

Chất cần phân tích	Kích thước cột (chiều dài x đường kính trong)	Pha tĩnh và chất mang	Tốc độ dòng (ml/min)	Nhiệt độ cột
Benzyl alcol	1,8 m x 3 mm	5 % GI6/S1A	50	140 °C
Clorobutanol	1,8 m x 2 mm	5 % GI6/S1A	20	110 °C
Phenol	1,2 m x 3 mm	5 % GI6/S1A	50	145 °C
Các paraben	1,8 m x 2 mm	5 % G2/S1A	20	150 °C

Ghi chú:

GI6: Polyethylen glycol có phân tử lượng khoảng 15000.

G2: Nhựa dimethylpolysiloxan.

S1A: Đất silic loại dùng cho sắc ký khí được nung bằng cách trộn diatomit với natri carbonat và nung ở nhiệt độ trên 900 °C.

Benzyl alcol

Dung dịch chuẩn nội: Hòa tan khoảng 380 mg phenol (TT) trong 10 ml methanol (TT) trong một bình định mức 200 ml. Thêm nước đến vạch, lắc đều.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan khoảng 180 mg chất chuẩn benzyl alcol được cân chính xác, trong 20,0 ml methanol (TT) chứa trong một bình định mức 100 ml. Thêm dung dịch chuẩn nội đến vạch, lắc đều.

Cách tiến hành: Tiêm riêng biệt các thể tích bằng nhau (khoảng 5 µl) của dung dịch chuẩn và dung dịch thử vào hệ thống sắc ký, ghi lại các sắc đồ với thiết bị sắc ký đã được điều chỉnh theo các thông số ghi trong Bảng 1. Từ tỷ số diện tích pic benzyl alcol và diện tích pic phenol thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch chuẩn, nồng độ chất đối chiếu benzyl alcol trong dung dịch chuẩn, tính hàm lượng benzyl alcol (C₇H₈O) trong chế phẩm.

Clorobutanol

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Dung dịch chuẩn: Chuyển khoảng 125 mg chất chuẩn clorobutanol được cân chính xác vào một bình định mức 25 ml. Thêm 2 ml methanol (TT), lắc nhẹ để hòa tan rồi pha loãng với nước đến vạch, lắc đều. Lấy 5,0 ml dung dịch thu được và 5,0 ml dung dịch chuẩn nội cho vào một bình định mức 25 ml, lắc đều để thu được dung dịch có nồng độ clorobutanol khoảng 2,5 mg/ml.

Dung dịch thử: Pha loãng (nếu cần) một thể tích chính xác chế phẩm thử với methanol (TT) để thu được dung dịch chứa không quá khoảng 5,0 mg clorobutanol trong 1 ml. Trộn 3,0 ml dung dịch thu được với 3,0 ml dung dịch chuẩn nội, lắc đều.

Tính phù hợp của hệ thống sắc ký:

Tiêm 1 µl dung dịch chuẩn. Tiến hành sắc ký theo các điều kiện ghi trong Bảng 1. Đặt nhiệt độ buồng tiêm ở 180 °C và nhiệt độ của detector ở 220 °C. Ghi sắc ký đồ. Thời gian lưu tương đối của pic benzaldehyd là 0,8 và của pic clorobutanol là 1,0; độ phân giải giữa pic benzaldehyd và pic clorobutanol không được nhỏ hơn 2,0; độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic của các lần tiêm lặp lại phải không được lớn hơn 2,0 %.

Cách tiến hành: Tiêm riêng biệt các thể tích bằng nhau (khoảng 1 µl) dung dịch chuẩn và dung dịch thử vào máy sắc ký. Từ tỷ số diện tích pic clorobutanol và diện tích pic benzaldehyd thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch chuẩn, nồng độ chất đối chiếu clorobutanol trong dung dịch chuẩn, tính hàm lượng clorobutanol (C₄H₇Cl₃O) trong chế phẩm.

Phenol

Dung dịch chuẩn nội: Hút 1,0 ml benzyl alcol chuẩn cho vào một bình định mức 500 ml, thêm methanol (TT) đến vạch, lắc đều.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan khoảng 75 mg chất chuẩn phenol được cân chính xác, trong 7,5 ml methanol (TT) chứa trong một bình định mức 100 ml. Thêm 20,0 ml dung dịch chuẩn nội rồi thêm nước đến vạch, lắc đều.

Cách tiến hành: Tiêm riêng biệt các thể tích bằng nhau (khoảng 3 µl) dung dịch chuẩn và dung dịch thử vào hệ thống sắc ký, ghi lại các sắc đồ trên hệ thống sắc ký đã được điều chỉnh các thông số theo Bảng 1. Từ tỷ số diện tích pic phenol và diện tích pic benzyl alcol thu được trên sắc ký đồ của dung

dịch thử và dung dịch chuẩn, nồng độ chất đối chiếu phenol trong dung dịch chuẩn, tính hàm lượng phenol (C_6H_6O) trong chế phẩm.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Dung dịch chuẩn nội: Cho khoảng 200 mg *benzophenon* (TT) vào một bình định mức 250 ml, pha loãng bằng *diethylether* (TT) đến vạch, lắc đều.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác khoảng 100 mg methylparaben chuẩn và 10 mg propylparaben chuẩn vào một bình định mức 200 ml. Pha loãng bằng dung dịch chuẩn nội đến vạch, lắc đều. Hút 10,0 ml dung dịch thu được cho vào một bình nón cỡ 25 ml rồi tiến hành như chỉ dẫn ở mục Dung dịch thử bắt đầu từ "Thêm 3 ml *pyridin* (TT)....".

Dung dịch thử: Hút 10,0 ml mẫu thử và 10,0 ml dung dịch chuẩn nội cho vào một bình gan nhỏ. Lắc mạnh, để cho phân lớp, rút lớp nước vào một bình gan khác và chuyển lớp ether vào một bình thủy tinh nhỏ qua một phễu lọc có *natri sulfat khan* (TT). Chiết lớp nước 2 lần, mỗi lần với 10 ml *diethylether* (TT) và lọc dịch chiết qua phễu có *natri sulfat khan*. Làm bay hơi dịch chiết ether dưới một luồng không khí khô cho đến khi còn khoảng 10 ml thì chuyển sang một bình nón 25 ml. Thêm 3 ml *pyridin* (TT) rồi làm bay hơi ether hoàn toàn và đun sôi trên bếp nóng cho đến khi còn khoảng 1 ml. Làm nguội, thêm 1 ml thuốc thử silan hóa thích hợp như bis(trimethylsilyl)-trifluoroacetamid, bis(trimethylsilyl)acetamid, hoặc hỗn hợp của hexamethyldisilazan và trimethylchlorosilan (tỷ lệ 2:1 hoặc 3:1 theo thể tích). Trộn đều rồi để yên ít nhất 15 min.

