

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.2.2.0019

N,N-ДИМЕТИЛАНИЛИН

МЕТОД А

Испытание проводят методом газовой хроматографии (ОФС «Газовая хроматография»), используя *N,N*-диэтиланилин *P* в качестве внутреннего стандарта.

Раствор внутреннего стандарта. 50 мг *N,N*-диэтиланилина *P* растворяют в 4 мл 0,1 М раствора хлороводородной кислоты и доводят объём раствора водой *P* до 50 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят водой *P* до объёма 100 мл.

Испытуемый раствор. 0,5 г испытуемого образца помещают в пробирку со стеклянной притёртой пробкой и растворяют в 30,0 мл воды *P*. Прибавляют 1,0 мл раствора внутреннего стандарта. Температуру полученного раствора доводят до 26°C–28 °C. Прибавляют 1,0 мл натрия гидроксида раствора концентрированного *P* и перемешивают до полного растворения. Прибавляют 2,0 мл триметилпентана *P*. Встряхивают в течение 2 мин и выдерживают до разделения слоёв. Используют верхний слой.

Раствор сравнения. 50,0 мг *N,N*-диметиланилина *P* растворяют в 4,0 мл 0,1 М раствора хлороводородной кислоты и доводят объём раствора водой *P* до 50,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят водой *P* до объёма 100,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят водой *P* до объёма 30,0 мл. Прибавляют 1,0 мл раствора внутреннего стандарта и 1,0 мл натрия гидроксида раствора концентрированного *P*. Прибавляют 2,0 мл триметилпентана *P*. Встряхивают в течение 2 мин и выдерживают до разделения слоёв. Используют верхний слой.

Хроматографическая процедура может быть проведена с использованием:

– капиллярной колонки из плавленного кварца длиной 25 м и внутренним диаметром 0,32 мм, покрытой слоем *фенил(50)метил(50)полисилоксана Р* толщиной 0,52 мкм,

– *гелия* для *хроматографии Р* в качестве газа-носителя с соотношением компонентов 1:20, давлением на входе в колонку 50 кПа и объёмной скоростью сбрасываемого газа-носителя 20 мл/мин,

– пламенно-ионизационного детектора,

– лайнера с делением потока, состоящего из колонки длиной около 1 см, заполненной *диатомитом* для *газовой хроматографии Р*, пропитанным 10 % (м/м) *метилполисилоксаном Р*.

Поддерживают температуру колонки на уровне 150 °С в течение 5 мин, затем повышают температуру со скоростью 20 °С/мин до 275 °С и поддерживают её в течение 3 мин, поддерживают температуру детектора на уровне 300 °С, а температуру блока ввода проб – на уровне 220 °С.

Время удерживания составляет: *N,N*-диметиланилин – около 3,6 мин, *N,N*-диэтиланилин – около 5,0 мин.

Вводят 1 мкл испытуемого раствора и 1 мкл раствора сравнения.

МЕТОД Б

Испытание проводят методом газовой хроматографии (*ОФС «Газовая хроматография»*), используя *нафталин Р* в качестве внутреннего стандарта.

Раствор внутреннего стандарта. 50 мг *нафталина Р* растворяют в *циклогексане Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 50 мл. 5 мл полученного раствора доводят *циклогексаном Р* до объёма 100 мл.

Испытуемый раствор. 1,00 г испытуемого образца помещают в пробирку со стеклянной притёртой пробкой, прибавляют 5 мл 1 М раствора *хлороводородной кислоты* и 1,0 мл раствора внутреннего стандарта. Закрывают пробирку пробкой и энергично встряхивают в течение 1 мин. При необходимости центрифугируют и используют верхний слой.

Раствор сравнения. К 50,0 мг *N,N*-диметиланилина *P* прибавляют 2 мл хлороводородной кислоты *P* и 20 мл воды *P*, встряхивают до полного растворения и доводят объём раствора водой *P* до 50,0 мл. 5,0 мл полученного раствора доводят водой *P* до объёма 250,0 мл. 1,0 мл полученного раствора помещают в пробирку со стеклянной притёртой пробкой, прибавляют 5 мл 1 *M* раствора хлороводородной кислоты и 1,0 мл раствора внутреннего стандарта. Закрывают пробирку пробкой и энергично встряхивают в течение 1 мин. При необходимости центрифугируют и используют верхний слой.

Хроматографическая процедура может быть проведена с использованием:

- колонки из стекла длиной 2 м и внутренним диаметром 2 мм, заполненной *диатомитом* силанизированным для газовой хроматографии *P*, пропитанным 3 % (м/м) *фенил(50)метил(50)полисилоксаном P*,
- азота для хроматографии *P* в качестве газа-носителя при скорости потока 30 мл/мин,
- пламенно-ионизационного детектора.

Поддерживают температуру колонки на уровне 120 °С, а температуру блока ввода проб и детектора – на уровне 150 °С.

Вводят 1 мкл испытуемого раствора и 1 мкл раствора сравнения.