

natri sulfat khan 20 % (TT) và tiếp tục rửa 3 lần, mỗi lần 20 ml *nước*. Gộp toàn bộ dịch rửa vào cốc chứa dung dịch ban đầu. Chuẩn độ acid sulfuric thừa bằng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ)*, xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). Song song tiến hành chuẩn độ mẫu trắng.

1 ml *dung dịch acid sulfuric 0,1 N (CĐ)* tương ứng với 8,609 mg vinyl acetat.

17.9.6 POLYOLEFIN

Định nghĩa

Polyolefin thu được bằng cách polymer hóa ethylen hoặc propylen, hoặc bằng cách copolymer hóa hỗn hợp cả hai chất trên mà chứa không quá 25 % các đồng đẳng cao hơn (C_4 tới C_{10}) hoặc các acid carboxylic hoặc các ester. Một số nguyên liệu có thể là hỗn hợp các polyolefin.

Sản xuất

Một số phụ gia chất dẻo được thêm vào trong quá trình polymer hóa nhằm tối ưu hóa các đặc tính hóa học, vật lý và cơ học để đáp ứng yêu cầu của mục đích 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.

Polyolefin có thể chứa tối đa 3 chất chống oxy hóa, một hoặc một vài chất bôi trơn hoặc titan dioxyd được dùng như chất chắn sáng khi nguyên liệu yêu cầu phải có khả năng chống ánh sáng.

Các chất chống oxy hóa và giới hạn cho phép quy định như 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 0,3 %;
- 1,3,5-tris(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxybenzyl)-s-triazin-2,4,6-(1*H*,3*H*,5*H*)-trion (phụ gia chất dẻo 13): Không quá 0,3 %;
- octadecyl 3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat (phụ gia chất dẻo 11): Không quá 0,3 %;
- ethylen bis[3,3-bis[3-(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl]-butanoat] (phụ gia chất dẻo 08): Không quá 0,3 %;
- dioctadecyl disulfid (phụ gia chất dẻo 15): Không quá 0,3 %;
- 4,4',4''-(2,4,6-trimethylbenzen-1,3,5-triyltrismethylen)-trio[2,6-bis(1,1-dimethylethyl)phenol] (phụ gia chất dẻo 10): Không quá 0,3 %;
- 2,2'-bis(octadecyloxy)-5,5'-spirobi[1,3,2-dioxaphosphinan] (phụ gia chất dẻo 14): Không quá 0,3 %;
- didodecyl 3,3'-thiodipropionat (phụ gia chất dẻo 16): Không quá 0,3 %;
- dioctadecyl 3,3'-thiodipropionat (phụ gia chất dẻo 17): Không quá 0,3 %;

– tris[2,4-bis(1,1-dimethylethyl)phenyl] phosphit (phụ gia chất dẻo 12): Không quá 0,3 %;

– phụ gia chất dẻo 18: Không quá 0,1 %;

– copolymer của hỗn hợp dimethyl succinat và (4-hydroxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidin-1-yl) ethanol (phụ gia chất dẻo 22): Không quá 0,3 %;

Tổng lượng các phụ gia chất dẻo chống oxy hóa kể trên không được quá 0,3 %.

Các copolymer này cũng có thể chứa:

- hydrotalcit: Không quá 0,5 %;
- các alkanamid: Không quá 0,5 %;
- các alkenamid: Không quá 0,5 %;
- natri silico-aluminat: Không quá 0,5 %;
- silica: Không quá 0,5 %;
- natri benzoat: Không quá 0,5 %;
- ester hoặc muối của acid béo: Không quá 0,5 %;
- trinatri phosphat: Không quá 0,5 %;
- parafin lỏng: Không quá 0,5 %;
- kẽm oxyd: Không quá 0,5 %;
- talc: Không quá 0,5 %;
- magnesi oxyd: Không quá 0,2 %;
- calci stearat hoặc kẽm stearat hoặc hỗn hợp cả 2 chất trên: Không quá 0,5 %;
- titan dioxyd: Không quá 4 %.