Cách tiến hành: Tiêm riêng biệt các thể tích bằng nhau (2 μ l) dung dịch đã được silan hóa của dung dịch chuẩn và của dung dịch thử vào hệ thống sắc ký, ghi lại các sắc đồ trên hệ thống thiết bị đã được điều chỉnh theo các thông số ghi trong Bảng 1.

Từ tỷ số diện tích pic methylparaben và diện tích pic benzophenon thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch chuẩn, nồng độ chất đối chiếu methylparaben trong dung dịch chuẩn, tính hàm lượng methylparaben ($C_8H_8O_3$) trong chế phẩm.

Cũng theo cách tương tự, từ tỷ số diện tích pic propylparaben và diện tích pic benzophenon thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch chuẩn, nồng độ chất đối chiếu propylparaben trong dung dịch chuẩn, tính hàm lượng của propylparaben ($C_{10}H_8O_3$) trong chế phẩm.

Ethylparaben và butylparaben cũng có thể được định lượng bằng cách tương tự như trên.

Phương pháp sắc ký khí sử dụng cột mao quản

Ngoài phương pháp sắc ký khí sử dụng cột nhồi như trên, các chất benzyl alcol, clorobutanol, phenol có thể được xác định bằng phương pháp sắc ký khí sử dụng cột mao quản với các điều kiện sắc ký như sau: Cột DB1 (30 m x 0,25 mm x 0,25 μ m), pha tĩnh là 100 % dimethylpolysiloxan, tốc độ dòng 1,2 ml/min, nhiệt độ cột là 320 $^{\circ}$ C.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Pha động: Nước - acetonitril (50: 50), điều chỉnh tỷ lệ nếu cần.

Dung dịch thử: Pha loãng chính xác một thể tích dung dịch chế phẩm có chứa khoảng 0,5 mg methylparaben hoặc 0,2 mg propylparaben tới vừa đủ 20,0 ml bằng pha động. Lắc đều, lọc.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác một lượng methylparaben chuẩn và propylparaben chuẩn, hòa tan trong pha động để thu được dung dịch có nồng độ methylparaben khoảng 0,025 mg/ml và nồng độ propylparaben khoảng 0,010 mg/ml.

Điều kiện sắc ký:

Cột thép không gỉ (15 cm x 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 μ m).

Detector quang phổ hấp thụ từ ngoại đặt ở bước sóng 256 nm.

Thể tích tiêm: 20 μ l.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Cách tiến hành:

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Tiến hành sắc ký lần lượt đối với dung dịch chuẩn và dung dịch thử.

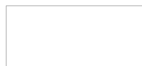
Tính hàm lượng của methylparaben, $C_8H_8O_3$, và propylparaben, $C_{10}H_{12}O_3$ trong chế phẩm dựa vào diện tích pic trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn và dung dịch thử. hàm lượng $C_8H_8O_3$ và $C_{10}H_{12}O_3$ trong methylparaben và propylparaben chuẩn.

Phenylmercuric nitrat

Dung dịch chuẩn: Hòa tan khoảng 100 mg phenylmercuric nitrat chuẩn được cân chính xác trong dung dịch *natri hydroxyd 0,4 % (TT)* chứa trong một bình định mức 1000 ml, làm ấm nếu cần để dễ hòa tan. Thêm dung dịch *natri hydroxyd 0,4 % (TT)* đến vạch, lắc đều. Hút 10,0 ml dung dịch thu được cho vào một bình định mức 25 ml rồi tiến hành như chỉ dẫn ở mục Dung dịch thử bắt đầu từ “Thêm 2 ml dung dịch kali nitrat 1 %....”.

Dung dịch thử: Hút 10,0 ml mẫu thử cho vào một bình định mức 25 ml, thêm 2 ml dung dịch *kali nitrat 1 % (TT)* và 10 ml dung dịch đệm borat kiểm pH 9,2 (TT), điều chỉnh đến pH 9,2 nếu cần bằng cách thêm dung dịch acid nitric 2 M (TT). Thêm 1,5 ml dung dịch gelatin 0,1 % (TT) mới pha, thêm dung dịch đệm borat kiểm pH 9,2 (TT) đến vạch, trộn đều.

Cách tiến hành: Hút một phần dung dịch thử cho vào bình cực phổ, đuổi không khí trong dung dịch bằng dòng khí nitrogen thổi qua trong 15 min. Đặt điện cực giọt thủy ngân của máy cực phổ thích hợp và ghi lại cực phổ đồ trong khoảng điện thế từ -0,6 V đến -1,5 V so với điện cực calomel bão hòa. Xác định cường độ dòng khuếch tán của dung dịch thử, $(i_d)_U$, là hiệu số giữa cường độ dòng tồn dư và cường độ dòng giới hạn. Theo cách tương tự, xác định đồng thời cường độ dòng khuếch tán, $(i_d)_S$ của dung dịch chuẩn. Tính hàm lượng của phenylmercuric nitrat ($C_6H_5HgNO_3$) trong mẫu thử tính bằng μ g/ml theo công thức sau:



Trong đó C là nồng độ của phenylmercuric nitrat trong dung dịch chuẩn tính bằng μ g/ml.

Thimerosal

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Dung dịch thử: Hút 15,0 ml mẫu thử cho vào một bình định mức 25 ml, thêm 1,5 ml dung dịch gelatin 0,1 % (TT) rồi thêm dung dịch kali nitrat 1 % (TT) đến vạch, lắc đều.

Cách tiến hành: Hút một phần dung dịch thử cho vào bình cực phổ, đuổi không khí bằng cách sục dòng khí nitrogen qua dung dịch đo trong 15 min. Đặt điện cực giọt thủy ngân của máy cực phổ thích hợp và ghi lại cực phổ đồ trong khoảng điện thế từ -0,2 đến -1,4 V so sánh với điện cực calomel bão hòa. Xác định cường độ dòng khuếch tán của dung dịch thử, $(i_d)_U$, là hiệu số giữa cường độ dòng tồn dư và cường độ dòng giới hạn. Theo cách tương tự, xác

định đồng thời cường độ dòng khuếch tán, $(i_d)_S$ của dung dịch chuẩn. Tính hàm lượng của thimerosal ($C_6H_9HgNaO_2S$) trong mẫu thử tính bằng $\mu g/ml$ theo công thức sau:

Trong đó: C là nồng độ của thimerosal trong dung dịch chuẩn tính bằng $\mu g/ml$.

