

## Ethenzamid Ethenzamidum

*2-Aethoxybenzamidum*

### Definition

Ethenzamid enthält mindestens 99,0 und höchstens 101,0 Prozent 2-Ethoxybenzamid, berechnet auf die getrocknete Substanz.

### Eigenschaften

*Aussehen:* farblose Kristalle, weißes bis fast weißes, kristallines Pulver oder Granulat

*Löslichkeit:* sehr schwer löslich in Wasser, löslich in Aceton, Ethanol 96%, Methanol, schwer löslich in Ether

### Prüfung auf Identität

- 1: A, B
- 2: B, C, D
- A. IR- Spektroskopie (2.2.24)  
*Vergleich:* Ethenzamid- Referenzspektrum des ÖAB
- B. Schmelztemperatur (2.2.14): 131 bis 134 °C
- C. Erhitzt man Ethenzamid mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R*, so entweicht Ammoniak, das charakteristisch riecht und rotes Lackmuspapier *R* bläut.
- D. Eine in der Hitze bereitete, anschließend auf 20 °C abgekühlte und filtrierte wässrige Lösung von Ethenzamid gibt mit Bromwasser *R* einen weißen, flockigen Niederschlag.

### Prüfung auf Reinheit

**Prüflösung:** 2,5 g Substanz werden mit 45 ml Wasser *R* zwei Minuten lang geschüttelt. Anschließend wird filtriert und mit Wasser *R* zu 50 ml ergänzt.

**Aussehen der Lösung:** Die Lösung von 0,30 g Substanz in 15 ml Methanol *R* muss klar (2.2.1) sein und darf nicht stärker gefärbt (2.2.2, Methode II) sein als die Farbvergleichslösung B<sub>6</sub>.

**Sauer oder alkalisch reagierende Substanzen:** Die Mischung von 5 ml Prüflösung und 5 ml kohlendioxidfreiem Wasser *R* muss nach Zusatz von 0,1 ml Cresolrot-Lösung *R* und 0,25 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,01 mol · l<sup>-1</sup>) rotviolett gefärbt sein.

Die Mischung von 5 ml Prüflösung und 5 ml kohlendioxidfreiem Wasser *R* muss nach Zusatz von 0,1 ml Methylrot-Lösung *R* und 0,25 ml Salzsäure (0,01 mol · l<sup>-1</sup>) rot gefärbt sein.

**Verwandte Substanzen:** Flüssigchromatographie (2.2.29)

*Untersuchungslösung:* 10,0 mg Substanz werden in der mobilen Phase zu 100,0 ml gelöst.

*Referenzlösung I:* 5,0 mg Salicylamid (ÖAB) werden in der mobilen Phase zu 50,0 ml gelöst. 0,5 ml dieser Lösung und 0,5 ml Untersuchungslösung werden mit der mobilen Phase zu 50,0 ml ergänzt.

*Referenzlösung II:* 2,0 ml Referenzlösung I werden mit der mobilen Phase zu 20,0 ml ergänzt.

*Säule:*

- Größe:  $l = 0,25 \text{ m}$ ;  $\varnothing = 4 \text{ mm}$
- Stationäre Phase: nachsilanisierendes octadecylsilyliertes Kieselgel zur Chromatographie  $R$  ( $5 \mu\text{m}$ )
- Temperatur:  $25 \text{ }^\circ\text{C}$

*Mobile Phase:*

Eine Mischung aus 50 Volumteilen Methanol  $R$ , 50 Volumteilen Wasser  $R$  und 0,1 Volumteilen Phosphorsäure 85 %  $R$ .

*Durchflussrate:*  $1,0 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

*Detektion:* Spektrometer bei 232 nm

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

Das Chromatogramm der Untersuchungslösung wird für die 2fache Dauer der Retentionszeit des Ethenzamid aufgezeichnet.

*Eignungsprüfung*

- *Retentionszeiten*  
Verunreinigung A (Salicylamid): etwa 4,5 min  
Ethenzamid: etwa 8 min  
Verunreinigung B: etwa 10 min
- *Auflösung*  
Mindestens 5,0 zwischen den Peaks des Salicylamid und des Ethenzamid im Chromatogramm der Referenzlösung I.