Nhà cung cấp nguyên liệu phải chứng minh được các thành phần của nguyên liệu làm mẫu điển hình cho mỗi lô sản xuất đều có chất lượng và hàm lượng đạt yêu cầu.

Tính chất

Dạng bột, hạt, cốm, hoặc chuyển dạng thành các片片 mỏng có độ dày khác nhau, hoặc các dạng đồ đựng; thực tế không tan trong nước, tan trong các hydrocarbon thơm nóng, thực tế không tan trong ethanol, hexan và methanol; trở nên mềm ở nhiệt độ từ 65 °C và 165 °C; khi cháy cho ngọn lửa màu xanh.

Định tính

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

A. Thêm 10 ml *toluen (TT)* vào 0,25 g nguyên liệu cần kiểm tra và đun sôi hồi lưu trong khoảng 15 min. Nhỏ vài giọt dung dịch thu được lên một phiến natri clorid, bay hơi dung môi ở 80 °C trong tủ sấy. Đo phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2). Phổ hấp thụ hồng ngoại của nguyên liệu cần kiểm tra phải có các cực đại đặc trưng ở các số sóng sau: 2920 cm^{-1} , 2850 cm^{-1} , 1475 cm^{-1} , 1465 cm^{-1} , 1380 cm^{-1} , 1170 cm^{-1} , 735 cm^{-1} , 720 cm^{-1} ; phổ thu được phải giống với phổ của nguyên liệu đối chiếu. Nếu nguyên liệu cần kiểm tra ở dạng片片 mỏng, có thể xác định trực tiếp phổ hấp thụ hồng ngoại trên một mảnh có kích thước phù hợp.

B. Nguyên liệu cần kiểm tra phải đáp ứng Các phép thử bổ sung tương ứng với các phụ gia chất dẻo có trong thành phần.

C. Trộn khoảng 20 mg nguyên liệu cần kiểm tra với 1 g *kali hydrosulfat* (TT) trong một chén platin và đun nóng tới khi chảy hoàn toàn. Để nguội, thêm 20 ml *dung dịch acid sulfuric loãng* (TT). Đun nóng nhẹ, lọc. Thêm vào dịch lọc thu được 1 ml *acid phosphoric* (TT) và 1 ml *dung dịch hydrogen peroxyd đậm đặc*. Nếu nguyên liệu cần kiểm tra có dung titan dioxyd để làm chất chắn sáng thì sẽ xuất hiện màu vàng cam.

Chuẩn bị các dung dịch S1, S2, S3

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

Dung dịch S1: Cho 25 g nguyên liệu cần kiểm tra vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 500 ml *nước* để pha thuốc tiêm và đun sôi dưới sinh hàn hồi lưu trong 5 h. Để nguội và gạn. Giữ một phần dung dịch để kiểm tra độ trong và màu sắc của dung dịch, lọc phần còn lại qua phễu lọc thủy tinh xốp, số độ xốp 16 (Phụ lục 3.4). Sử dụng dung dịch S1 trong vòng 4 h sau khi pha.

Dung dịch S2: Cho 2,0 g nguyên liệu cần kiểm tra vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 80 ml *toluen* (TT), đun sôi dưới sinh hàn hồi lưu trong 90 min, khuấy liên tục. Để nguội đến 60 °C, vừa thêm 120 ml *methanol* (TT) vừa khuấy liên tục. Lọc dung dịch thu được qua phễu lọc thủy tinh xốp, số độ xốp 16 (Phụ lục 3.4). Rửa bình và phễu lọc bằng 25 ml hỗn hợp gồm 40 ml *toluen* (TT) và 60 ml *methanol* (TT). Gộp dịch rửa và dịch lọc, pha loãng hỗn hợp thu được thành 250 ml với cùng hỗn hợp dung môi. Song song tiến hành mẫu trắng.

