

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 14 chuẩn trong *methylen clorid* (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi. Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng *methylen clorid* đã được acid hóa (TT).

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 15 chuẩn trong *methylen clorid* (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi. Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng *methylen clorid* đã được acid hóa (TT).

Dung dịch đối chiếu (3): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 16 chuẩn trong *methylen clorid* (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi. Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng *methylen clorid* đã được acid hóa (TT).

Dung dịch đối chiếu (4): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 17 chuẩn trong *methylen clorid* (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi. Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng *methylen clorid* đã được acid hóa (TT).

Dung dịch đối chiếu (5): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 16 chuẩn và 60 mg phụ gia chất dẻo 17 chuẩn trong *methylen clorid* (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi. Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng *methylen clorid* đã được acid hóa (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 μ l dung dịch thử, 20 μ l dung dịch đối chiếu (5) và 20 μ l dung dịch đối chiếu tương ứng với chất chống oxy hoá phenolic và non-phenolic có trong thành phần chất kiểm tra.

Triển khai sắc ký với hệ dung môi 1 tới khoảng 18 cm. Để khô bản mỏng. Triển khai sắc ký lần hai với hệ dung môi 2 đến khoảng 17 cm. Để khô bản mỏng và quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Phun *dung dịch iot 1% trong ethanol* (TT), sau 10 - 15 min, quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Bất kỳ vết nào thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải không được có màu đậm hơn màu của các vết tương tự về vị trí thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu. Phép thử chỉ có giá trị khi sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (5) cho 2 vết tách nhau rõ rệt.

Các amid và stearat

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4)

Bản mỏng: *Silica gel GF₂₅₄*.

Dung môi khai triển:

Dung môi 1: *Ethanol - trimethylpentan* (25 : 75).

Dung môi 2: *Hexan* (TT).

Dung dịch thử: Dùng dung dịch thử của phép thử Chất chống oxy hoá non-phenolic.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 20 mg acid stearic chuẩn (phụ gia chất dẻo 19) trong *methylen clorid* (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 40 mg phụ gia chất dẻo 20 chuẩn trong *methylen clorid* (TT) và pha loãng thành 20 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (3): Hòa tan 40 mg phụ gia chất dẻo 21 chuẩn trong *methylen clorid* (TT) và pha loãng thành 20 ml với cùng dung môi.

Cách tiến hành: Dùng 2 bản mỏng.

Chấm lên mỗi bản mỏng 10 μ l dung dịch thử.

Chấm lên bản mỏng thứ nhất 10 μ l dung dịch đối chiếu (1). Chấm riêng biệt lên bản mỏng thứ hai 10 μ l dung dịch đối chiếu (2) và (3).

Bản mỏng thứ nhất: Triển khai sắc ký với hệ dung môi (1) đến khoảng 10 cm. Để khô bản mỏng trong không khí. Phun *dung dịch muối natri diclorophenolindophenol 0,2 %* (TT) và sấy bản mỏng ở 120 °C trong vài phút tới khi các vết hiện rõ. Bất kỳ vết nào thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử tương ứng với vết của phụ gia chất dẻo 19 (có giá trị R_f khoảng 0,5) không được đậm hơn vết tương tự về vị trí thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1).

Bản mỏng thứ 2: Triển khai sắc ký với hệ dung môi (2) đến khoảng 13 cm. Để khô bản mỏng trong không khí. Khai triển lần 2 với hệ dung môi là hỗn hợp *methanol - methylen clorid* (5 : 95) đến khoảng 10 cm, để khô bản mỏng. Phun *dung dịch acid phosphomolybdic trong ethanol 4 %* (TT) và sấy bản mỏng ở 120 °C tới khi các vết hiện rõ. Bất kỳ vết nào thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử tương ứng với vết của phụ gia chất dẻo 20 hoặc 21 (có giá trị R_f khoảng 0,2) không được đậm hơn vết có cùng giá trị R_f thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) và (3).

