МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| ***N,N*-Диметиланилин** |  | **ОФС.1.2.2.2.0019** |
|  |  | **Взамен ОФС.1.2.3.0025.18** |

|  |
| --- |
|  |

Методы определения *N,N*-диметиланилина основаны на использовании газовой хроматографии (ОФС «Газовая хроматография»).

**Метод А**

*Раствор внутреннего стандарта.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают около 50 мг (точная навеска) *N,N*-диэтиланилина, растворяют в 4,0 мл хлористоводородной кислоты 0,1 М и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки.

*Испытуемый раствор.* В колбу с притёртой пробкой помещают около 0,5 г (точная навеска) субстанции, растворяют в 30 мл воды и прибавляют 1,0 мл раствора внутреннего стандарта. Прибавляют 1,0 мл натрия гидроксида раствора 40 % и перемешивают до полного растворения. Прибавляют 2,0 мл триметилпентана. Встряхивают в течение 2 мин и выдерживают до разделения слоёв. Используют верхний слой.

*Раствор сравнения.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают около 50 мг (точная навеска) *N,N*-диметиланилина, растворяют в 4,0 мл хлористоводородной кислоты 0,1 М и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки. В колбу с притёртой пробкой помещают 1,0 мл полученного раствора, прибавляют 29 мл воды, 1,0 мл раствора внутреннего стандарта, 1,0 мл натрия гидроксида раствора 40 % и 2,0 мл триметилпентана. Встряхивают в течение 2 мин и выдерживают до разделения слоёв. Используют верхний слой.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | кварцевая капиллярная,25 м × 0,32 мм, покрытая поперечносшитым полиметилфенилсилоксаном, 0,52 мкм; |
| Детектор | пламенно-ионизационный; |
| Газ-носитель | гелий для хроматографии; |
| Деление потока | 1:20; |
| Давление в инжекторе | 50 кПа; |
| Поток на сброс | 20 мл/мин; |
| Объём пробы | 1 мкл. |

*Температурная программа*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | Время,мин | Температура, °С | Скорость нагрева, °С/мин |
| Колонка | 0–5 | 150 | – |
| 5–11,3 | 150 → 275 | 20 |
| 11,3–14,3 | 275 | – |
| Инжектор |  | 220 |  |
| Детектор |  | 300 |  |

Хроматографируют раствор сравнения и испытуемый раствор.

*Времена удерживания. N,N*-диметиланилин *–* около 3,6 мин; *N,N-*диэтиланилин *–* около 5,0 мин.

**Метод Б**

*Раствор внутреннего стандарта.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают около 50 мг (точная навеска) нафталина, растворяют в циклогексане и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 5,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора циклогексаном до метки.

*Испытуемый раствор.* В колбу с притёртой пробкой помещают около 1 г (точная навеска) субстанции, прибавляют 5,0 мл натрия гидроксида раствора 1 М. Энергично взбалтывают в течение 1 мин с 1,0 мл раствора внутреннего стандарта. Выдерживают до разделения фаз (при необходимости центрифугируют для лучшего разделения). Используют верхний слой.

*Раствор сравнения.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают около 50 мг (точная навеска) *N,N*-диметиланилина, прибавляют 2,0 мл хлористоводородной кислоты и 20 мл воды, встряхивают до полного растворения и доводят объём раствора до метки. В мерную колбу вместимостью 250 мл помещают 5,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки. В колбу с притёртой пробкой помещают 1,0 мл полученного раствора, прибавляют 5,0 мл натрия гидроксида раствора 1 М и 1,0 мл раствора внутреннего стандарта. Энергично взбалтывают в течение 1 мин. Выдерживают до разделения фаз (при необходимости центрифугируют для лучшего разделения). Используют верхний слой.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | стеклянная, 2 м × 2 мм, силанизированный диатомит для газовой хроматографии, импрегнированный 3 % (м/м) полиметилфенилсилоксаном; |
| Детектор | пламенно-ионизационный; |
| Газ-носитель | азот для хроматографии; |
| Скорость потока | 30 мл/мин; |
| Объём пробы | 1 мкл; |
| Температура | Колонка  | 120 °С; |
| Инжектор | 150 °С; |
| Детектор | 150 °С. |

Хроматографируют раствор сравнения и испытуемый раствор.