Dung dịch S3: Cho 100 g nguyên liệu cần kiểm tra vào một bình nón thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 250 ml *dung dịch acid hydrocloric 0,1 N* (CD) và đun sôi dưới sinh hàn hồi lưu trong 1 h, khuấy liên tục. Để nguội, gạn lấy dung dịch.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S1 phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Thêm 0,15 ml *dung dịch xanh bromothymol* (TT) vào 100 ml dung dịch S1. Màu của dung dịch thu được phải chuyển sang xanh khi thêm không quá 1,5 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,01 N* (CD).

Thêm 0,2 ml *dung dịch methyl da cam* (TT) vào 100 ml dung dịch S1. Màu của dung dịch thu được phải chuyển từ vàng sang da cam khi thêm không quá 1 ml *dung dịch acid hydrocloric 0,01 N* (CD).

Độ hấp thụ

Độ hấp thụ của dung dịch S1 (Phụ lục 4.1) tại các bước sóng từ 220 nm đến 340 nm không được quá 0,2.

Chất khử

Thêm 1 ml *dung dịch acid sulfuric loãng* (TT) và 20 ml

dung dịch kali permanganat 0,01 N (CD) vào 20 ml dung dịch S1. Đun sôi hồi lưu trong 3 h và làm lạnh ngay. Thêm 1 g *kali iodid* (TT), chuẩn độ ngay bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,01 N* (CD) với chỉ thị là 0,25 ml *dung dịch hồ tinh bột* (TT). Song song tiến hành một mẫu trắng. Chênh lệch thể tích giữa hai lần chuẩn độ không được quá 3,0 ml.

Chất tan trong hexan

Cho 10 g nguyên liệu cần kiểm tra vào một bình nón thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 100 ml *hexan* (TT) và đun sôi dưới sinh hàn hồi lưu trong 4 h, khuấy liên tục. Làm nguội trong nước đá và lọc nhanh (thời gian lọc không được quá 5 min; có thể tăng tốc độ lọc nếu cần bằng cách lọc giảm áp) qua 1 phễu lọc thủy tinh xốp, số độ xốp 16 (Phụ lục 3.4), duy trì dung dịch ở khoảng 0 °C. Bay hơi trên cách thủy 20 ml dịch lọc trong một cốc thủy tinh borosilicat đã được cân bì. Sấy khô cân ở 100 °C đến 105 °C trong 1 h. Khối lượng cân thu được phải nằm trong khoảng 10 % của cân thu được từ nguyên liệu làm mẫu điển hình và không quá 5 %.

Nhôm

Không quá 1 phần triệu.

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

Dung dịch thử: Dùng 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 ở bước sóng 396,15 nm, hiệu chỉnh đường nền ở bước sóng 396,25 nm.

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

Titan

Không quá 1 phần triệu.

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

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng *dung dịch titan mẫu 100 phần triệu Ti* (TT) bằng *dung dịch acid hydrocloric 0,1 M* (TT). Đo cường độ phát xạ của nhôm ở bước sóng 336,12 nm, hiệu chỉnh đường nền ở bước sóng 336,16 nm. Sử dụng dung dịch acid hydrocloric 0,1 M không có titan.

Kẽm

Không quá 1 phần triệu.

Xác định bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng *dung dịch kẽm mẫu 10 phần triệu Zn* (TT) bằng *dung dịch acid hydrocloric 0,1 M* (TT).

Đo độ hấp thụ tại bước sóng 213,9 nm, sử dụng đèn cathod rỗng kẽm làm nguồn bức xạ và ngọn lửa không khí - acetylen.

Sử dụng dung dịch acid hydrocloric 0,1 M không có kẽm.

Kim loại nặng

Không được quá 2,5 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Bay hơi 50 ml dung dịch S3 đến còn khoảng 5 ml trên cách thủy, pha loãng thành 20 ml bằng nước. Lấy 12 ml dung dịch thu được tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng 2,5 ml dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Tro sulfat

Không quá 1,0 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 5,0 g nguyên liệu cần kiểm tra.

