

2.4.25. ЗАЛИШКОВІ КІЛЬКОСТІ ЕТИЛЕНОКСИДУ І ДІОКСАНУ

Випробування призначене для визначення вмісту залишкових кількостей етиленоксиду і діоксану в зразках, розчинних у воді або диметилацетаміді. Для речовин, нерозчинних або недостатньо розчинних у цих розчинниках, приготування розчину зразка і умови визначення методом парофазної газової хроматографії зазначають в окремій монографії.

Випробування проводять методом парофазної газової хроматографії (2.2.28).

А. Для речовин, розчинних або таких, що змішуються з водою, застосовують таку методику.

Випробовуваний розчин. 1.00 г випробовуваної речовини поміщають у віалу місткістю 10 мл (у залежності від умов проведення випробування можуть застосовуватися віали іншого об'єму) і додають 1.0 мл *води Р*. Віалу закривають, вміст перемішують до одержання однорідного розчину і витримують протягом 45 хв при температурі 70 °С.

Розчин порівняння (а). 1.00 г випробовуваної речовини поміщають у таку саму віалу місткістю 10 мл, додають 0.50 мл *розчину діоксану Р2* і 0.50 мл *етиленоксиду розчину Р3*. Віалу закривають, вміст перемішують до одержання однорідного розчину і витримують протягом 45 хв при температурі 70 °С.

Розчин порівняння (б). 0.50 мл *етиленоксиду розчину Р3* поміщають у віалу місткістю 10 мл, додають 0.1 мл свіжоприготованого розчину 10 мг/л *ацетальдегіду Р* і 0.10 мл *діоксану розчину Р1*. Віалу закривають, вміст перемішують до одержання однорідного розчину і витримують протягом 45 хв при температурі 70 °С.

В. Для зразків, розчинних або таких, що змішуються з диметилацетамідом, застосовують таку методику.

Випробовуваний розчин. 1.00 г випробовуваної речовини поміщають у віалу місткістю 10 мл (у залежності від умов проведення випробування можуть застосовуватися віали іншого об'єму), додають 0.20 мл *води Р* і 1.0 мл *диметилацетаміду Р*. Віалу закривають, вміст перемішують до одержання однорідного розчину і витримують протягом 45 хв при температурі 90 °С.

Розчин порівняння (а). 1.00 г випробовуваної речовини поміщають у таку саму віалу місткістю 10 мл і додають 0.10 мл *діоксану розчину Р1*, 0.10 мл *етиленоксиду розчину Р2* і 1.0 мл *диметилацетаміду Р*. Віалу закривають, вміст перемішують до одержання однорідного розчину і витримують протягом 45 хв при температурі 90 °С.

Розчин порівняння (б). 0.10 мл *етиленоксиду розчину Р2* поміщають у віалу місткістю 10 мл, додають

0.1 мл свіжоприготованого розчину 10 мг/л *ацетальдегіду Р* і 0.10 мл *діоксану розчину Р1*. Віалу закривають, вміст перемішують до одержання однорідного розчину і витримують протягом 45 хв при температурі 70 °С.

Колонка:

- *матеріал:* скло або зплавлений кварц;
- *розміри:* довжина — 30 м, діаметр — 0.32 мм;
- *нерухома фаза:* \blacktriangledown *метилполісилоксан Р* \blacktriangle (завтовшки 1.0 мкм).

Газ-носії: *гелій для хроматографії Р* або *азот для хроматографії Р*.

Лінійна швидкість газу-носія: 20 см/с.

Поділ потоку: 1:20.

Можуть бути використані такі умови підготовки і уведення рівноважної парової фази:

- *температура зрівноважування:* 70 °С (90 °С для розчинів у диметилацетаміді);
- *час зрівноважування:* 45 хв;
- *температура пристрою подавання газової проби:* 75 °С (150 °С для розчинів у диметилацетаміді);
- *газ-носії:* *гелій для хроматографії Р*;
- *час напускання газу-носія:* 1 хв;
- *час вводу газової проби:* 12 с.

Температура:

	Час (хв)	Температура (°С)
Колонка	0–5	50
	5–31	50→180
	31–32,5	\blacktriangledown 180→230 \blacktriangle
	32.5–37.5	230
Пристрій вводу проб		150
Детектор		250

Детектування: полуменево-іонізаційне.

Об'єм інжекції: додатний об'єм, наприклад 1.0 мл, проби газової фази над випробовуваним розчином, розчином порівняння (а) і розчином порівняння (б). Повторюють не менше двох разів.

Придатність системи: розчин порівняння (б):

- *ступінь розділення:* не менше 2.0 між піками ацетальдегіду і етиленоксиду;
- *відношення «сигнал/шум»:* не менше 5 для піків етиленоксиду та діоксану.

Перевірка прецизійності

Для кожної пари уведень обчислюють різницю площ піків етиленоксиду і діоксану на хроматограмі розчину порівняння (а) і на хроматограмі випробовуваного розчину.

Хроматографічна система вважається придатною, якщо виконуються такі умови: