

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.2.2.0021

МЕТАНОЛ И 2-ПРОПАНОЛ

МЕТОД А

Парофазная газовая хроматография (ОФС «Газовая хроматография»).

Раствор внутреннего стандарта. 1,0 мл пропанола Р1 доводят водой Р до объёма 100,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят водой Р до объёма 20,0 мл.

Испытуемый раствор. Смешивают 1,0 мл раствора внутреннего стандарта и 4,0 мл испытуемого образца и доводят объём раствора водой Р до 20,0 мл. 2,0 мл полученного раствора переносят во флакон для инъекций.

Раствор сравнения (а). Смешивают 1,0 мл метанола Р2 и 1,0 мл 2-пропанола Р2 и доводят объём раствора водой Р до 100,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят водой Р до объёма 20,0 мл.

Раствор сравнения (б). 5,0 мл этанола безводного Р доводят водой Р до объёма 100,0 мл. 25,0 мл полученного раствора доводят водой Р до объёма 100,0 мл. 1,0 мл полученного раствора и доводят водой Р до объёма 20,0 мл.

Раствор сравнения (в). Смешивают 1,0 мл раствора внутреннего стандарта, 2,0 мл раствора сравнения (а) и 2,0 мл раствора сравнения (б) и доводят объём раствора водой Р до 20,0 мл. 2,0 мл полученного раствора переносят во флакон для инъекций.

Немедленно закрывают флаконы плотной резиновой мембранной пробкой, покрытой политетрафторэтиленом, и закрепляют алюминиевым обжимным колпачком.

Условия хроматографирования:

– колонка: из плавленого кварца длиной 30 м и внутренним диаметром 0,53 мм, покрытая слоем *цианопропил(3)фенил(3)метил(94)полисилоксана Р* толщиной 3 мкм;

– газ-носитель: гелий для хроматографии Р;

- скорость потока: 3 мл/мин;
- деление потока: 1:50;
- допускается использование условий статической парофазной хроматографии:

- температура уравнивания: 85 °С;

- время уравнивания: 20 мин;

- режим изменения температуры:

	Время (мин)	Температура (°С)
Колонка	0–1,6	40
	1,6–9,9	40→65
	9,9–13,6	65→175
	13,6–20	175
Порт ввода		200
Детектор		200

- детектор: пламенно-ионизационный;

- объём вводимой пробы: по 1 мл газовой фазы испытуемого раствора и раствора сравнения (в), не менее 3 раз.

Порядок элюирования веществ: метанол, этанол, 2-пропанол, 1-пропанол.

Относительное удерживание (время удерживания этанола около 5,3 мин): метанол – около 0,8; 2-пропанол – около 1,2; 1-пропанол – около 1,6.

Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения (в):

- разрешение: не менее 5 между пиками метанола и этанола.

Содержание метанола в процентах (об/об) рассчитывают по формуле (1):

$$\frac{S_1 \cdot A_2}{S_2 \cdot A_1 \cdot 40} , \quad (1)$$

где: S_1 – площадь пика метанола на хроматограмме испытуемого раствора;

S_2 – площадь пика метанола на хроматограмме раствора сравнения (в);

A_1 – площадь пика внутреннего стандарта на хроматограмме испытуемого раствора;

A_2 – площадь пика внутреннего стандарта на хроматограмме раствора сравнения (в).

Содержание 2-пропанола в процентах (об/об) рассчитывают по формуле (2):

$$\frac{S_3 \cdot A_2}{S_4 \cdot A_1 \cdot 40}, \quad (2)$$

где: S_3 – площадь пика 2-пропанола на хроматограмме испытуемого раствора;

S_4 – площадь пика 2-пропанола на хроматограмме раствора сравнения (в);

A_1 – площадь пика внутреннего стандарта на хроматограмме испытуемого раствора;

A_2 – площадь пика внутреннего стандарта на хроматограмме раствора сравнения (в).

МЕТОД Б

Газовая хроматография (ОФС «Газовая хроматография»).

Раствор внутреннего стандарта. 1,0 мл пропанола $P1$ доводят водой P до объёма 100,0 мл.

Испытуемый раствор. Смешивают 1,0 мл раствора внутреннего стандарта и 4,0 мл испытуемого образца и доводят объём раствора водой P до 20,0 мл.

Раствор сравнения (а). Смешивают 1,0 мл метанола $P2$ и 1,0 мл 2-пропанола $P2$ и доводят объём раствора водой P до 100,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят водой P до объёма 20,0 мл.

Раствор сравнения (б). 1,0 мл этанола безводного P доводят водой P до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (в). Смешивают 1,0 мл раствора внутреннего стандарта, 1,0 мл раствора сравнения (б) и 2,0 мл раствора сравнения (а) и доводят объём раствора водой P до 20,0 мл.

Условия хроматографирования:

– колонка: из плавленного кварца длиной 30 м и внутренним диаметром 0,53 мм, покрытая слоем *цианопропил(3)фенил(3)метил(94)полисилоксана Р* толщиной 3 мкм;

– газ-носитель: гелий для хроматографии Р;

– скорость потока: 3 мл/мин;

– деление потока: 1:50;

– режим изменения температуры:

	Время (мин)	Температура (°C)
Колонка	0–1,6	40
	1,6–9,9	40→65
	9,9–13,6	65→175
	13,6–20	175
Инжектор		200
Детектор		200

– детектор: пламенно-ионизационный;

– объём вводимой пробы: по 1 мкл испытуемого раствора и раствора сравнения (в), не менее 3 раз.

Порядок элюирования веществ: метанол, этанол, 2-пропанол, 1-пропанол.

Относительное удерживание (время удерживания этанола около 5,3 мин): метанол – около 0,8; 2-пропанол – около 1,2; 1-пропанол – около 1,6.

Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения (в):

– разрешение: не менее 5 между пиками метанола и этанола.

Содержание метанола в процентах (*об/об*) рассчитывают по формуле (3):

$$\frac{S_1 \cdot A_2}{S_2 \cdot A_1 \cdot 40} \quad (3)$$

где S_1 – площадь пика метанола на хроматограмме испытуемого раствора;

S_2 – площадь пика метанола на хроматограмме раствора сравнения (в);

A_1 – площадь пика внутреннего стандарта на хроматограмме испытуемого раствора;

A_2 – площадь пика внутреннего стандарта на хроматограмме раствора сравнения (в).

Содержание 2-пропанола в процентах (об/об) рассчитывают по формуле

(4):

$$\frac{S_3 \cdot A_2}{S_4 \cdot A_1 \cdot 40} \quad (4)$$

где S_3 – площадь пика 2-пропанола на хроматограмме испытуемого раствора;

S_4 – площадь пика 2-пропанола на хроматограмме раствора сравнения (в);

A_1 – площадь пика внутреннего стандарта на хроматограмме испытуемого раствора;

A_2 – площадь пика внутреннего стандарта на хроматограмме раствора сравнения (в).