Giới hạn này không áp dụng cho nguyên liệu cần kiểm tra có dung titan dioxyd để làm chất chắn sáng.

Các phép thử bổ sung

Tùy theo yêu cầu đối với nguyên liệu cần kiểm tra, sẽ phải thực hiện toàn bộ hoặc một số phép thử sau đây:

Chất chống oxy hóa phenolic

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Hỗn hợp dung môi: Acetonitril - tetrahydrofuran (50 : 50).

Dung dịch thử (1): Bay hơi 50 ml dung dịch S2 đến khô trong chân không ở 45 °C. Hòa tan cẩn trọng 5,0 ml hỗn hợp dung môi. Chuẩn bị một dung dịch mẫu trắng từ dung dịch S2 mẫu trắng.

Dung dịch thử (2): Bay hơi 50 ml dung dịch S2 đến khô trong chân không ở 45 °C. Hòa tan cẩn trọng 5,0 ml methylen clorid (TT). Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng từ dung dịch S2 mẫu trắng.

Dung dịch thử (3): Bay hơi 50 ml dung dịch S2 đến khô trong chân không ở 45 °C. Hòa tan cẩn trọng 5,0 ml hỗn hợp đồng thể tích của acetonitril (TT) và dung dịch tert-butylhydroperoxyd (TT) 1 % trong tetrahydrofuran (TT). Đậy nắp bình và để yên 1 h. Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng từ dung dịch S2 mẫu trắng.

Trong các dung dịch đối chiếu dưới đây chỉ cần chuẩn bị các dung dịch đối chiếu cần thiết cho việc phân tích chất chống oxy hóa phenolic có trong nguyên liệu cần kiểm tra.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 25,0 mg butylhydroxytoluen chuẩn (phụ gia chất dẻo 07) và 60,0 mg phụ gia chất dẻo 08 chuẩn trong 10,0 ml hỗn hợp dung môi. Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 60,0 mg phụ gia chất dẻo 09 chuẩn và 60,0 mg phụ gia chất dẻo 10 chuẩn trong 10,0 ml hỗn hợp dung môi. Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (3): Hòa tan 60,0 mg phụ gia chất dẻo 11 chuẩn và 60,0 mg phụ gia chất dẻo 12 chuẩn trong 10,0 ml methylen clorid (TT). Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (4): Hòa tan 25,0 mg phụ gia chất dẻo 07 chuẩn trong 10,0 ml hỗn hợp dung môi. Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (5): Hòa tan 60,0 mg phụ gia chất dẻo 08 chuẩn trong 10,0 ml hỗn hợp dung môi. Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (6): Hòa tan 60,0 mg phụ gia chất dẻo 13 chuẩn trong 10,0 ml hỗn hợp dung môi. Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (7): Hòa tan 60,0 mg phụ gia chất dẻo 09 chuẩn trong 10,0 ml hỗn hợp dung môi. Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (8): Hòa tan 60,0 mg phụ gia chất dẻo 10 chuẩn trong 10,0 ml hỗn hợp dung môi. Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (9): Hòa tan 60,0 ml phụ gia chất dẻo 11 chuẩn trong 10,0 ml methylen clorid (TT). Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (10): Hòa tan 60,0 ml phụ gia chất dẻo 12 chuẩn trong 10,0 ml methylen clorid (TT). Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (11): Hòa tan 20,0 mg phụ gia chất dẻo chuẩn 18 trong 10,0 ml hỗn hợp đồng thể tích của acetonitril (TT) và dung dịch tert-butylhydroperoxyd (TT) 1 % trong tetrahydrofuran (TT). Đậy nắp bình và để yên 1 h. Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml bằng hỗn hợp dung môi.

A. Nếu nguyên liệu cần kiểm tra có chứa phụ gia chất dẻo 07 hoặc/và phụ gia chất dẻo 08, tiến hành như sau:

Pha động: Nước - acetonitril (30 : 70).

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 μm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt tại bước sóng 280 nm.

Tốc độ dòng: 2 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 μl.

