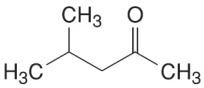
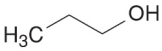
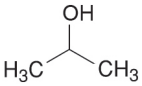


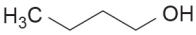
H. 4-metylopentan-2-on (metyloizobutyloketon),



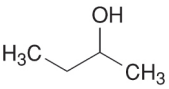
I. propan-1-ol (propanol),



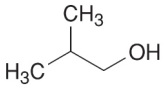
J. propan-2-ol (alkohol izopropylowy),



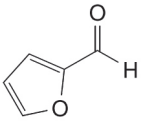
K. butan-1-ol (butanol),



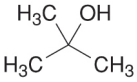
L. butan-2-ol,



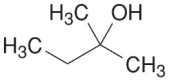
M. 2-metylopropan-1-ol (izobutanol),



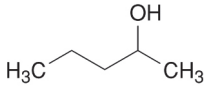
N. furano-2-karbaldehyd (furfural),



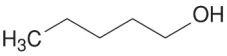
O. 2-metylopropan-2-ol (alkohol 1,1-dimetyloetylowy),



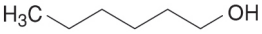
P. 2-metylobutan-2-ol,



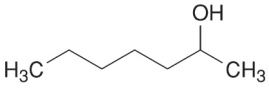
Q. pentan-2-ol,



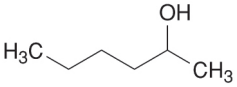
R. pentan-1-ol (pentanol),



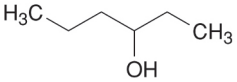
S. heksan-1-ol (heksanol),



T. heptan-2-ol,



U. heksan-2-ol,



V. heksan-3-ol.◊

01/2015:1318
zmieniona (8.5)

ETHANOLUM ANHYDRICUM[1]

Etanol bezwodny

Ethanol, anhydrous; Éthanol anhydre

C_2H_6O m.cz. 46,07
[64-17-5]

DEFINICJA

Zawartość: nie mniej niż 99,5% (*V/V*) C_2H_6O (99,2% *m/m*), w temp. 20°C, obliczona z gęstości względnej używając tabel alkoholometrycznych (*5.5*).

♦WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: bezbarwna, przezroczysta, lotna, łatwopalna ciecz, higroskopijna.

Rozpuszczalność: substancja miesza się z wodą i z chlorkiem metylenu.

Substancja pali się niebieskim, bezdymnym płomieniem.

Temperatura wrzenia: ok. 78°C. ♦

TOŻSAMOŚĆ

Tożsamość pierwsza: A, B.
Tożsamość druga: A, C, D.

A. Gęstość względna (patrz „Badania").
B. Absorpcyjna spektrofotometria w podczerwieni (*2.2.24*).
Porównanie: widmo porównawcze Ph. Eur. bezwodnego etanolu.
◊C. Zmieszać w probówce 0,1 mL substancji badanej z 1 mL roztworu *nadmanganianu potasu OD* (10 g/L) i 0,2 mL *rozcieńczonego kwasu siarkowego OD.* Przykryć natychmiast bibułą filtracyjną zwilżoną świeżo przygotowanym roztworem zawierającym 0,1 g *nitroprusydku sodu OD* i 0,5 g *uwodnionej piperazyny OD* w 5 mL *wody OD*. Po kilku minutach na bibule filtracyjnej powstaje intensywne niebieskie zabarwienie, które blednie po 10–15 min.
D. Do 0,5 mL substancji badanej dodać 5 mL *wody OD*, 2 mL *rozcieńczonego roztworu wodorotlenku sodu OD*, a następnie dodać powoli 2 mL *roztworu jodu (0,05 mol/L) RM*. W czasie 30 min wytrąca się żółty osad.◊

BADANIA

Wygląd. Substancja badana jest przezroczysta (*2.2.1*) i bezbarwna (*2.2.2, metoda II*) w porównaniu z *wodą OD*. Uzupełnić 1,0 mL substancji badanej *wodą OD* do 20 mL. Po 5 min rozcieńczony roztwór pozostaje przezroczysty (*2.2.1*) w porównaniu z *wodą OD*.

Kwasowość lub zasadowość. Do 20 mL substancji badanej dodać 20 mL *wody pozbawionej dwutlenku węgla OD* i 0,1 mL *roztworu fenoloftaleiny OD*. Roztwór jest bezbarwny. Dodać 1,0 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,01 mol/L) RM*. Roztwór jest różowy (30 µg/mL, w przeliczeniu na kwas octowy).

Gęstość względna (*2.2.5*): od 0,790 do 0,793.

[1] Monografia ta została poddana procesowi harmonizacji wymagań farmakopealnych. Patrz rozdział *5.8. Harmonizacja wymagań farmakopealnych.*

Absorbancja (*2.2.25*): nie więcej niż 0,40 przy 240 nm, 0,30 w zakresie od 250 nm do 260 nm i 0,10 w zakresie od 270 nm do 340 nm. Widmo występuje w postaci stale zstępującej krzywej bez obserwowanych pików lub przegięć.