*Grenzwerte*

- Verunreinigung A: nicht größer als die Peakfläche des Salicylamid im Chromatogramm der Referenzlösung II (0,1 Prozent).
- Jede weitere Verunreinigung: nicht größer als die Peakfläche des Ethenzamid im Chromatogramm der Referenzlösung II (0,1 Prozent).
- Summe aller Verunreinigungen: nicht größer als das 5fache der Peakfläche des Ethenzamid im Chromatogramm der Referenzlösung II (0,5 Prozent).
- Ohne Berücksichtigung bleiben: Peaks, deren Fläche kleiner sind als das 0,5fache der Peakfläche des Ethenzamid im Chromatogramm der Referenzlösung II (0,05 Prozent).

**Chlorid** (2.4.4): höchstens 200 ppm

5 ml Prüflösung werden mit Wasser  $R$  zu 15 ml ergänzt. Die Lösung muss der Grenzprüfung auf Chlorid entsprechen.

**Sulfat** (2.4.13): höchstens 200 ppm

15 ml Prüflösung müssen der Grenzprüfung auf Sulfat entsprechen.

**Ammonium:** Zur Prüfung werden zwei Uhrgläser von etwa 80 mm Durchmesser verwendet. An der inneren Fläche eines Uhrglases wird ein mit Wasser *R* befeuchtetes rotes Lackmuspapier *R* angebracht. In das andere Uhrglas werden 0,5 g Substanz gegeben und mit 5 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* verrührt. Die Uhrgläser werden Kante an Kante aufeinandergelegt, das Lackmuspapier darf sich innerhalb von 15 min nicht blau färben.

**Schwermetalle** (2.4.8): höchstens 20 ppm

1,0 g Substanz wird in Methanol *R* zu 20 ml gelöst. 12 ml dieser Lösung müssen der Grenzprüfung auf Schwermetalle (Methode B) entsprechen. Zur Herstellung der Referenzlösung wird 1 ml Blei-Lösung (10 ppm Pb) *R* mit Methanol *R* zu 10 ml ergänzt. Zur Herstellung der Blindlösung werden anstelle von 10 ml Wasser *R* 10 ml Methanol *R* verwendet.

**Trocknungsverlust** (2.2.32): höchstens 1,0 Prozent, mit 1,000 g Substanz durch Trocknen im Trockenschrank bei 100 bis 105 °C bestimmt.

**Sulfatasche** (2.4.14): höchstens 0,1 Prozent, mit 1,0 g Substanz bestimmt.

## Gehaltsbestimmung

0,220 g Substanz werden in einem Jodzählkolben in 50 ml Essigsäure 99% *R* gelöst. Nach Zusatz von 50,0 ml Kaliumbromat-Lösung ( $0,0167 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ), 2 g Kaliumbromid *R* und 10 ml Salzsäure *R* 1 wird der Kolben sofort verschlossen und unter mehrmaligem Umschwenken 15 min lang vor Licht geschützt stehen gelassen. Hierauf werden eine Lösung von 1 g Kaliumjodid *R* in 1 ml Wasser *R* und 10 ml Dichlormethan *R* zugegeben, der Kolben wird verschlossen und unter mehrmaligem Umschwenken 2 min lang vor Licht geschützt stehen gelassen. Anschließend wird mit Natriumthiosulfat-Lösung ( $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) zurücktitriert. Gegen Ende der Titration wird 1 ml Stärke-Lösung *R* zugesetzt. Ein Blindversuch wird durchgeführt.

1 ml Kaliumbromat-Lösung ( $0,0167 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) entspricht 8,26 mg  $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$ .

$$\text{Gehalt} = \frac{(V_u - V_b) \cdot 82,6}{e \cdot (100 - t)} \text{ Prozent } \text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$$

$V_u$  = Differenz der Volumina der vorgelegten Kaliumbromat-Lösung ( $0,0167 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) (50,0 ml) und des Verbrauchs an Natriumthiosulfat-Lösung ( $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) in Millilitern im Hauptversuch.

$V_b$  = Differenz der Volumina der vorgelegten Kaliumbromat-Lösung ( $0,0167 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) (50,0 ml) und des Verbrauchs an Natriumthiosulfat-Lösung ( $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) in Millilitern im Blindversuch.

$e$  = Einwaage in Gramm.

$t$  = Trocknungsverlust in Prozent

## Lagerung

Vor Licht geschützt

## Hinweis zur Prüfung auf Reinheit

Verwandte Substanzen, deren Anteile durch diese Monographie begrenzt werden, sind insbesondere

- A. Salicylamid
- B. Salicylsäure

### Referenzspektrum des ÖAB von Ethenzamid