Cách tiến hành:

Tiêm các dung dịch sau: dung dịch thử (1), dung dịch mẫu trắng của dung dịch thử (1), dung dịch đối chiếu (1), mỗi dung dịch đối chiếu (4) hoặc (5), hoặc dung dịch đối chiếu (4) và (5). Tiến hành sắc ký trong 30 min.

Tính phù hợp của hệ thống:

Độ phân giải giữa pic của phụ gia chất dẻo 07 và phụ gia chất dẻo 08 trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (1) không được nhỏ hơn 8,0.

Sắc ký đồ của dung dịch thử (1) chỉ cho các pic của các chất chống oxy hóa trong thành phần đã đăng ký và những pic nhỏ tương ứng với các pic trên sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng.

Giới hạn:

Diện tích các pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử (1) phải nhỏ hơn các diện tích pic tương ứng trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (4) và/hoặc (5).

B. Nếu nguyên liệu cần kiểm tra có chứa một hoặc nhiều hơn các phụ gia chất dẻo sau đây:

Phụ gia chất dẻo 09,

Phụ gia chất dẻo 10,

Phụ gia chất dẻo 11,

Phụ gia chất dẻo 12,

Phụ gia chất dẻo 13,

thì tiến hành sắc ký với điều kiện đã nêu ở trên (phần A), nhưng có thay đổi như sau:

Pha động: Nước - tetrahydrofuran - acetonitril (10 : 30 : 60).

Tốc độ dòng: 1,5 ml/min.

Cách tiến hành: Tiến hành sắc ký với dung dịch thử (1), dung dịch mẫu trắng của dung dịch thử (1), dung dịch đối chiếu (2) và các dung dịch đối chiếu tương ứng với các chất chống oxy hóa đã đăng ký có trong nguyên liệu cần kiểm tra thuộc danh mục trên.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống:

Độ phân giải giữa pic của phụ gia chất dẻo 09 và phụ gia chất dẻo 10 trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (2) không được nhỏ hơn 2,0.

Sắc ký đồ của dung dịch thử (1) chỉ cho các pic của các chất chống oxy hóa trong thành phần đã đăng ký và các pic nhỏ tương ứng với các pic trên sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng.

Giới hạn:

Diện tích các pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử (1) phải nhỏ hơn diện tích các pic tương ứng trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu của các chất chống oxy hóa đã nêu ở trên có trong thành phần nguyên liệu.

C. Nếu chất kiểm tra có chứa phụ gia chất dẻo 11 và/hoặc 12 thì tiến hành sắc ký với điều kiện đã nêu ở phần A, nhưng có thay đổi như sau:

Pha động: Nước - 2-propanol - methanol (5 : 45 : 50).

Tốc độ dòng: 1,5 ml/min.

Cách tiến hành: Tiến hành sắc ký với dung dịch thử (2), dung dịch mẫu trắng của dung dịch thử (2), dung dịch đối chiếu (3) và dung dịch đối chiếu (9) hoặc (10), hoặc dung dịch đối chiếu (9) và (10).

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống:

Độ phân giải giữa pic của phụ gia chất dẻo 11 và phụ gia chất dẻo 12 trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (3) không được nhỏ hơn 2,0.

Sắc ký đồ của dung dịch thử (2) chỉ cho các pic của các chất chống oxy hóa trong thành phần đã đăng ký và các pic nhỏ tương ứng với các pic trong sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng.

Giới hạn:

Diện tích các pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử (2) phải nhỏ hơn diện tích các pic tương ứng trên các sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (9) và/hoặc (10).

D. Nếu nguyên liệu cần kiểm tra có chứa phụ gia chất dẻo 18, tiến hành sắc ký với điều kiện đã nêu ở phần A, nhưng có thay đổi như sau:

Pha động: Tetrahydrofuran - acetonitril (20 : 80).

Tốc độ dòng: 1,5 ml/min.