17.9.4 POLYETHYLEN TEREPHTHALAT ĐỂ SẢN XUẤT ĐỒ ĐỰNG CHẾ PHẨM KHÔNG PHẢI LÀ THUỐC TIÊM

Polyethylen terephthalat thu được bằng cách polymer hóa acid terephthalic hoặc dimethyl terephthalat với ethylen glycol. Acid isophthalic, dimethyl isophthalat, 1,4-bis(hydroxymethyl)cyclohexan(cyclohexan-1,4-dimethanol) hoặc diethylen glycol có thể được dùng trong quá trình polymer hóa. Nguyên liệu không được chứa quá 0,5 % silica hoặc silicat và các chất màu trong danh mục Các phụ gia cho chất dẻo được phép sử dụng.

Sản xuất

Quá trình sản xuất phải được đánh giá để chứng minh là hàm lượng acetaldehyd tồn dư trong nguyên liệu không quá 10 phần triệu.

Tính chất

Dạng hạt trong hoặc hơi đục. Thực tế không tan trong nước, alcohol và trong methylen clorid. Bị thủy phân bởi base mạnh.

Định tính

A. Lấy 0,10 g nguyên liệu cần kiểm tra vào bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 25 ml *dung dịch kali hydroxyd 20 % trong ethanol 50 %* (TT). Đun hồi lưu 30 min. Để nguội và pha loãng thành 100 ml bằng *nước*. Lọc nếu cần. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 100 ml bằng *nước*. Đo độ hấp thụ của dung dịch ở bước sóng từ 210 nm

đến 330 nm (Phụ lục 4.1). Dung dịch phải cho độ hấp thụ cực đại tại 240 nm.

B. Hòa tan 0,05 g nguyên liệu cần kiểm tra trong 2 ml *1,1,1,3,3,3-hexafluoropropan-2-ol* (TT). Lấy vài giọt dung dịch thu được vào một đĩa thủy tinh đặt trên cách thủy trong tủ hốt để tạo thành một lớp phim mỏng có kích thước 15 mm × 15 mm. Để dung môi bay hơi và di chuyển lớp phim bằng một dòng nước và một cái kẹp. Sấy khô phim ở 100 °C đến 105 °C trong 1 h đến 2 h. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của nguyên liệu cần kiểm tra phải cho các cực đại hấp thụ tại số sóng 1725 cm⁻¹, 1410 cm⁻¹, 1265 cm⁻¹, 1120 cm⁻¹, 1100 cm⁻¹, 1020 cm⁻¹, 875 cm⁻¹, 725 cm⁻¹. Ngoài ra, phổ hấp thụ hồng ngoại thu được phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của nguyên liệu làm mẫu điển hình.

Chuẩn bị các dung dịch S1, S2, S3, S4

Nếu cần, cắt nguyên liệu cần kiểm tra thành các mảnh nhỏ có kích thước mỗi chiều không quá 1 cm.

Dung dịch S1: Lấy 10,0 g nguyên liệu cần kiểm tra vào bình thủy tinh borosilicat cô mài. Thêm 200 ml nước và đun ở 50 °C trong 5 h. Để nguội và gạn lấy phần dung dịch. Dùng dung dịch S1 trong vòng 4 h sau khi pha.

Dung dịch S2: Lấy 10 g nguyên liệu cần kiểm tra vào bình thủy tinh borosilicat cô mài. Thêm 100 ml *ethanol* 96 % (TT) và đun ở 50 °C trong 5 h. Để nguội và gạn lấy phần dung dịch. Dùng dung dịch S2 trong vòng 4 h sau khi pha.

Dung dịch S3: Lấy 20,0 g nguyên liệu cần kiểm tra vào bình thủy tinh borosilicat cô mài. Thêm 50 ml *dung dịch acid hydrocloric* 0,1 M (TT) và đun ở 50 °C trong 5 h. Để nguội và gạn lấy phần dung dịch. Dùng dung dịch S3 trong vòng 4 h sau khi pha.

