

## 2.4.26. N,N-ДИМЕТИЛАНІЛІН

### МЕТОДА

Випробування проводять методом газової хроматографії (2.2.28), використовуючи як внутрішній стандарт *N,N*-діетиланілін *P*.

*Розчин внутрішнього стандарту.* 50 мг *N,N*-діетиланіліну *P* розчиняють у 4 мл 0.1 М розчину хлористоводневої кислоти і доводять об'єм розчину водою *P* до 50 мл. 1 мл одержаного розчину розводять водою *P* до 100 мл.

*Випробовуваний розчин.* У колбу з притертою скляною пробкою поміщають 0.50 г випробовуваної речовини і розчиняють у 30.0 мл води *P*, потім додають 1.0 мл розчину внутрішнього стандарту і термостатують розчин при температурі від 26 °С до 28 °С. Додають 1.0 мл натрію гідроксиду розчину концентрованого *P* і перемішують до повного розчинення. Додають 2.0 мл триметилпентану *P*, струшують протягом 2 хв і залишають до розшарування. Використовують верхній шар.

*Розчин порівняння.* 50.0 мг *N,N*-діметиланіліну *P* розчиняють у 4 мл 0.1 М розчину хлористоводневої кислоти і доводять об'єм розчину водою *P* до 50.0 мл. 1.0 мл одержаного розчину розводять водою *P* до 100.0 мл. 1.0 мл цього розчину розводять водою *P* до 30.0 мл. Додають 1.0 мл розчину внутрішнього стандарту і 1.0 мл натрію гідроксиду розчину концентрованого *P*. Додають 2.0 мл триметилпентану *P*, струшують протягом 2 хв і залишають до розшарування. Використовують верхній шар.

Попеременно хроматографують по 1 мкл випробовуваного розчину і розчину порівняння на газовому хроматографі з полуменево-іонізаційним детектором за таких умов:

- капілярна кварцова колонка завдовжки 25 м і внутрішнім діаметром 0.32 мм, внутрішня поверхня якої покрита шаром модифікованого ▼феніл(50)метил(50)полісилоксану *P*▲ завтовшки 0.52 мкм;
- газ-носіє — гелій для хроматографії *P*;
- поділ потоку — 1:20;
- тиск на вході в колонку — 50 кПа, об'ємна швидкість газу-носія, що скидається, — 20 мл/хв;
- кварцова вставка у випарник, заповнена діатомітом для газової хроматографії *P* з нанесеним ▼метилполісилоксаном *P*▲ у кількості 10 % (м/м), завтовшки 1 см;
- підтримують температуру колонки 150 °С протягом 5 хв, потім температуру підвищують до 275 °С із швидкістю 20 °С за хв і підтримують таку температуру протягом 3 хв;
- температура пристрою вводу проб — 220 °С;
- температура детектора — 300 °С.

Час утримування *N,N*-діметиланіліну *P* становить близько 3.6 хв, *N,N*-діетиланіліну *P* — близько 5.0 хв.

### МЕТОД В

Випробування проводять методом газової хроматографії (2.2.28), використовуючи як внутрішній стандарт нафталін *P*.

*Розчин внутрішнього стандарту.* 50 мг нафталіну *P* розчиняють у циклогексані *P* і доводять об'єм розчину цим самим розчинником до 50 мл. 5 мл одержаного розчину розводять циклогексаном *P* до 100 мл.

*Випробовуваний розчин.* У пробірку з притертою скляною пробкою поміщають 1.00 г випробовуваної речовини, додають 5 мл 1 М розчину натрію гідроксиду і 1.0 мл розчину внутрішнього стандарту. Пробірку закривають і енергійно струшують протягом 1 хв. При необхідності центрифугують і використовують верхній шар.

*Розчин порівняння.* До 50.0 мг *N,N*-діметиланіліну *P* додають 2 мл хлористоводневої кислоти *P* і 20 мл води *P*. Струшують до розчинення і доводять об'єм розчину водою *P* до 50.0 мл. 5.0 мл одержаного розчину розводять водою *P* до 250.0 мл. 1.0 мл одержаного розчину поміщають у пробірку зі скляною притертою пробкою, додають 5 мл 1 М розчину натрію гідроксиду і 1.0 мл розчину внутрішнього стандарту. Пробірку закривають і енергійно струшують протягом 1 хв. При необхідності центрифугують і використовують верхній шар.

Хроматографують по 1 мкл випробовуваного розчину і розчину порівняння на газовому хроматографі з полуменево-іонізаційним детектором за таких умов:

- скляна колонка завдовжки 2 м і внутрішнім діаметром 2 мм, заповнена діатомітом силанізованим для газової хроматографії *P* з нанесеним у кількості 3 % (м/м) ▼феніл(50)метил(50)полісилоксаном *P*▲;
- газ-носіє — азот для хроматографії *P*;
- швидкість газу-носія — 30 мл/хв;
- температура колонки — 120 °С;
- температура пристрою введення проб і детектора — 150 °С.