Cách tiến hành: Tiến hành sắc ký với dung dịch thử (3), dung dịch mẫu trắng của dung dịch thử (3) và dung dịch đối chiếu (11).

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống:

Độ phân giải giữa 2 pic chính (thời gian lưu khoảng 3,5 min và 5,8 min) trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (11) không được nhỏ hơn 6,0.

Sắc ký đồ của dung dịch thử (3) chỉ cho các pic của các chất chống oxy hóa trong thành phần đã đăng ký và các pic nhỏ tương ứng với các pic trong sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng.

Giới hạn:

Diện tích các pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử (3) phải nhỏ hơn diện tích các pic tương ứng trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (11).

Chất chống oxy hóa non-phenolic

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển:

Dung môi 1: Hexan (TT).

Dung môi 2: Methylen clorid (TT).

Dung dịch thử (4): Bay hơi 100 ml dung dịch S2 đến khô trong chân không ở 45 °C. Hòa tan cẩn trọng 2 ml methylen clorid đã được acid hóa (TT).

Dung dịch đối chiếu (12): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 14 chuẩn trong 10 ml methylen clorid. Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng methylen clorid đã được acid hóa (TT).

Dung dịch đối chiếu (13): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 15 chuẩn trong 10 ml methylen clorid (TT). Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng methylen clorid đã được acid hóa (TT).

Dung dịch đối chiếu (14): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 16 chuẩn trong 10 ml methylen clorid (TT). Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng methylen clorid đã được acid hóa (TT).

Dung dịch đối chiếu (15): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 17 chuẩn trong 10 ml methylen clorid (TT). Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng methylen clorid đã được acid hóa (TT).

Dung dịch đối chiếu (16): Hòa tan 60 mg phụ gia chất dẻo 16 chuẩn và 60 mg phụ gia chất dẻo 17 chuẩn trong 10 ml methylen clorid (TT). 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 trên bản mỏng 20 µl mỗi dung dịch thử (4), dung dịch đối chiếu (16) và mỗi dung dịch đối chiếu tương ứng với tất cả các chất chống oxy hóa phenolic và non-phenolic được công bố có trong thành phần nguyên liệu cần kiểm tra.

Triển khai sắc ký với dung môi 1 đến khoảng 18 cm. Để khô bản mỏng. Tiếp tục triển khai sắc ký với 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 iod 5 % trong ethanol (TT), sau 10 min đến 15 min quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Không được có bất cứ vết nào trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử (4) đậm hơn vết tương ứng trên sắc ký đồ thu được từ các dung dịch đối chiếu. Phép thử chỉ có giá trị khi sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (16) cho 2 vết riêng biệt.

Phụ gia chất dẻo 22

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Ethanol - hexan (11 : 89).

Dung dịch thử: Bay hơi 25 ml dung dịch S2 đến khô trong chân không ở 45 °C. Hòa tan cẩn trọng 10 ml toluen (TT) và 10 ml dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd (TT) 1 % trong hỗn hợp gồm 35 thể tích toluen (TT) và 65 thể tích ethanol (TT). Đun sôi dưới sinh hàn hồi lưu trong 3 h. Để nguội và lọc nếu cần.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 30 mg phụ gia chất dẻo chuẩn 22 trong 50 ml toluen (TT). Thêm 1 ml dung dịch thu được vào 25 ml dung dịch S2 mẫu trắng và bay hơi đến khô trong chân không ở 45 °C. Hòa tan cẩn trọng 10 ml toluen (TT) và 10 ml dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd (TT) 1 % trong hỗn hợp gồm 35 thể tích toluen (TT) và 65 thể tích ethanol (TT). Đun sôi dưới sinh hàn hồi lưu trong 3 h. Để nguội và lọc nếu cần.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4,6 mm) được nhồi aminopropylsilyl silica gel dùng cho sắc ký (5 µm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 227 nm.

Thể tích tiêm: 20 µl.

Tốc độ dòng: 2 ml/min.

