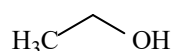


ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Спирт этиловый 95%, 96 %	ФС.2.1.0036.15
Этанол	Взамен ВФС 42-2761-96;
Ethanolum	взамен ФС 42-3072-00

Этанол



C_2H_6O

М. м. 46,07

Спирт этиловый 95% содержит от 94,9 % до 96,0% этанола C_2H_6O (о/о), от 92,3% до 93,8% (м/м); спирт этиловый 96% содержит от 95,1% до 96,9% этанола (о/о), от 92,6% до 95,2% (м/м).

Настоящая фармакопейная статья распространяется на спирт этиловый 95% и спирт этиловый 96 %, вырабатываемый из различных видов сахар- и крахмалосодержащего пищевого сырья и применяемый для производства/изготовления стерильных и нестерильных лекарственных форм.

Описание. Прозрачная бесцветная подвижная жидкость с характерным спиртовым запахом.

Растворимость. Смешивается с водой, хлороформом, ацетоном и глицерином во всех отношениях.

Подлинность

1. *Качественная реакция.* 2 мл субстанции смешивают с 0,5 мл уксусной кислоты ледяной и 1 мл серной кислоты концентрированной и нагревают до кипения; должен появиться характерный запах этилацетата.

2. *Качественная реакция.* 0,5 мл субстанции смешивают с 5 мл 10 % раствора натрия гидроксида, прибавляют 2 мл 0,05 М раствора йода; должен появиться запах йодоформа и постепенно образоваться желтый осадок.

Плотность. Спирт этиловый 95%: от 0,808 до 0,812 г/см³ (при 20 °С, ОФС «Плотность»).

Спирт этиловый 96%: от 0,804 до 0,811 г/см³ (при 20 °С, ОФС «Плотность»).

Прозрачность. Смесь равных объемов субстанции и воды должна быть прозрачной (ОФС «Прозрачность и степень мутности жидкостей»).

Цветность. Субстанция должна быть бесцветной (ОФС «Степень окраски жидкостей», метод 2).

Кислотность или щелочность. К 20 мл субстанции прибавляют 25 мл свежепрокипяченной и охлажденной воды и 0,1 мл 1 % раствора фенолфталеина. Раствор остается бесцветным и окрашивается в розовый цвет, устойчивый в течение 30 с, при прибавлении не более 0,2 мл 0,05 М раствора натрия гидроксида.

Хлориды. Не более 0,001 % (ОФС «Хлориды»). 6 мл субстанции разбавляют водой до 30 мл.

Сульфаты. Не более 0,005 % (ОФС «Сульфаты»). Для определения используют раствор, приготовленный в испытании «Хлориды».

Тяжелые металлы. Не более 0,0005 % (ОФС «Тяжёлые металлы»). Для определения используют раствор, приготовленный в испытании «Хлориды».

Метанол. Не более 0,02 % (о/о) в пересчете на спирт этиловый безводный.

Определение проводят методом газовой хроматографии (ГХ).

Хроматографические условия

Колонка

капиллярная НР-FFAP длиной 50 м,

	диаметром 0,32 мм с толщиной слоя неподвижной фазы 0,52 мкм или аналогичная;
Детектор	пламенно-ионизационный;
Газ-носитель	азот ос. ч.;
Линейная скорость	20 см/с;
Расход водорода	20 мл/мин;
Расход воздуха	200 мл/мин;
Деление потока	1:30;
Объем пробы	1 мкл;
Время анализа	20 мин.

Температура		
	Время, мин	Температура, °С
Колонка	0 – 7	70 – 75
	7 – 16	70 → 180 (12 °С/ мин)
	16 – 20	180
Испаритель		150
Детектор		200

Хроматографируют градуировочную смесь (РС-3 МСО 1748:2011 «Стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте» или аналогичный) и субстанцию.

Допускается корректировка условий хроматографирования при условии пригодности хроматографической системы.

Порядок выхода пиков на хроматограмме: ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, 2-пропанол, этанол, пропанол, изобутиловый спирт, бутанол, изоамиловый спирт.

Хроматографическая система считается пригодной, если разрешение (R) между пиками метанола и этилацетата не менее 1,0; относительные стандартные отклонения результатов отдельных измерений времен удерживания и площадей пиков каждого компонента не превышают 2 %.

Содержание метанола в субстанции (X) в процентах (о/о) в пересчете на спирт этиловый безводный рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{S \cdot C_0 \cdot 100}{S_0 \cdot P}$$

где C_0 – концентрация метанола в градуировочной смеси, % (о/о);
 S_0 – площадь пика метанола на хроматограмме градуировочной смеси;
 S – площадь пика метанола на хроматограмме субстанции;
 P – содержание спирта этилового в субстанции, % (о/о), рассчитанное по плотности субстанции.

Альдегиды. Не более 0,00025 % (о/о) (не более 2 мг/л) в пересчете на спирт этиловый безводный.

Определение проводят методом ГХ. Условия хроматографирования приведены в разделе "Метанол".