PHẦN 2

BAO BÌ VÀ NGUYÊN LIỆU LÀM BAO BÌ

CÁC PHỤ GIA CHO CHẤT DỄ

Danh sách dưới đây liệt kê những chất có thể được dùng làm phụ gia cho các sản phẩm polymer. Tương ứng với mỗi chất là tên, công thức cấu tạo, công thức hóa học, danh pháp hóa học, trong đó tên viết đậm là tên thông dụng nhất.

PG01 $C_{24}H_{38}O_4$

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

(2*RS*)-2-Ethylhexyl benzen-1,2-dicarboxylat.

Di(2-ethylhexyl) phthalat.

Bis(2-ethylhexyl) ester của acid 1,2-benzendicarboxylic.

PG02 $C_{18}H_{30}O_4Zn$

Kẽm (2*RS*)-2-ethylhexanoat.

Kẽm octanoat.

Muối kẽm (2:1) của acid 2-ethylhexanoic.

...

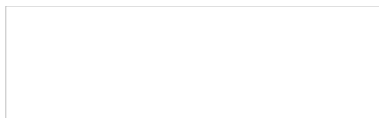
...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

PG03



N,N'-Ethylenediamid (trong đó n và $m = 14$ hoặc 16). *N,N'*-**Diacylethylenediamin**.

N,N'-diacylethylenediamin (ở đây acyl chủ yếu muốn nói đến palmitoyl và stearoyl).

PG04

Dầu đậu nành epoxy hóa.

PG05

Dầu hạt lanh epoxy hóa.

PG06

...

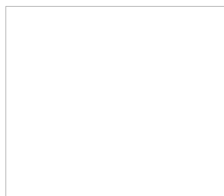
...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

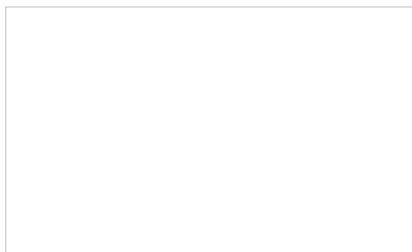
PG07 $C_{15}H_{24}O$



2,6-Bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol. **Butylhydroxytoluen**.

2,6-Di-*tert*-butyl-4-methylphenol.

PG08 $C_{60}H_{66}O_8$



Ethylen bis[3,3-bis(3-(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl)butanoat].

3,3-Bis[3-(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl]-, 1,2-ethandiyl ester của acid butanoic.

Ethylen bis(3,3-bis(3-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl)butyrat).

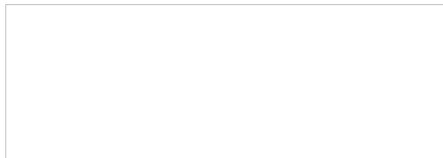
...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66



Methantetryltetramethyl tetrakis[3-[3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl]propanoat].

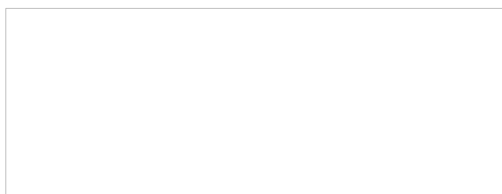
Pentaerythrityl tetrakis[3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl) propionat].

2,2- Bis[[[3-[3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl]propanoyl]oxy]methyl]propan-1,3-diy 3-[3,5- bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl]propanoat.

3,5-Bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxy-2,2-bis(hydroxymethyl)propan-1,3-diol ester (4:1) của acid benzenpropanoic.

2,2- Bis(hydroxymethyl)propan-1,3-diol tetrakis[3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat].

PG10 C₅₄H₇₈O₃



4,4',4''-[(2,4,6-Trimethylbenzen-1,3,5-triyl)tris(methylen)]tris[2,6-bis(1,1-dimethylethyl)phenol].

...

...

...

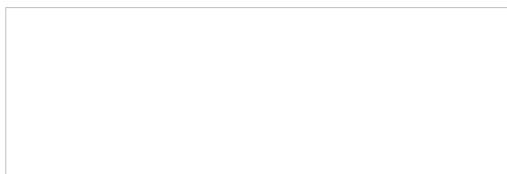
Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

1,3,5-Tris[3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxybenzyl]-2,4,6-trimethylbenzen.

Phenol,4,4',4''-[(2,4,6-trimethyl-1,3,5-benzentriyl)tris(methylen)]tris[2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-

PG11 C₃₅H₆₂O₃

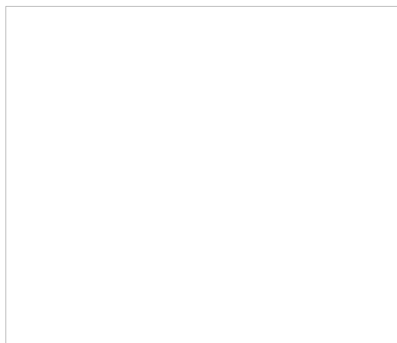


Octadecyl 3-[3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl]propanoat.

Octadecyl 3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat.

3-(3,5-Bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl]-, octadecyl ester của acid propanoic.

PG12 C₄₂H₆₃O₃P



...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

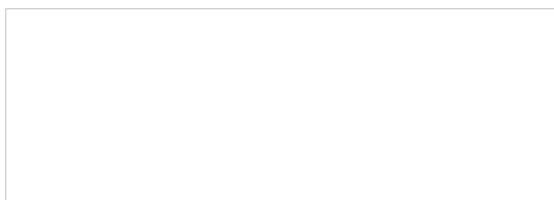
Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Tris(2,4-di-*tert*-butylphenyl) phosphit

Phenol, 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)-, phosphit (3:1).

2,4-Bis(1,1-dimethylethyl)phenyl phosphit.

PG13 C₄₈H₆₉N₃O₆



1,3,5- Tris[3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxybenzyl]-1,3,5-triazin-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trion.

1,3,5-Tris(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxybenzyl)-s-triazin-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trion.

1,3,5- Triazin-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trion, 1,3,5-tris[[3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl]methyl]-.

PG14 C₄₁H₈₂O₆P₂

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

3,9-Bis(octadecyloxy)-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-diphosphaspiro[5.5]undecan.

2,2'-Bis(octadecyloxy)-5,5'-spirobi[1,3,2-dioxaphosphinan].

2,4,8,10-Tetraoxa-3,9-diphosphaspiro[5.5]undecan, 3,9-bis(octadecyloxy)-.

PG15 $C_{36}H_{74}S_2$



1,1'-Disulphandiylidioctadecan.

Diocadecyl disulphid.

Octadecan, 1,1'-dithio-.

PG16 $C_{30}H_{58}O_4S$

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Didodecyl 3,3'-sulphandiylidipropanoat.