Thời gian sắc ký: 10 min.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký với dung dịch đối chiếu, độ phân giải giữa các pic tương ứng với thành phần “diol” và dung môi của dung dịch đối chiếu phải không nhỏ hơn 7.

Tiến hành sắc ký lần lượt với dung dịch thử và dung dịch đối chiếu, trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử, diện tích pic tương ứng với thành phần “diol” trong phụ gia chất dẻo 22 phải nhỏ hơn diện tích pic tương ứng trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu.

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 môi 3: Methanol - methylen clorid (5 : 95).

Dung dịch thử: Dùng dung dịch thử (4) mô tả trong phần thử Chất chống oxy hóa non-phenolic.

Dung dịch đối chiếu (17): Hòa tan 20 mg acid stearic (phụ gia chất dẻo 19 chuẩn) trong 10 ml methylen clorid (TT).

Dung dịch đối chiếu (18): Hòa tan 40 mg oleamid (phụ gia chất dẻo 20 chuẩn) trong 20 ml methylen clorid (TT).

Dung dịch đối chiếu (19): Hòa tan 40 mg erucamid (phụ gia chất dẻo 21 chuẩn) trong 20 ml methylen clorid (TT).

Cách tiến hành: Dùng hai bản mỏng.

Chấm lên mỗi bản mỏng 10 µl dung dịch thử (4).

Chấm tiếp lên bản mỏng thứ nhất 10 µl dung dịch đối chiếu (17).

Tiếp tục chấm riêng biệt lên bản mỏng thứ hai 10 µl dung dịch đối chiếu (18) và (19).

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 2,6 diclorophenol-indophenol (TT) 0,2 % trong ethanol (TT) và sấy vài phút ở 120 °C để hiện vết.

Bất cứ vết nào tương ứng với phụ gia chất dẻo 19 trên sắc ký đồ của dung dịch thử (4) đều phải có cùng vị trí (R_f khoảng 0,5) nhưng không được đậm hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn (17).

Bản mỏng thứ hai: Triển khai sắc ký với hệ dung môi (2) đến khoảng 13 cm. Để khô bản mỏng ngoài không khí. Tiếp tục triển khai sắc ký ở bản mỏng này lần 2 với dung môi 3, đến khi dung môi đi được khoảng 10 cm. Để khô bản mỏng. Phun dung dịch acid phosphomolybdic 5 % trong ethanol (TT). Sấy ở 120 °C cho tới khi hiện vết. Bất kỳ vết nào tương ứng với phụ gia chất dẻo 20 hoặc phụ gia chất dẻo 21 trên sắc ký đồ của dung dịch thử (4) phải có cùng vị trí (R_f khoảng 0,2) nhưng không được đậm hơn màu của vết tương ứng trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (18) và (19).

17.9.7 POLYPROPYLEN DÙNG LÀM ĐỒ ĐỰNG VÀ NÚT CHO THUỐC TIÊM TRUYỀN VÀ THUỐC NHỎ MẮT

Polypropylen bao gồm đồng polymer (homopolymer) của propylen hoặc một copolymer của propylen với không quá 25 % ethylen hoặc một hỗn hợp (alloy) của polypropylen với không quá 25 % polyethylen. Nguyên liệu có thể chứa các chất phụ gia.

Sản xuất

Một số lượng nhất định chất phụ gia được thêm vào polymer nhằm tối ưu hóa đặc tính hóa học, lý học và cơ học cho phù hợp với mục đích sử dụng. Tất cả các chất phụ gia này được lựa chọn từ danh mục đã được cho phép, mà ở đó có chỉ rõ hàm lượng tối đa được phép đối với mỗi sản phẩm.

Polypropylen có thể chứa tối đa 3 chất chống oxy hóa, một hoặc nhiều chất bôi trơn hoặc tác nhân hóa dẻo cũng như titan dioxyd được dùng làm chất chắn sáng khi nguyên liệu phải dùng để tránh ánh sáng.

– butylhydroxytoluen (phụ gia chất dẻo 07): Không quá 0,125 %;