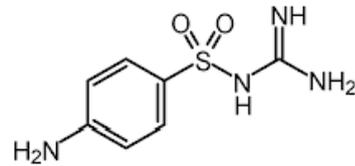
C, D, G

Andere bestimmbare Verunreinigungen:

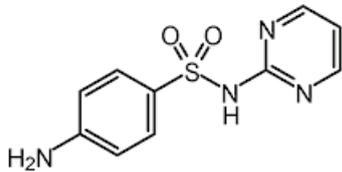
A, B, E, F



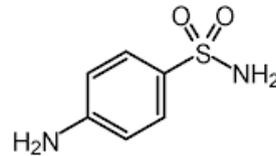
A. 4-Amino-*N*-(4-methylpyrimidin-2-yl)benzolsulfonamid  
(Sulfamerazin)



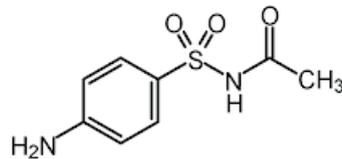
C. (4-Aminophenylsulfonyl)guanidin  
(Sulfaguanidin)



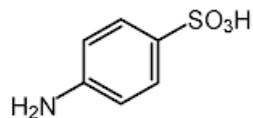
B. 4-Amino-*N*-pyrimidin-2-ylbenzolsulfonamid  
(Sulfadiazin)



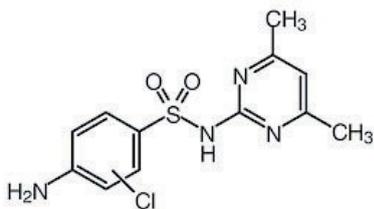
D. 4-Aminobenzolsulfonamid  
(Sulfanilamid)



E. *N*-[(4-Aminophenyl)sulfonyl]acetamid  
(Sulfacetamid)



F. 4-Aminobenzolsulfonsäure  
(Sulfanilsäure)



G. 4-Amino-2-chlor-*N*-(4,6-dimethylpyrimidin-2-yl)benzolsulfonamid oder 4-Amino-3-chlor-*N*-(4,6-dimethylpyrimidin-2-yl)benzolsulfonamid