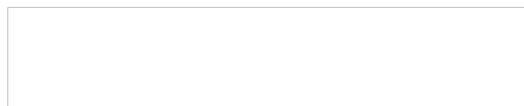
Didodecyl 3,3'-thiodipropionat.

Didodecyl 3,3'-sulfandiylidipropanoat.

3,3'-Thiobis-, dodecyl diester của acid propanoic.

Lauryl thiodipropionat.

PG17 $C_{42}H_{82}O_4S$



Diocadecyl 3,3'-sulphandiylidipropanoat.

Diocadecyl 3,3'-thiodipropionat

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Stearyl thiodipropionat.

PG18

Hỗn hợp của 7 sản phẩm phản ứng của di-*tert*-butyl phosphonit với diphosphor triclohid, những sản phẩm phản ứng với biphenyl và 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)phenol:

Hợp phần I

2,4-Bis(1,1-dimethylethyl)phenyl biphenyl-4,4'-diyl diphosphonit.

Hợp phần II

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Hợp phần III

2,4-Bis(1,1-dimethylethyl)phenyl biphenyl-3,3'-diyl diphosphonit.

Hợp phần IV

2,4-Bis(1,1-dimethylethyl)phenyl biphenyl-4-yl phosphonit.

Hợp phần V

2,4-Bis(1,1-dimethylethyl)phenyl phosphit.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

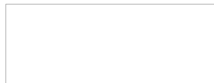


2,4-Bis(1,1-dimethylethyl)phenyl 4'-[bis[2,4-bis(1,1-dimethylethyl)phenoxy]phosphanyl]biphenyl-4-ylphosphonat.

Hợp phần VII

R-OH: 2,4-Bis(1,1-dimethylethyl)phenol.

PG19 C₁₈H₃₆O₂



Acid stearic.

Acid octadecanoic.

PG20 C₁₈H₃₅NO

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

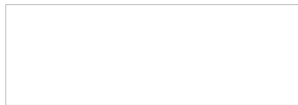
(Z)-Octadec-9-enamid

Oleamid

9-Octadecenamid, (Z)-.

9-*cis*-Oleamid.

PG21 C₂₂H₄₃NO



(Z)-Docos-13-enamid.

Erucamid

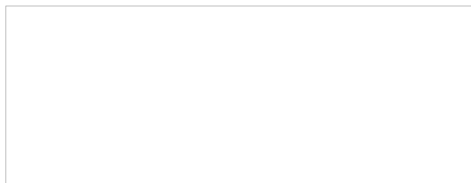
13-Docosenamid, (Z)-.

...
...
...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

PG22



Copolymer của dimethyl butandioat và 1-(2-hydroxyethyl)-2,2,6,6-tetramethylpiperidin-4-ol.

Copolymer của dimethyl succinat và (4-hydroxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidin-1-yl) ethanol.

ĐỒ DÙNG MÁU VÀ CÁC CHẾ PHẨM MÁU

1. Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu

Đồ đựng bằng chất dẻo dùng để lấy, bảo quản, xử lý và sử dụng máu và các chế phẩm máu được sản xuất từ một hoặc nhiều polymer, có thể cho thêm các chất phụ gia. Công thức và qui trình sản xuất của đồ đựng phải được đăng ký với cơ quan quản lý theo quy định hiện hành và phù hợp với thỏa thuận quốc tế.

Khi thành phần nguyên liệu để sản xuất những bộ phận khác nhau của đồ đựng đáp ứng các tiêu chuẩn thích hợp, kiểm tra chất lượng các bộ phận này theo phương pháp đã nêu của những tiêu chuẩn đó (xem tiêu chuẩn Nguyên liệu để sản xuất đồ đựng máu và các chế phẩm máu).

Những đồ đựng sản xuất theo công thức đã được phê duyệt từ nguyên liệu khác với loại mô tả trong 1. Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu được điện có thể được sử dụng khi đạt các yêu cầu mô tả trong chuyên mục *Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu* này.

...
...
...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Đồ đựng có thể chứa các dung dịch chống đông, tùy thuộc vào mục đích sử dụng và được cung cấp dưới dạng vô khuẩn.

Mỗi đồ đựng có thể được lắp kèm với những chi tiết thích hợp tiện cho mục đích sử dụng. Đồ đựng có thể ở dạng đơn chiếc hoặc nối với một hoặc nhiều ống dẫn tới đồ đựng thứ cấp để tách các thành phần máu trong một hệ thống kín.

Hình dạng, kích thước của đồ đựng sao cho có thể nối được với thiết bị cấp máu. Những phần bao bọc kim lấy máu và phần phụ để bảo vệ phải đảm bảo duy trì độ vô khuẩn. Những phần này có thể đóng mở dễ dàng, nhưng phải không dễ bị làm giả.

Dung tích của đồ đựng có thể theo quy định của từng quốc gia và phù hợp với dung dịch chống đông. Dung tích qui định là thể tích máu sẽ lấy vào đồ đựng. Đồ đựng phải có hình dáng sao cho có thể ly tâm được khi đã đựng đầy máu.

Đồ đựng có gắn dây hay vòng thích hợp để treo hoặc cố định phải không được ảnh hưởng tới việc lấy máu, bảo quản, xử lý hoặc sử dụng.

Đồ đựng được đóng trong các bao bì bảo vệ, hàn kín.

Tính chất

Đồ đựng phải đủ trong để kiểm tra được bằng mắt thường chất đóng bên trong trước và sau khi lấy máu, có đủ độ mềm dẻo và độ bền tối thiểu trong khi lấy và hút máu ra ở điều kiện sử dụng bình thường. Đồ đựng không được có nhiều hơn 5 ml không khí.

Các phép thử

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Nếu đồ đựng cần kiểm tra có chứa dung dịch chống đông, phải bỏ chất chống đông, tráng với 250 ml nước để pha thuốc tiêm ở $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$, bỏ nước tráng.

Dung dịch S2: Cho vào đồ đựng một thể tích nước để pha thuốc tiêm tương ứng với dung tích qui định của dung dịch chống đông. Đậy kín và hấp ở 110°C trong 30 min. Để nguội, thêm lượng nước để pha thuốc tiêm tới dung tích quy định.

Nếu đồ đựng cần kiểm tra có chứa dung dịch chống đông, phải bỏ chất chống đông và tráng như đã hướng dẫn ở trên

Độ bền khi ly tâm: Cho một thể tích nước đã được acid hóa bằng 1 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TT) vào đồ đựng tới vừa đủ dung tích quy định. Bọc đồ đựng bằng giấy thấm có tẩm dung dịch xanh bromophenol (TT₁) pha loãng 1/5 hoặc một chỉ thị thích hợp khác đã làm khô. Ly tâm với lực 5000 g trong 10 min. Không được nhận thấy vết rò rỉ trên giấy chỉ thị và đồ đựng không bị méo mó, biến dạng.