Dung dịch S4: Lấy 20,0 g nguyên liệu cần kiểm tra vào bình thủy tinh borosilicat cô mài. Thêm 50 ml *dung dịch natri hydroxyd* 0,01 M (TT) và đun ở 50 °C trong 5 h. Để nguội và gạn lấy phần dung dịch. Dùng dung dịch S4 trong vòng 4 h sau khi pha.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S1 phải trong (Phụ lục 9.2).

Dung dịch S2 phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Lấy 50 ml dung dịch S1 thêm 0,15 ml *dung dịch xanh bromothymol* (TT)₁. Dung dịch chuyển thành màu vàng. Dung dịch này phải chuyển sang màu xanh dương khi thêm không quá 0,5 ml *dung dịch natri hydroxyd* 0,01 N (CD). Lấy 50 ml dung dịch S1 khác, thêm 0,2 ml *dung dịch methyl da cam* (TT). Dung dịch chuyển thành màu vàng. Dung dịch này phải chuyển từ màu vàng sang da cam khi thêm không quá 0,5 ml *dung dịch acid hydrocloric* 0,01 N (CD).

Độ hấp thụ (Phụ lục 4.1)

Độ hấp thụ của dung dịch S1 tại các bước sóng trong khoảng từ 220 nm đến 340 nm không được quá 0,20. Thêm vào đó, đối với các polyethylen terephthalat có màu thì độ hấp thụ của dung dịch S1 tại các bước sóng trong khoảng từ 400 nm đến 800 nm không được quá 0,05.

Độ hấp thụ của dung dịch S2 tại các bước sóng trong khoảng từ 400 nm đến 800 nm không được quá 0,05.

Chất khử

Lấy 20 ml dung dịch S1, thêm 2 ml *dung dịch acid sulfuric* 0,5 M (TT) và 20 ml *dung dịch kali permanganat* 0,01 N (CD). Đun sôi trong 3 min rồi làm nguội ngay đến nhiệt độ phòng. Thêm 1 g *kali iodid* (TT), 0,25 ml *dung dịch hồ tinh bột* (TT) làm chỉ thị và chuẩn độ bằng *dung dịch natri thiosulfat* 0,01 N (CD). Dùng 20,0 ml nước để chuẩn bị mẫu trắng trong cùng điều kiện. Chênh lệch thể tích dung dịch chuẩn độ của mẫu thử và mẫu trắng không được quá 0,5 ml.

Chất tan trong dioxan

Không được quá 3 %.

Lấy 2 g nguyên liệu cần kiểm tra vào bình thủy tinh borosilicat cô mài. Thêm 20 ml *dioxan* (TT) và đun hồi lưu trong 2 h. Bay hơi 10 ml dung dịch thu được đến gần khô trên cách thủy, sấy khô căn ở 100 °C đến 105 °C. Khối lượng cần thu được không quá 30 mg.

Nhôm

Không được quá 1,0 phần triệu.

Xác định bằng phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử trong plasma argon (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng *dung dịch nhôm mẫu* 200 phần triệu Al (TT) bằng *dung dịch acid hydrocloric* 0,1 M (TT).

Đo cường độ phát xạ của nhôm tại bước sóng 396,15 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 396,25 nm.

Sử dụng dung dịch acid hydrocloric 0,1 M không chứa nhôm.

Antimony

Không được quá 1,0 phần triệu.

Xác định bằng phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử trong plasma argon (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dung dịch S4.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng *dung dịch antimony mẫu* 100 phần triệu Sb (TT) bằng *dung dịch natri hydroxyd* 0,01 M (TT).

Đo cường độ phát xạ của antimony tại bước sóng 231,15 nm hoặc 217,58 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 231,05 nm.

Bari

Không được quá 1,0 phần triệu.

Xác định bằng phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử trong plasma argon (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dây dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch bari mẫu 50 phần triệu Ba (TT) bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).