Wykonać badanie w zakresie od 235 nm do 340 nm w warstwie 5 cm używając *wody OD* jako odnośnika.

Zanieczyszczenia lotne. Chromatografia gazowa (*2.2.28*).

Roztwór badany (a). Substancja badana.

Roztwór badany (b). Dodać 150 µL *4-metylopentan-2-olu OD* do 500,0 mL substancji badanej.

Roztwór porównawczy (a). Uzupełnić 100 µL *bezwodnego metanolu OD* substancją badaną do 50,0 mL. Uzupełnić 5,0 mL roztworu substancją badaną do 50,0 mL.

Roztwór porównawczy (b). Uzupełnić 50 µL *bezwodnego metanolu OD* i 50 µL *acetaldehydu OD* substancją badaną do 50,0 mL. Uzupełnić 100 µL roztworu substancją badaną do 10,0 mL.

Roztwór porównawczy (c). Uzupełnić 150 µL *acetalu OD* substancją badaną do 50,0 mL. Uzupełnić 100 µL roztworu substancją badaną do 10,0 mL.

Roztwór porównawczy (d). Uzupełnić 100 µL *benzenu OD* substancją badaną do 100,0 mL. Uzupełnić 100 µL roztworu substancją badaną do 50,0 mL.

Kolumna:
- *materiał:* stopiona krzemionka;
- *wymiary:* długość 30 m, średnica wewnętrzna 0,32 mm;
- *faza nieruchoma: poli[(cyjanopropylo)(fenylo)][dimetylo]siloksan OD* (grubość warstwy 1,8 µm).

Gaz nośny: hel do chromatografii OD.

Prędkość liniowa: 35 cm/s.

Stosunek strumienia dzielonego: 1:20.

Temperatura:

	Czas (min)	Temperatura (°C)
Kolumna	0 – 12 12 – 32 32 – 42	40 40 → 240 240
Dozownik próbki		200
Detektor		280

Detekcja: płomieniowo-jonizacyjna.

Wprowadzenie: 1 µL.

Przydatność układu: roztwór porównawczy (b):
- *rozdzielczość:* nie mniej niż 1,5 pomiędzy pierwszym pikiem (acetaldehyd) i drugim pikiem (metanol).

Wartości graniczne:
- *metanol* na chromatogramie roztworu badanego (a): nie więcej niż 0,5-krotność powierzchni odpowiadającego piku na chromatogramie roztworu porównawczego (a) (200 µL/L);
- *acetaldehyd + acetal:* nie więcej niż 10 µL/L, w przeliczeniu na acetaldehyd.

Obliczyć sumę zawartości acetaldehydu i acetalu w mikrolitrach na litr wg poniższego wzoru:

$$\frac{10 \times A_E}{A_T - A_E} + \frac{30 \times C_E}{C_T - C_E} \times \frac{44{,}05}{118{,}2}$$

A_E = powierzchnia piku acetaldehydu na chromatogramie roztworu badanego (a);
A_T = powierzchnia piku acetaldehydu na chromatogramie roztworu porównawczego (b);
C_E = powierzchnia piku acetalu na chromatogramie roztworu badanego (a);
C_T = powierzchnia piku acetalu na chromatogramie roztworu porównawczego (c);
44,05 = masa cząsteczkowa acetaldehydu;
118,2 = masa cząsteczkowa acetalu.

- *benzen:* nie więcej niż 2 µL/L.

Obliczyć zawartość benzenu w mikrolitrach na litr wg poniższego wzoru:

$$\frac{2B_E}{B_T - B_E}$$

B_E = powierzchnia piku benzenu na chromatogramie roztworu badanego (a);
B_T = powierzchnia piku benzenu na chromatogramie roztworu porównawczego (d).

Jeżeli to konieczne, tożsamość benzenu może być potwierdzona z zastosowaniem innego odpowiedniego układu chromatograficznego (faza nieruchoma o innej polarności).
- *suma innych zanieczyszczeń* na chromatogramie roztworu badanego (b): nie więcej niż powierzchnia piku 4-metylopentan-2-olu na chromatogramie roztworu badanego (b) (300 µL/L);
- *wartość graniczna pominięcia:* 0,03-krotność powierzchni piku 4-metylopentan-2-olu na chromatogramie roztworu badanego (b) (9 µL/L).

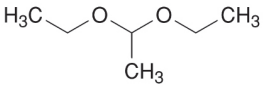
Pozostałość po odparowaniu: nie więcej niż 25 µg/mL.

Odparować 100 mL substancji badanej do sucha na łaźni wodnej i suszyć 1 h w temp. 100–105°C. Masa pozostałości nie jest większa niż 2,5 mg.

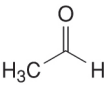
PRZECHOWYWANIE

Chronić od światła.