Độ bền khi kéo giãn: Cho một thể tích nước đã được acid hóa bằng 1 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TT) vào đồ đựng tới vừa đủ dung tích quy định. Treo đồ đựng bằng móc treo ở đầu đối diện với ống lấy máu và kéo dọc theo trục của ống này một lực trực tiếp 20 N (2,05 kgf). Giữ lực kéo trong 5 s. Lặp lại phép thử với lực đã dùng theo từng thao tác như khi lấy máu vào và cho máu ra. Đồ đựng không được hư hỏng hoặc nứt, vỡ.

Độ kín: Đặt đồ đựng đã dùng để thử độ bền khi kéo giãn vào giữa hai tấm kính hoặc kim loại được bọc bằng giấy thấm có tẩm dung dịch xanh bromophenol (TT₁) pha loãng 1/5 hoặc một chỉ thị thích hợp đã làm khô. Ép lên mặt kính hoặc mặt kim loại một lực tăng dần sao cho áp suất trong của nó đạt tới 67 kPa (chênh lệch giữa lực nén và áp suất khí quyển) trong vòng 1 min. Duy trì lực nén trong 10 min. Không được có dấu hiệu rò rỉ trên giấy chỉ thị hoặc ở bất kỳ điểm nào trên các mép dán kín, khớp nối...

Độ thấm hơi nước:

Với đồ đựng có chứa dung dịch chống đông, cho vào đồ đựng dung dịch natri clorid đẳng trương (TT) bằng thể tích máu theo qui định.

Với đồ đựng rỗng, cho vào đồ đựng cùng hỗn hợp dung dịch chống đông và dung dịch natri clorid. Đóng kín đồ đựng, cân và để ở điều kiện nhiệt độ khoảng $(5 \pm 1)^\circ\text{C}$, độ ẩm $(50 \pm 5)\%$ trong 21 ngày. Cân lại, khối lượng giảm đi sau thời gian theo dõi không được lớn hơn 1 %.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Tốc độ đông đầy: Dùng một ống lấy máu có gắn kim để nối đồ đựng với bình chứa dung dịch thích hợp có độ nhớt tương đương với độ nhớt của máu, ví dụ như dung dịch đường trắng 335 g/l ở 37°C . Duy trì áp suất trong của bình chứa ở 9,3 kPa, đáy của bình chứa và phần trên của đồ đựng phải ở cùng độ cao. Trong 8 min, thể tích chất lỏng chảy vào đồ đựng không được ít hơn dung tích quy định của đồ đựng.

Độ bền khi thay đổi nhiệt độ: Đặt đồ đựng trong một hộp thích hợp có nhiệt độ ban đầu 20°C đến 23°C . Làm lạnh nhanh đến âm 80°C (-80°C) và duy trì ở nhiệt độ này trong 24 h. Tăng nhiệt độ lên 50°C và giữ trong 12 h. Để nguội đến nhiệt độ phòng. Đồ đựng phải đạt yêu cầu các phép thử về độ bền khi ly tâm, kéo giãn, độ kín, độ thấm hơi nước, khả năng tháo rỗng khí nén và tốc độ đông đầy như đã mô tả ở trên.

Độ trong: Cho vào đồ đựng đến dung tích quy định hỗn dịch đục gốc (Phụ lục 9.2) đã pha loãng để có độ hấp thụ khoảng từ 0,37 đến 0,43 ở bước sóng

640 nm (hệ số pha loãng khoảng 1:16). Độ đục của hỗn dịch phải nhận thấy rõ khi nhìn qua túi, so với một đồ đựng tương tự có đóng nước.

Các chất có thể chiết ra: Thực hiện phép thử bằng những phương pháp được thiết kế sao cho gần giống nhất với điều kiện tiếp xúc của đồ đựng và các chất chứa bên trong khi sử dụng.

Các phép thử phải được thực hiện trên dịch đã cho tiếp xúc như mô tả, tùy theo bản chất của nguyên liệu chế tạo có những yêu cầu đặc biệt cho mỗi loại đồ đựng.

Ảnh hưởng gây tan huyết trong các hệ đệm

Dung dịch đệm gốc: Hòa tan 90,0 g *natri clorid (TT)*, 34,6 g *đinatri hydrophosphat (TT)* và 2,43 g *natri dihydrophosphat (TT)* trong nước và thêm nước đến đủ 1000 ml.

Dung dịch đệm A₀: Thêm 10,0 ml nước vào 30,0 ml dung dịch đệm gốc.

Dung dịch đệm B₀: Thêm 20,0 ml nước vào 30,0 ml dung dịch đệm gốc.

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Lấy 3 ống ly tâm, cho vào mỗi ống 1,4 ml dung dịch S2. Thêm 0,1 ml dung dịch đệm A₀ vào ống 1; 0,1 ml dung dịch đệm B₀ vào ống 2 và 0,1 ml dung dịch đệm C₀ vào ống 3. Thêm 0,02 ml máu người mới lấy đã chống đông bằng heparin vào mỗi ống, trộn đều và ủ trên cách thủy ở $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ trong 40 min. Sử dụng máu đã lấy trước đó không quá 3 h hoặc máu đã lấy vào dung dịch chống đông dextrose-citrat- phosphat (CPD) trong vòng 24 h trước.

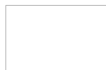
Chuẩn bị 3 dung dịch có chứa theo thứ tự như sau:

3,0 ml dung dịch đệm A₀ và 12,0 ml nước (dung dịch A₁).

4,0 ml dung dịch đệm B₀ và 11,0 ml nước (dung dịch B₁).

4,75 ml dung dịch đệm B₀ và 10,25 ml nước (dung dịch C₁).

Thêm lần lượt 1,5 ml dung dịch A₁, 1,5 ml dung dịch B₁ và 1,5 ml dung dịch C, vào các ống I, II và III. Song song, chuẩn bị 3 ống nghiệm khác làm đối chứng, thay dung dịch S2 bằng nước. Ly tâm đồng thời các ống mẫu thử và các ống đối chứng ở chính xác 2500 g trong 5 min trên máy ly tâm ngang. Sau khi ly tâm, đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của chất lỏng ở bước sóng 540 nm, dùng dung dịch đệm gốc làm mẫu trắng. Tính giá trị tan huyết bằng % theo biểu thức:



Trong đó: A_{100} là độ hấp thụ của ống III.

A_{exp} là độ hấp thụ của ống I, hoặc ống II hoặc ống đối chứng tương ứng.

