**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
| ФС.0.0.0000 |
| **МЕТИЛЕНХЛОРИД** |
| *Methyleni chloridum* |
| Methylene chloride |
| CH2Cl2 | *M*r 84,9 |
| [75-09-2] |  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Дихлорметан.

Может содержать не более 2,0 % (*об/об*) этанола и/или не более 0,03 % (*об/об*) 2-метилбутена-2.

СВОЙСТВА

***Описание*.** Прозрачная, бесцветная, летучая жидкость.

***Растворимость*.** Мало растворим в воде, смешивается со спиртом 96 %.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

*Первая идентификация:* Б, В*.*

*Вторая идентификация:* А, Г, Д.

А. **Относительная плотность** (см. раздел *Испытания*).

Б. **Показатель преломления** (см. раздел *Испытания*).

В. **ИК-спектрометрия**(*ОФС «Спектрометрия в средней инфракрасной области»*)*.*

*Испытуемый образец:* плёнки.

*Требование*: инфракрасный спектр поглощения испытуемого образца должен соответствовать спектру стандартного образца *метиленхлорида*.

Г. **Качественная реакция**

К 2 мл испытуемого образца прибавляют 2 г *калия гидроксида*, 20 мл спирта 96 % и нагревают с обратным холодильником в течение 30 мин. Охлаждают, прибавляют 15 мл *серной кислоты раствор 1 М* и фильтруют. К 1 мл фильтрата прибавляют 1 мл раствора 15 г/л *хромотроповой кислоты динатриевой соли дигидрата,* 2 мл *воды* и 8 мл *серной кислоты концентрированной*; должно появиться фиолетовое окрашивание.

Д. **Качественная реакция**

2 мл фильтрата, полученного в разделе «Г. Качественная реакция», даёт реакцию на хлориды *(ОФС «Общие реакции на подлинность»)*.

ИСПЫТАНИЯ

**Прозрачность** *(ОФС «Прозрачность и степень опалесценции (мутности) жидкостей»).* Испытуемый образец должен быть прозрачным.

**Цветность** *(ОФС «Степень окраски жидкостей», метод 2).* Испытуемый образец должен быть бесцветным.

**Кислотность.** К 50,0 г испытуемого образца прибавляют 50 мл, предварительно нейтрализованного *метанола* 0,1 мл *бромтимолового синего раствором* *0,05 %*. Окраска индикатора должна изменяться на синюю при прибавлении не более 0,15 мл *натрия гидроксида раствора 0,1 М*.

**Относительная плотность** *(ОФС «Плотность»).* От 1,320 до 1,332.

**Показатель преломления** (*ОФС «Показатель преломления (индекс рефракции)»*). От 1,423 до 1,425.

**Этанол, 2-метилбутен-2 и другие летучие примеси.** Метод ГХ (*ОФС «Газовая хроматография»).*

*Испытуемый раствор.* Испытуемый образец.

*Раствор сравнения (а)*. Смешивают 100 мкл *четырёххлористого углерода* (примесь А), 500 мкл *хлороформа* (примесь В), 3,0 мл
*2-метилбутена-2* и 5,0 мл *метанола* (примесь D) и доводят объём раствора испытуемым раствором до 100,0 мл.

*Раствор сравнения (б)*. К 1 мл раствора сравнения (а) прибавляют 2,0 мл *этанола* и доводят объём раствора испытуемым раствором до 100,0 мл.

Примечание

Примесь А (углерода тетрахлорид, углерод четырёххлористый): тетрахлорметан.

Примесь В (хлороформ): трихлорметан.

Примесь D: метанол.

*Условия хроматографирования:*

-*колонка:* из расплавленного кварца, длиной 30 м и внутренним диаметром 0,32 мм, покрытая слоем *цианопропил(3)фенил(3)метил(94)полисилоксана* толщиной 1,8 мкм;

- *газ-носитель*: азот для хроматографии;

- *скорость газа-носителя*: 1 мл/мин постоянно;

- *деление потока*: 1:40;

- *режим изменения температуры*:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Элемент | Время (мин.) | Температура (°С) |
| Колонка | 0−55−12,512,5−1818–20 | 4040 → 5555 → 100100 |
| Блок ввода проб |  | 260 |
| Детектор |  | 300 |

- *детектор*: пламенно-ионизационный; расход газа 25 мл/мин

- *вводимый объём пробы*: по 2 мкл испытуемого раствора и раствора сравнения (б).

*Идентификация примесей*: для идентификации пиков примесей А, В, D и примеси 2-метилбутена-2 используют относительное время удерживания соединений и хроматограмму раствора сравнения (б).

*Относительное время удерживание* (время удерживания меленхлорида около 7 мин): примесь D − около 0,6; этанол – около 0,8; 2-метилбутен-2 − около 0,9; примесь В − около 1,7; примесь А − около 1,8.

*Пригодность хроматографической системы* (раствор сравнения (б)):

- *разрешение (RS)*: не менее 3,0 между пиками этанола и 2-метилбутена-2;

- *отношение «сигнал/шум»:* не менее 5 относительно пика примеси А.

*Пределы содержания примесей:*

- *этанол*: не более 2 % (об/об);

- *2-метилбутен-2*: не более 300 ppm (об/об);

- *примесь А*: не более 10 ppm (об/об);

- *примесь В*: не более 50 ppm (об/об);

- *сумма примесей (кроме этанола и 2-метилбутена-2):* не более 0,1 % (об/об);

- *неучитываемый предел*: не учитывают пики менее 50 ppm (об/об), кроме примеси А.

**Свободный хлор.** В пробирку с притёртой стеклянной пробкой вместимостью 5 мл помещают 5 мл раствора 100 г/л *калия йодида* и 0,2 г *крахмала растворимого*, перемешивают в течение 30 с и отстаивают 5 минут; не должно наблюдаться появление синей окраски.

**Остаток после выпаривания.** Не более 20 ppm.

Выпаривают 50,0 г испытуемого образца на водяной бане досуха и сушат при температуре 100–105 °С в течение 30 мин. Масса остатка должна быть не более 1,0 мг.

**Вода** *(ОФС «Определение воды», метод 2)*.Не более 0,02 %.Определение проводят с использованием 10,00 г испытуемого образца.

ХРАНЕНИЕ

В герметично укупоренной упаковке, в защищённом от света месте.