Содержание альдегидов (ацетальдегида) в субстанции (X) в процентах (о/о) в пересчете на спирт этиловый безводный рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{S \cdot C}{S_0 \cdot P \cdot \rho \cdot 100}$$

где S – площадь пика ацетальдегида на хроматограмме субстанции;
 S_0 – площадь пика ацетальдегида на хроматограмме градуировочной смеси;
 C – концентрация ацетальдегида в градуировочной смеси, мг/л;
 ρ – плотность ацетальдегида, равная 0,783 г/мл;
 P – содержание спирта этилового в субстанции, % (о/о), рассчитанное по плотности субстанции.

Сложные эфиры. Не более 0,0011 % (о/о, не более 10 мг/л) в пересчете на спирт этиловый безводный.

Определение проводят методом ГХ. Условия хроматографирования приведены в разделе "Метанол".

Содержание сложных эфиров (метилацетат, этилацетат) в субстанции (X) в процентах (о/о) в пересчете на спирт этиловый безводный рассчитывают по формуле:

$$X = \sum X_i,$$

где X_i – концентрация каждого из сложных эфиров, рассчитанная по формуле:

$$X_i = \frac{S_i \cdot C_i}{S_0 \cdot P \cdot \rho_i \cdot 100}$$

где S_i – площадь пика каждого сложного эфира (метилацетат, этилацетат) на хроматограмме субстанции;

S_0 – площадь пика каждого сложного эфира (метилацетат, этилацетат) на хроматограмме градуировочной смеси;

C_i – концентрация каждого сложного эфира (метилацетат, этилацетат) в градуировочной смеси, мг/л;

ρ_i – плотность каждого сложного эфира, равная 0,924 г/мл для метилацетата и 0,901 г/мл для этилацетата соответственно;

P – содержание спирта этилового в субстанции, % (о/о), рассчитанное по плотности субстанции.

Сивушное масло. Не более 0,0006 % (о/о) (не более 5 мг/л) в пересчете на спирт этиловый безводный.

Определение проводят методом ГХ. Условия хроматографирования приведены в разделе "Метанол".

Содержание сивушного масла (пропанол, 2-пропанол, изобутиловый спирт, бутанол, изоамиловый спирт) в субстанции (X) в процентах (о/о) в пересчете на спирт этиловый безводный рассчитывают по формуле:

$$X = \sum X_i,$$

где X_i – концентрация каждого компонента сивушного масла, рассчитанная по формуле:

$$X_i = \frac{S_i \cdot C_i}{S_0 \cdot P \cdot \rho_i \cdot 100}$$

где: S_i – площадь пика каждого компонента сивушного масла (пропанол, 2-пропанол, изобутиловый спирт, бутанол, изоамиловый спирт) на хроматограмме субстанции;

S_0 – площадь пика каждого компонента сивушного масла (пропанол, 2-пропанол, изобутиловый спирт, бутанол, изоамиловый спирт) на хроматограмме градуировочной смеси;

- C_i – концентрация каждого компонента сивушного масла (пропанол, 2-пропанол, изобутиловый спирт, бутанол, изоамиловый спирт) в градуировочной смеси, мг/л;
- ρ_i – плотность каждого компонента сивушного масла, равная 0,804 г/мл для пропанола, 0,785 г/мл для 2-пропанола, 0,803 г/мл для изобутилового спирта, 0,810 г/мл для бутанола и 0,812 г/мл для изоамилового спирта соответственно;
- P – содержание спирта этилового в субстанции, % (о/о), рассчитанное по плотности субстанции.

Фурфурол. В градуированный цилиндр с притертой пробкой помещают 10 мл субстанции, прибавляют 0,5 мл свежеперегнанного анилина, 2 мл ледяной уксусной кислоты, закрывают пробкой и перемешивают. Через 20 мин смесь должна оставаться бесцветной.

Восстанавливающие вещества

Раствор кобальта хлорида. 2,5 г кобальта хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в воде, приливают 0,1 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Раствор калия дихромата. 0,100 г растертого калия дихромата, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре 100 – 105 °С, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Эталонный раствор. 5 мл раствора кобальта хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 7 мл раствора калия дихромата, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

0,02 % раствор калия перманганата. 0,02 г калия перманганата растворяют в 100 мл воды.

50 мл субстанции помещают в предварительно ополоснутый испытуемым спиртом цилиндр с притертой пробкой и погружают на 10 мин в водяную баню с температурой 15 °С таким образом, чтобы уровень воды в бане был выше уровня спирта в цилиндре. Прибавляют 1 мл 0,02 % раствора калия перманганата, закрывают цилиндр пробкой, перемешивают и вновь

погружают в баню. При стоянии красно-фиолетовая окраска смеси постепенно изменяется и не должна достигнуть окраски эталонного раствора в течение 20 мин.

Нелетучие вещества. Не более 0,01 %. 100 мл субстанции выпаривают досуха на водяной бане и сушат при температуре 100 – 105 °С до постоянной массы; остаток не должен превышать 1 мг. Определение проводят в соответствии с требованиями ОФС «Остаточные органические растворители».

Микробиологическая чистота. В соответствии с ОФС «Микробиологическая чистота».

Хранение. В плотно укупоренной упаковке, вдали от огня.