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Thử vô khuẩn: Đồ đựng phải đạt phép thử vô khuẩn (Phụ lục 13.7). Trong điều kiện vô khuẩn, cho vào đồ đựng 100 ml dung dịch natri clorid đẳng trương (TT) vô khuẩn, lắc đồ đựng để đảm bảo bề mặt bên trong được tiếp xúc hoàn toàn với dung dịch. Lọc dung dịch qua màng lọc và đặt màng lọc vào môi trường nuôi cấy thích hợp như mô tả trong chuyên luận *Thử vô khuẩn*.

Chất gây sốt: Dung dịch S1 phải đạt phép thử chất gây sốt (Phụ lục 13.4). Tiêm liều 10 ml dung dịch cho mỗi kg khối lượng thử thí nghiệm.

Độc tính bất thường: Dung dịch S1 phải đạt phép thử độc tính bất thường (Phụ lục 13.5). Tiêm liều 0,5 ml dung dịch cho mỗi chuột nhắt trắng.

Đóng gói và ghi nhãn

Đóng gói: Đóng gói đồ đựng trong các bao bì bảo vệ.

Khi lấy đồ đựng ra khỏi bao bì, đồ đựng phải không được bị rách, thủng và không bị nhiễm khuẩn. Bao bì bảo vệ phải đủ tốt để chịu được điều kiện vận chuyển bình thường.

Bao bì bảo vệ phải được hàn kín theo cách nào đó để đảm bảo có thể nhìn thấy và phát hiện được dấu vết có thể mối hàn bị hở hoặc bao bì đã được mở ra rồi.

Ghi nhãn: Nhãn đồ đựng phải đáp ứng những quy định hiện hành và những thỏa thuận quốc tế. Trên nhãn cần có các thông tin sau đây:

- Tên và địa chỉ nhà sản xuất.

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Một phần nhãn được dành để ghi:

- Thông tin về nhóm máu, số tham chiếu và tất cả thông tin cần thiết khác theo những thỏa thuận quốc tế hoặc quy định của từng quốc gia, và một khoảng trống để ghi thêm thông tin khi cần thiết (nhãn phụ).

Nhãn trên bao bì bảo vệ hoặc nhãn trên đồ đựng có thể nhìn thấy qua bao bì cần ghi rõ:

- Hạn sử dụng.

- Khi lấy ra khỏi bao bì bảo vệ, đồ đựng phải được sử dụng trong vòng 10 ngày.

Mực in hoặc những chất khác dùng để in hoặc viết lên nhãn phải không được thấm vào nguyên liệu chất dẻo của đồ đựng và phải giữ được nét chữ rõ ràng, dễ đọc cho đến thời gian sử dụng.

2. Đồ đựng vô khuẩn bằng poly vinyl clorid (PVC) hóa dẻo dùng cho máu và chế phẩm máu

Trừ khi có quy định nào khác như đã mô tả trong phần *Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu*, bản chất và công thức của chất liệu chế tạo đồ đựng phải đạt các yêu cầu quy định trong chuyên mục *Nguyên liệu PVC hóa dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu* này.

Các phép thử

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Dung dịch đối chiếu: Làm nóng nước để pha thuốc tiêm trong một bình thủy tinh borosilicat bằng cách hấp ở 110 °C trong 30 min.

Các chất oxy hóa: Ngay sau khi chuẩn bị dung dịch S2 (mục *Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu*) chuyển vào bình thủy tinh borosilicat một lượng dung dịch S2 tương ứng 8 % dung tích quy định của đồ đựng. Đồng thời, làm mẫu trắng trong một bình khác với cùng thể tích dung dịch đối chiếu mỗi pha. Thêm 20,0 ml dung dịch *kalipermanganat 0,01 N (CĐ)* và 1 ml dung dịch *acid sulfuric loãng (TT)* vào mỗi bình. Để yên, tránh ánh sáng trong 15 min. Thêm 0,1 g *kali iodid (TT)* vào mỗi bình. Để yên và tránh ánh sáng trong 5 min, chuẩn độ ngay bằng dung dịch *natri thiosulfat 0,01 N (CĐ)*, dùng 0,25 ml dung dịch *hỗ tinh bột (TT)* làm chỉ thị. Giá trị chuẩn độ của mẫu thử so với mẫu trắng khác nhau không quá 2,0 ml.

Giới hạn acid kiềm: Cho 0,1 ml dung dịch *phenolphthalein (TT)* vào một thể tích dung dịch S2 tương ứng với 4 % dung tích quy định của đồ đựng. Dung dịch phải không có màu. Thêm 0,4 ml dung dịch *natri hydroxyd 0,01 N (CĐ)*, dung dịch phải chuyển màu hồng. Thêm 0,8 ml dung dịch *acid hydrochloric 0,01 N (CĐ)* và 0,1 ml dung dịch *đỏ methyl (TT)*. Dung dịch phải có màu đỏ hoặc đỏ cam.

Clorid: Không được quá 0,4 phần triệu (Phụ lục 9.4.5).

Dùng 15 ml dung dịch S2 để thử.

Pha hỗn hợp 1,2 ml dung dịch mẫu clorid 5 phần triệu Cl (TT) và 13,8 ml nước làm dung dịch đối chiếu.

Amoni: Không được quá 2 phần triệu (Phụ lục 9.4.1).

Pha 5 ml dung dịch S2 thành 14 ml với nước để thử.

Cân sau khi bay hơi: Bốc hơi đến khô 100 ml dung dịch S2 trong một cốc thủy tinh borosilicat có dung tích thích hợp, đã làm nóng trước đến 105 °C. Trong cùng điều kiện, bốc hơi đến khô 100 ml dung dịch đối chiếu (mẫu trắng), sấy ở 100 °C đến 105 °C đến khối lượng không đổi. Trọng lượng cân của dung dịch S2 so với mẫu trắng không được lớn hơn 3 mg.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Di (2-ethylhexyl) phthalat có thể chiết được: Pha loãng *ethanol (TT)* với nước để có tỷ trọng tương đối từ 0,9389 đến 0,9395 (Phụ lục 6.5, phương pháp pycnomet) làm dung môi chiết.

Dung dịch gốc: Hòa tan 0,100 g *di(2-ethylhexyl) phthalat* trong dung môi chiết, thêm dung môi chiết đến đủ 100,0 ml.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha dãy dung dịch chuẩn bằng cách lấy lần lượt các thể tích dung dịch gốc: 20,0 ml; 10,0 ml; 5,0 ml; 2,0 ml và 1,0 ml. Thêm dung môi chiết đến đủ thể tích 100,0 ml.

