

Хроматографируют раствор сравнения Б, раствор сравнения А и испытуемый раствор.

Пригодность хроматографической системы. На хроматограмме раствора сравнения Б:

– разрешение (R) между пиками метамизола и 4-аминоантипирина должно быть не менее 2,2;

– разрешение (R) между пиками 4-аминоантипирина и 4-метиламиноантипирина должно быть не менее 3,0.

Относительные времена удерживания соединений. Метамизол – 1, 4-аминоантипирин – около 1,4, 4-метиламиноантипирин – около 2,0.

На хроматограмме испытуемого раствора:

- площадь пика 4-метиламиноантипирина должна быть не более площади пика на хроматограмме раствора сравнения А (не более 0,5 %);

- площадь пика любой другой примеси должна быть не более 0,4 от площади пика на хроматограмме раствора сравнения А (не более 0,2 %);

- суммарная площадь пиков примесей должна быть не более площади пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,5 %).

Не учитывают пики, площадь которых составляет 5 % и менее от площади пика на хроматограмме раствора сравнения (менее 0,025 %).

Потеря в массе при высушивании. От 4,7 % до 5,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют около 0,5 г (точная навеска) субстанции.

Хлориды. 0,5 г субстанции помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 10 мл воды, прибавляют 5 мл азотной кислоты разведенной 16 % и осторожно кипятят в течение 5 мин. После охлаждения раствор помещают в пробирку, содержащую 0,15 мл 0,1 М раствора серебра нитрата, доводят объем раствора водой до 10 мл и через 1 мин просматривают в проходящем свете.

Параллельно проводят контрольный опыт.