Đo cường độ phát xạ của bari tại bước sóng 455,40 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 455,30 nm.

Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M không chứa bari.

Cobalt

Không được quá 1,0 phần triệu.

Xác định bằng phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử trong plasma argon (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dây dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch cobalt mẫu 100 phần triệu Co (TT) bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).

Đo cường độ phát xạ của cobalt tại bước sóng 228,62 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 228,50 nm.

Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M không chứa cobalt.

Germani

Không được quá 1,0 phần triệu.

Xác định bằng phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử trong plasma argon (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dung dịch S4.

Dây dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch germani mẫu 100 phần triệu Ge (TT) bằng dung dịch natri hydroxyd 0,01 M (TT).

Đo cường độ phát xạ của germani tại bước sóng 206,87 nm hoặc 265,12 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 206,75 nm.

Mangan

Không được quá 1,0 phần triệu.

Xác định bằng phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử trong plasma argon (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dây dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch mangan mẫu 100 phần triệu Mn (TT) bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).

Đo cường độ phát xạ của mangan tại bước sóng 257,61 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 257,50 nm. Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M không chứa mangan.

Titan

Không được quá 1,0 phần triệu.

Xác định bằng phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử trong plasma argon (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dây dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch titan mẫu 100 phần triệu Ti (TT) bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT). Đo cường độ phát xạ của titan tại bước sóng 323,45 nm hoặc 334,94 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 323,35 nm.

Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M không chứa titan.

Kẽm

Không được quá 1,0 phần triệu.

Xác định bằng phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử trong plasma argon (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dây dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch kẽm mẫu 100 phần triệu Zn (TT) bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).

Đo cường độ phát xạ của kẽm tại bước sóng 213,86 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 213,75 nm.

Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M không chứa kẽm.

Tro sulfat

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g nguyên liệu cần kiểm tra.

17.9.5 POLY(ETHYLEN-VINYL ACETAT) DÙNG SẢN XUẤT ĐỒ Đựng VÀ DÂY TRUYỀN DỊCH DINH DƯỠNG

Định nghĩa

Poly(ethylen-vinyl acetat), đáp ứng các yêu cầu dưới đây thì được sử dụng để sản xuất đồ đựng (như bình/lọ/túi chứa) và dây truyền dịch dinh dưỡng.

Poly(ethylen-vinyl acetat) thu được bằng cách copolymer hóa hỗn hợp ethylen và vinyl acetat. Copolymer này chứa không quá 25 % vinyl acetat đối với nguyên liệu sản xuất đồ đựng và không quá 30 % vinyl acetat đối với nguyên liệu sản xuất dây truyền dịch.

Sản xuất

Một số phụ gia chất dẻo được thêm vào trong quá trình polymer hóa nhằm tối ưu hóa các tính chất vật lý, hóa học và cơ học đáp ứng yêu cầu sử dụng. Tất cả các phụ gia chất dẻo này đều phải có trong Danh sách phụ gia chất dẻo cho phép với hàm lượng tối đa nằm trong giới hạn cho phép quy định với từng sản phẩm.

Poly(ethylen-vinyl acetat) có thể chứa không quá 3 trong số các chất chống oxy hóa sau:

- butylhydroxytoluen (phụ gia chất dẻo 07): Không quá 0,125 %,
- pentaerythrityl tetrakis[3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl) propionat] (phụ gia chất dẻo 09): Không quá 0,2 %,
- octadecyl 3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl) propionat (phụ gia chất dẻo 11): Không quá 0,2 %,
- tris(2,4-di-*tert*-butylphenyl) phosphit (phụ gia chất dẻo 12): Không quá 0,2 %,
- 2,2',2'',6,6',6''-hexa-*tert*-butyl-4,4',4''-[(2,4,6-trimethyl-1,3,5benzentriyl)trismethylen]tri-phenol (phụ gia chất dẻo 10): Không quá 0,2 %.

Các copolymer này cũng có thể chứa: