

2.9.11. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МЕТАНОЛУ Й 2-ПРОПАНОЛУ

МЕТОД А

Метод парафазної газової хроматографії (2.2.28).

Розчин внутрішнього стандарту. 1.0 мл пропанолу P1 доводять водою P до об'єму 100.0 мл. 1.0 мл отриманого розчину доводять водою P до об'єму 20.0 мл.

Випробовуваний розчин. Змішують 1.0 мл розчину внутрішнього стандарту й 4.0 мл випробовуваного препарату і доводять водою P до об'єму 20.0 мл. ▼2.0 мл одержаного розчину поміщають у віалу для інжекції. ▲

Розчин порівняння (а). Змішують 1.0 мл метанолу P2 й 1.0 мл 2-пропанолу P2 і доводять водою P до об'єму 100.0 мл. 1.0 мл отриманого розчину доводять водою P до об'єму 20.0 мл.

Розчин порівняння (б). 5.0 мл етанолу безводного P доводять водою P до об'єму 100.0 мл. 25.0 мл отриманого розчину доводять водою P до об'єму 100.0 мл. 1.0 мл отриманого розчину доводять водою P до об'єму 20.0 мл.

Розчин порівняння (с). Змішують 1.0 мл розчину внутрішнього стандарту, 2.0 мл розчину порівняння (а) і 2.0 мл розчину порівняння (б) і доводять водою P до об'єму 20.0 мл. ▼2.0 мл одержаного розчину поміщають у віалу для інжекції. ▲

▼Віали для інжекцій негайно закривають щільними гумовими пробками з мембранами, покритими політетрафторетиленом, і обжимають алюмінієвими кришками. ▲

Колонка:

— *матеріал:* кварц;

— *розмір:* 30 м х 0.53 мм;

— *нерухома фаза:* ▼ціанопропіл(3)феніл(3)метил(94)полісілоксан P (товщина плівки 3 мкм) ▲.

Газ-носії: гелій для хроматографії P.

Швидкість газу-носія: 3 мл/хв.

Поділ потоку: 1:50.

Статичні парафазні умови, які можуть бути використані:

— *температура урівноваження:* 85 °C;

— *час урівноваження:* 20 хв.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0–1.6	40
	1.6–9.9	40 → 65
	9.9–13.6	65 → 175
	13.6–20	175
Блок введення проби		200
Детектор		200

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекція: 1.0 мл газової фази випробовуваного розчину і розчину порівняння (с) не менше, ніж по 3 рази.

Порядок виходу піків: метанол, етанол, 2-пропанол, пропанол.

Відносні утримування до етанолу (час утримування етанолу — приблизно 5.3 хв): метанолу — приблизно 0.8; 2-пропанолу — приблизно 1.2, пропанолу — приблизно 1.6.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (с):

— *ступінь розділення:* не менше 5 між піками метанолу й етанолу.

Вміст метанолу, у відсотках (об/об), обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times I_2}{A_2 \times I_1 \times 40}$$

де A_1 — площа піка метанолу на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_2 — площа піка метанолу на хроматограмі розчину порівняння (с);

I_1 — площа піка внутрішнього стандарту на хроматограмі випробовуваного розчину;

I_2 — площа піка внутрішнього стандарту на хроматограмі розчину порівняння (с).

Вміст 2-пропанолу, у відсотках (об/об), обчислюють за формулою:

$$\frac{A_3 \times I_1}{A_4 \times I_2 \times 40}$$

де A_3 — площа піка 2-пропанолу на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_4 — площа піка 2-пропанолу на хроматограмі розчину порівняння (с);

I_1 — площа піка внутрішнього стандарту на хроматограмі випробовуваного розчину;

I_2 — площа піка внутрішнього стандарту на хроматограмі розчину порівняння (с).

МЕТОД В

Метод газової хроматографії (2.2.28).

Розчин внутрішнього стандарту. 1.0 мл пропанолу P1 доводять водою P до об'єму 100.0 мл.

Випробовуваний розчин. Змішують 1.0 мл розчину внутрішнього стандарту й 4.0 мл випробовуваного препарату й доводять водою P до об'єму 20.0 мл.

Розчин порівняння (а). Змішують 1.0 мл метанолу P2 й 1.0 мл 2-пропанолу P2 і доводять водою P до об'єму 100.0 мл. 1.0 мл отриманого розчину доводять водою P до об'єму 20.0 мл.

Розчин порівняння (б). 1.0 мл етанолу безводного P доводять водою P до об'єму 50.0 мл.

Розчин порівняння (с). Змішують 1.0 мл розчину внутрішнього стандарту, 1.0 мл розчину порівняння (b) і 2.0 мл розчину порівняння (a) і доводять водою *P* до об'єму 20.0 мл.

Колонка:

- **матеріал:** кварц;
- **розмір:** 30 м × 0.53 мм;
- **нерухома фаза:** ▼ *ціанопрпіл(3)феніл(3)метил(94)полісилоксан P* (товщина плівки 3 мкм)▲.

Газ-носіє: гелій для хроматографії *P*.

Швидкість газу-носія: 3 мл/хв.

Поділ потоку: 1:50.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°C)
Колонка	0–1.6	40
	1.6–9.9	40 → 65
	9.9–13.6	65 → 175
	13.6–20	175
Блок введення проби		200
Детектор		200

Детектор: полуменево-іонізаційний.

Інжекція: 1.0 мкл випробовуваного розчину й розчину порівняння (с), не менш ніж по 3 рази.

Порядок виходу піків: метанол, етанол, 2-пропанол, пропанол.

Відносні утримування до етанолу (час утримування етанолу — приблизно 5.3 хв): метанолу — приблизно 0.8, 2-пропанолу — приблизно 1.2, пропанолу — приблизно 1.6.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (с):

— **ступінь розділення:** не менше 5 між піками метанолу й етанолу.

Вміст метанолу, у відсотках (*об/об*), обчислюють за формулою:

$$\frac{A_1 \times I_2}{A_2 \times I_1 \times 40},$$

де A_1 — площа піка метанолу на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_2 — площа піка метанолу на хроматограмі розчину порівняння (с);

I_1 — площа піка внутрішнього стандарту на хроматограмі випробовуваного розчину;

I_2 — площа піка внутрішнього стандарту на хроматограмі розчину порівняння (с).

Вміст 2-пропанолу, у відсотках (*об/об*), обчислюють за формулою:

$$\frac{A_3 \times I_1}{A_4 \times I_2 \times 40},$$

де A_3 — площа піка 2-пропанолу на хроматограмі випробовуваного розчину;

A_4 — площа піка 2-пропанолу на хроматограмі розчину порівняння (с);

I_1 — площа піка внутрішнього стандарту на хроматограмі випробовуваного розчину;

I_2 — площа піка внутрішнього стандарту на хроматограмі розчину порівняння (с).