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của các dung dịch chuẩn ở cực đại 272 nm, dùng dung môi chiết làm mẫu trắng. Vẽ đường chuẩn tương quan độ hấp thụ - nồng độ *di(2-ethylhexyl) phthalat*.

Quy trình chiết: Sử dụng một ống cấp gần kim hoặc ống nối thích hợp, cho vào đồ đựng một lượng dung môi chiết bằng một nửa dung tích quy định, dùng dung môi chiết đã được làm nóng đến 37 °C trong bình nút kín trước khi dùng. Đuổi hết không khí ra khỏi đồ đựng và hàn kín ống cấp. Nhấn chìm đồ đựng đã có dung môi theo chiều thẳng đứng vào một nồi cách thủy ở $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$ trong khoảng (60 ± 1) min, không lắc. Lấy đồ đựng ra khỏi nồi cách thủy, dốc ngược nhẹ nhàng 10 lần rồi đổ dung dịch bên trong ra một bình thủy tinh. Đo ngay độ hấp thụ ở cực đại 272 nm, dùng dung môi chiết làm mẫu trắng.

Xác định nồng độ *di(2-ethylhexyl) phthalat* (mg/100 ml) chiết được theo đường chuẩn. Giới hạn cho phép với các đồ đựng như sau:

- Đồ đựng dung tích từ trên 300 ml đến 500 ml: Không quá 10 mg/100 ml dịch chiết.

- Đồ đựng dung tích từ trên 150 ml đến 300 ml: Không quá 13 mg/100 ml dịch chiết.

- Đồ đựng dung tích đến 150 ml: Không quá 14 mg/100 ml dịch chiết.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Quy định về đóng gói và ghi nhãn tương tự như với *Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu*.

3. Đồ đựng vô khuẩn Poly Vinyl Clorid (PVC) hóa dẻo dùng máu có dung dịch chống đông

Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo có chứa chất chống đông được dùng để lấy máu, bảo quản và sử dụng máu. Các dung dịch chống đông chứa trong đồ đựng phải đạt tiêu chuẩn chất lượng đăng ký và được thẩm định bởi cơ quan chức năng. Trước khi đựng máu, đồ đựng phải đạt các chỉ tiêu quy định cho *Đồ đựng vô khuẩn bằng PVC hóa dẻo dùng cho máu và chế phẩm máu*.

Trừ khi có những quy định khác với mô tả trong phần *Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu*, bản chất và công thức của nguyên liệu dùng chế tạo đồ đựng phải đạt những yêu cầu mô tả đối với những nguyên liệu là PVC hóa dẻo dùng chế tạo đồ đựng máu và các chế phẩm máu.

Các phép thử

Đồ đựng phải đạt các phép thử mô tả trong phần *Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu* và các phép thử sau đây để xác định thể tích dung dịch chống đông và phát hiện các chất có thể chiết ra được.

Thể tích dung dịch chống đông: Cho toàn bộ dung dịch chống đông trong đồ đựng vào ống đong. Thể tích đo được không được khác quá $\pm 10\%$ thể tích đã ghi trên nhãn.

Độ hấp thụ ánh sáng: Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch chống đông trong đồ đựng trong khoảng bước sóng từ 250 nm đến 350 nm, dùng dung dịch chống đông có cùng công thức nhưng chưa tiếp xúc với đồ đựng chất dẻo làm mẫu trắng. Độ hấp thụ của dung dịch chống đông ở bước sóng 280 nm không được lớn hơn 0,5.

Di(2-ethylhexyl) phthalat: Lấy dung dịch chống đông cẩn thận bằng một ống thích hợp. Dùng một phễu vừa với ống. Đổ nước đầy đồ đựng, để tiếp xúc trong 1 min, nhẹ nhàng tháo hết nước ra khỏi đồ đựng. Tráng rửa lại.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Đóng gói và ghi nhãn

Qui định về đóng gói và ghi nhãn tương tự như với *Đồ đựng vô khuẩn bằng chất dẻo dùng cho máu và các chế phẩm máu*.

NGUYÊN LIỆU SẢN XUẤT ĐỒ ĐỰNG MÁU VÀ CHẾ PHẨM MÁU

Đồ đựng bằng chất dẻo dùng để lấy, bảo quản, xử lý và sử dụng máu và các chế phẩm máu có thể được chế tạo từ một hoặc nhiều polymer, có thể cho thêm phụ gia.

Trong điều kiện sử dụng thông thường, nguyên liệu hoặc đồ đựng làm từ các nguyên liệu này không được phóng thích ra các monomer hoặc các chất với một lượng có thể gây hại cho cơ thể, hoặc làm biến đổi máu cũng như các thành phần máu.

1. Poly vinyl clorid (PVC) hóa dẻo dùng chế tạo đồ đựng máu và các chế phẩm máu

Nguyên liệu thuộc loại poly vinyl clorid hóa dẻo có chứa không ít hơn 55 % poly vinyl clorid và các chất phụ gia, ngoài ra còn có các polymer phân tử lượng cao thu được khi polymer hóa vinyl clorid.

Nguyên liệu PVC hóa dẻo dùng chế tạo đồ đựng máu và các chế phẩm máu được qui định rõ về bản chất và tỷ lệ các chất đã dùng trong chế tạo.

Chế tạo

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DĐ: 0906 22 99 66**

Vinyl clorid: Không được quá 1 phần triệu. Phương pháp sắc ký khí pha hơi (head-space), dùng *ether* (TT) làm chuẩn nội (Phụ lục 5.2).

Dung dịch chuẩn nội: Sử dụng microsyring, tiêm 10 µl *ether* (TT) vào 20,0 ml *dimethylacetamid* (TT), chú ý để ngập đầu kim vào trong dung môi. Ngay trước khi dùng, pha loãng dung dịch 1000 lần bằng *dimethylacetamid* (TT).

Dung dịch thử: Cho 1,000 g nguyên liệu cần thử vào lọ dung tích 50 ml, thêm 10,0 ml dung dịch chuẩn nội. Đậy kín và kẹp nắp lọ chắc chắn. Lắc, tránh để chất lỏng tiếp xúc với nút. Đặt lọ vào trong cách thủy ở $(60 \pm 1)^\circ\text{C}$ trong 2 h.

Dung dịch gốc vinyl clorid: Chuẩn bị trong tủ hút. Cho 50 ml *dimethylacetamid* (TT) vào lọ dung tích 50 ml. Đậy kín và kẹp nắp lọ chắc chắn, cân với độ chính xác tới 0,1 mg. Dùng bơm tiêm polyethylen hoặc polypropylen dung tích 50 ml, hút khí *vinyl clorid* vào bơm tiêm, để cho khí tiếp xúc trong khoảng 3 min, đẩy khí ra khỏi bơm tiêm và hút lấy 50 ml khí *vinyl clorid*. Lắp kim vào bơm tiêm, đẩy piston để giảm thể tích, giữ lại 25 ml khí trong bơm. Tiêm chậm 25 ml khí vinyl clorid còn lại vào lọ, lắc nhẹ và tránh để chất lỏng tiếp xúc với kim. Cân lại lọ, khối lượng tăng lên khoảng 60 mg (1 µl dung dịch thu được có chứa khoảng 1,2 µg vinyl clorid). Để yên trong 2 h. Bảo quản dung dịch gốc này trong tủ lạnh.