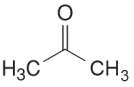
◊ZANIECZYSZCZENIA



A. 1,1-dietoksyetan (acetal),



B. acetaldehyd,



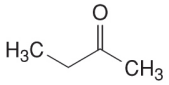
C. propan-2-on (aceton),

D. benzen,

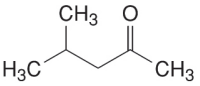
E. cykloheksan,

$H_3C–OH$

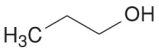
F. metanol,



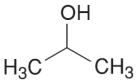
G. butan-2-on (metyloetyloketon),



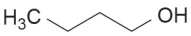
H. 4-metylopentan-2-on (metyloizobutyloketon),



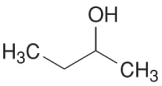
I. propan-1-ol (propanol),



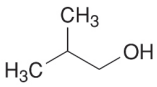
J. propan-2-ol (alkohol izopropylowy),



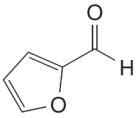
K. butan-1-ol (butanol),



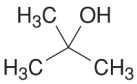
L. butan-2-ol,



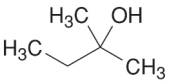
M. 2-metylopropan-1-ol (izobutanol),



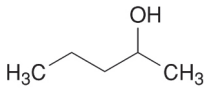
N. furano-2-karbaldehyd (furfural),



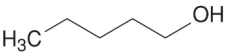
O. 2-metylopropan-2-ol (alkohol 1,1-dimetyloetylowy),



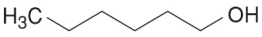
P. 2-metylobutan-2-ol,



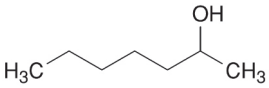
Q. pentan-2-ol,



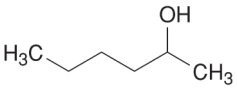
R. pentan-1-ol (pentanol),



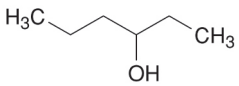
S. heksan-1-ol (heksanol),



T. heptan-2-ol,



U. heksan-2-ol,



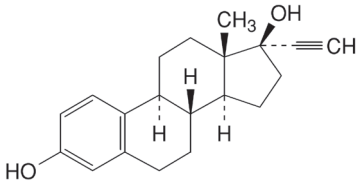
V. heksan-3-ol.◊

04/2012:0140

ETHINYLESTRADIOLUM

Etynyloestradiol

Ethinylestradiol; Éthinylestradiol



$C_{20}H_{24}O_2$ m.cz. 296,4
[57-63-6]

DEFINICJA

19-Nor-17α-pregna-1,3,5(10)-trien-20-yno-3,17-diol.

Zawartość: od 97,5% do 102,0% (w przeliczeniu na wysuszoną substancję).

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: biały lub jasnożółtawobiały, krystaliczny proszek.

Rozpuszczalność: substancja praktycznie nierozpuszczalna w wodzie, łatwo rozpuszczalna w etanolu (96%). Substancja rozpuszcza się w rozcieńczonych roztworach zasadowych.

Substancja wykazuje polimorfizm (*5.9*).

TOŻSAMOŚĆ

A. Absorpcyjna spektrofotometria w podczerwieni (*2.2.24*).
Porównanie: etynyloestradiol CSP.
Jeżeli widma otrzymane w stanie stałym wykazują różnice, rozpuścić oddzielnie substancję badaną i substancję porównawczą w *metanolu OD*, odparować do sucha i zarejestrować nowe widma używając pozostałości.

B. Chromatografia cienkowarstwowa (*2.2.27*).
Mieszanina rozpuszczalników: metanol OD, chlorek metylenu OD (10:90 *V/V*).
Roztwór badany. Rozpuścić 25 mg substancji badanej w mieszaninie rozpuszczalników i uzupełnić mieszaniną rozpuszczalników do 25 mL.
Roztwór porównawczy. Rozpuścić 25 mg *etynyloestradiolu CSP* w mieszaninie rozpuszczalników i uzupełnić mieszaniną rozpuszczalników do 25 mL.
Płytka: płytka TLC z żelem krzemionkowym G OD.
Faza ruchoma: etanol (96%) OD, toluen OD (10:90 *V/V*).
Naniesienie: 5 µL.
Rozwijanie: na odległość 2/3 płytki.
Suszenie: na powietrzu do odparowania rozpuszczalnika.
Detekcja: ogrzewać 10 min w temp. 110°C, spryskać gorącą płytkę *etanolowym roztworem kwasu siarkowego OD* i ogrzewać ponownie 10 min w temp. 110°C. Obejrzeć w świetle dziennym i nadfiolecie przy 365 nm.
Wyniki: plama główna na chromatogramie roztworu badanego wykazuje położenie, zabarwienie, fluorescencję i wielkość zgodną z plamą główną na chromatogramie roztworu porównawczego.

BADANIA

Substancje pokrewne. Chromatografia cieczowa (*2.2.29*).

Mieszanina rozpuszczalników: woda OD, acetonitryl OD1 (40:60 *V/V*).

Roztwór badany. Rozpuścić 50,0 mg substancji badanej w 30 mL *acetonitrylu OD1* i uzupełnić *wodą OD* do 50,0 mL.