

## ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

---

**Определение спирта этилового  
в жидких фармацевтических  
препаратах**

**ОФС.1.2.1.0016.15  
Взамен ГФ XII, ч.1,  
ОФС 42-0039-07**

---

Спирт этиловый в жидких фармацевтических препаратах в зависимости от состава и физико-химических свойств, присутствующих в препарате компонентов, может быть определен одним из следующих методов: дистилляцией или газовой хроматографией. Метод количественного определения спирта должен быть указан в фармакопейной статье.

### **Метод дистилляции**

Данный метод заключается в отгонке спирта этилового от растворенных в нем веществ. Прибор для определения спирта этилового в жидких фармацевтических препаратах методом дистилляции представлен на рисунке 1.

В круглодонную колбу (1) (рисунок) вместимостью 200 – 250 мл вносят точно отмеренное количество препарата. При содержании спирта в препарате до 20 % для определения берут 75 мл препарата, при содержании от 20 до 50 % – 50 мл, при содержании от 50 % и выше 25 мл; перед перегонкой препарат разбавляют водой до 75 мл.

Колбу присоединяют к горизонтально расположенному прямому холодильнику с аллонжем (4), направляющим дистиллят в приемник – мерную колбу вместимостью 50 мл (5), желательную помещенную в стакан с холодной водой.

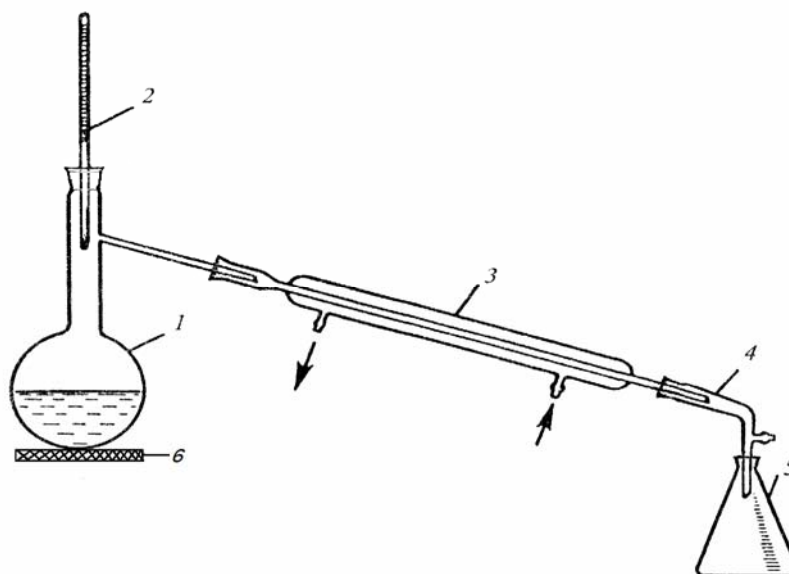


Рисунок – Прибор для определения содержания спирта этилового

1 – круглодонная колба; 2 – термометр; 3 – холодильник;  
4 – аллонж; 5 – приемник; 6 – электронагреватель.

Нагревают перегонную колбу на электронагревателе (6). Для равномерного кипения в колбу с испытуемым раствором помещают капилляры, пемзу или кусочки прокаленного фарфора. Температуру паров измеряют термометром (2), размещенным в приборе таким образом, чтобы ртутный шарик располагался на 0,5 – 1,0 см ниже отверстия отводной трубки. При соблюдении температурных пределов перегонки достигается равномерное кипение испытуемого раствора. Если испытуемый раствор при перегонке сильно пенится, то прибавляют 2 – 3 мл концентрированной фосфорной или серной кислоты, кальция хлорид, парафин, воск (2 – 3 г).

Собирают около 48 мл отгона, охлаждают его до температуры 20 °С, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Отгон может быть прозрачным или слегка мутным.

Определяют плотность отгона пикнометром и по алкоголетрическим таблицам находят содержание спирта в объемных процентах.

Содержание спирта в препарате в объемных процентах ( $X$ , % (o/o)) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{50 \cdot a}{b}, \quad (1)$$

где 50 – объем отгона, мл;

$a$  – содержание спирта в отгоне, % (о/о);

$b$  – объем испытуемого препарата, взятый для перегонки, мл.

Если препарат содержит летучие вещества, то его предварительно обрабатывают.

При содержании в препарате эфирных масел, хлороформа, этилового эфира, камфоры к нему добавляют в делительной воронке равные объемы насыщенного раствора натрия хлорида и петролейного эфира. Смесь взбалтывают в течение 3 мин. После разделения слоев спиртоводный слой сливают в другую делительную воронку и обрабатывают таким же образом половинным количеством петролейного эфира. Спиртоводный слой сливают в колбу для перегонки. Объединенные эфирные извлечения взбалтывают с половинным количеством насыщенного раствора натрия хлорида, а потом присоединяют к жидкости, находящейся в колбе для перегонки.

Если препарат содержит менее 30 % спирта, то высаливание проводят не раствором, а 10 г сухого натрия хлорида.

При содержании в препарате летучих кислот их нейтрализуют раствором щелочи, а при содержании летучих оснований – фосфорной или серной кислотами.

Препараты, содержащие свободный йод, перед дистилляцией обрабатывают до обесцвечивания цинковой пылью или рассчитанным количеством сухого натрия тиосульфата. Для связывания летучих сернистых соединений к препарату прибавляют несколько капель 10 % раствора натрия гидроксида.

### **Метод газовой хроматографии**

Если нет других указаний в фармакопейной статье, для проведения анализа используют газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и с хроматографической колонкой размером 150 × 0,4 см,

заполненной полимерным сорбентом Porapak Q с размером частиц 100 – 120 меш.

Температура колонки – 150 °С; температура испарителя – 170 °С; температура детектора – 170 °С. Скорость газа-носителя (азот или гелий) – 30 мл/мин.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают точно отмеренное количество испытуемого препарата, достаточное для получения раствора, содержащего 4 – 6 % этанола по объему, прибавляют 5,0 мл пропанола (внутренний стандарт), перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 10,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

*Раствор стандартного образца.* В мерную колбу вместимостью 100 мл вносят 5,0 мл спирта этилового не менее 95 % (стандартный образец) и 5,0 мл пропанола (внутренний стандарт), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 10,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

В испаритель газового хроматографа, выведенного на рабочий режим, вводят последовательно по 1 – 2 мкл испытуемого раствора и раствора стандартного образца и регистрируют хроматограммы.

Содержание спирта этилового в препарате в объемных процентах ( $X$ , % (о/о)) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{S \cdot S'_o \cdot 5,0 \cdot P}{S_o \cdot S' \cdot V_{\text{сп}}}, \quad (2)$$

где  $S$  и  $S'$  – площади пика спирта этилового на хроматограммах анализируемого раствора и раствора стандартного образца соответственно;

$S_o$  и  $S'_o$  – площади пика пропанола на хроматограммах испытуемого раствора и раствора стандартного образца

соответственно;

$V_{np}$  – объем препарата, взятый для анализа, мл;

$P$  – содержание спирта этилового в стандартном образце, %.

Результаты анализа считаются достоверными, если выполняются требования теста «Проверка пригодности хроматографической системы».

*Проверка пригодности хроматографической системы.* Система считается пригодной, если:

- разрешение ( $R$ ) пиков спирта этилового и пропанола не менее 2,0;
- фактор асимметрии ( $T$ ) пика спирта этилового не превышает 1,5;
- относительное стандартное отклонение ( $RSD$ ) не превышает 2 % относительно площади пика спирта этилового к площади пика внутреннего стандарта.