Dung dịch vinyl clorid chuẩn: Thêm 3 thể tích *dimethylacetamid* (TT) vào 1 thể tích dung dịch gốc vinyl clorid.

Dung dịch đối chiếu: Lấy 6 lọ dung tích 50 ml, thêm vào mỗi lọ 10,0 ml dung dịch chuẩn nội. Đậy kín và kẹp nắp lọ chắc chắn. Tiêm lần lượt 1 µl, 2 µl, 3 µl, 5 µl và 10 µl dung dịch vinyl clorid chuẩn vào 5 lọ. Sáu dung dịch thu được có chứa, lần lượt là 0 µg, khoảng 0,3 µg; 0,6 µg; 0,9 µg; 1,5 µg và 3 µg vinyl clorid. Lắc, tránh để chất lỏng tiếp xúc với nút. Đặt lọ vào trong cách thủy ở $(60 \pm 1)^\circ\text{C}$ trong 2 h.

Điều kiện sắc ký:

Cột thép không gỉ dài 3 m, đường kính trong 3 mm được nhồi diatomit silan hóa dùng cho sắc ký khí đã tẩm *dimethylstearylamid* 5 % (kl/kl) và *macrogol* 400, 5 % (kl/kl).

Khí mang: Nitrogen dùng cho sắc ký, tốc độ 30 ml/min.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DĐ: 0906 22 99 66**

Nhiệt độ cột: 45 °C, buồng tiêm: 100 °C và detector 150 °C.

Thể tích tiêm: 1 ml mẫu đã hóa hơi (head-space) của mỗi lọ.

Tính hàm lượng vinyl clorid.

Các chất phụ gia

Một số chất phụ gia được thêm vào polymer để nguyên liệu có đặc tính cơ, hóa lý phù hợp với mục đích sử dụng. Giới hạn chất phụ gia được phép tối đa có trong mỗi sản phẩm như sau:

Không được quá 40 % di(2-ethylhexyl) phthalat (phụ gia chất dẻo 01).

Không được quá 1 % kẽm octanoat (kẽm 2-ethylhexanoat, phụ gia chất dẻo 02).

Không được quá 1 % calci stearat hoặc kẽm stearat hoặc 1 % hỗn hợp của 2 chất này.

Không được quá 1 % *N,N'*-diacylethylenđiamin (phụ gia chất dẻo 03).

...
...
...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

- Dầu đậu nành epoxy hóa (phụ gia chất dẻo 04), có hàm lượng oxy oxiran (tỷ lệ oxy trong liên kết epoxy) từ 6 % đến 8 %, và chỉ số iod không lớn hơn 6.
- Dầu hạt lanh epoxy hóa (phụ gia chất dẻo 05), có hàm lượng oxy oxiran không lớn hơn 10 % và chỉ số iod không lớn hơn 7.

Không được thêm phụ gia chống oxy hóa vào polymer. Có thể phát hiện được trong polymer những lượng rất nhỏ chất chống oxy hóa đã cho vào vinyl clorid monomer.

Chỉ có chất màu ultramarine blue được phép thêm vào polymer.

Nhà cung cấp phải chứng minh được thành phần của mẫu thử phù hợp cho từng lô sản phẩm.

Tính chất

Nguyên liệu dưới dạng bột, hạt không màu hoặc vàng nhạt, hoặc đã được chế tạo thành các đồ đựng hay các phiến dày mỏng khác nhau, trong hoặc mờ, có mùi nhẹ. Khi đốt có khói đen, dày đặc.

Định tính

Nếu cần, có thể cắt mẫu nguyên liệu cần kiểm tra thành các mảnh có kích thước mỗi cạnh không lớn hơn 1 cm. Thêm 200 ml ether không có peroxyd (TT) vào 2,0 g mẫu cần kiểm tra và chiết nóng với sinh hàn hồi lưu trong 8 h. Lọc để tách riêng phần B và dung dịch A.

...
...
...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

A. Hòa tan khối đông đặc B1 trong 30 ml tetrahydrofuran (TT), vừa lắc vừa thêm dần dần 40 ml ethanol (TT). Lọc để tách tủa B3, làm khô trong chân không với phosphor pentoxyd (TT) ở nhiệt độ không quá 50 °C. Hòa tan vài mg tủa B3 trong 1 ml tetrahydrofuran (TT), cho vài giọt dung dịch thu được lên phiến natri clorid, bốc hơi tới khô trong tủ sấy từ 100 °C đến 105 °C. Đo phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) so sánh với phổ hấp thụ hồng ngoại thu được của nguyên liệu polyvinyl clorid chuẩn.

B. Đo phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của phần C thu được trong phép thử phụ gia chất dẻo 01, 04 và 05, so sánh với phổ thu được từ phụ gia chất dẻo 01 chuẩn.

Các phép thử

Nếu cần, có thể cắt mẫu nguyên liệu cần kiểm tra thành các mảnh có kích thước mỗi cạnh không lớn hơn 1 cm.

Dung dịch S1: Cho 5,0 g chất cần thử vào một bình đốt. Thêm 30 ml acid sulfuric (TT) và đun nóng đến khi tạo thành khối sền sệt màu đen. Để nguội và thêm từ từ 10 ml dung dịch hydrogen peroxyd đậm đặc. Đun nóng nhẹ. Để nguội và thêm 1 ml dung dịch hydrogen peroxyd đậm đặc, bốc hơi và thêm tiếp dung dịch hydrogen peroxyd, làm liên tục như vậy cho đến khi thu được chất lỏng không màu. Bốc hơi để giảm thể tích còn khoảng 10 ml. Để nguội và pha loãng với nước đến 50 ml.

Dung dịch S2: Cho 25 g chất cần thử vào một bình thủy tinh borosilicat. Thêm 500 ml nước để pha thuốc tiêm và đầy bình bằng 1 cốc thủy tinh borosilicat. Làm nóng bằng cách hấp ở (121 ± 2) °C trong 20 min. Để nguội và gạn lấy dung dịch. Thêm nước đến vừa đủ 500 ml.

Độ trong và màu sắc của dung dịch S2: Dung dịch S2 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 (TT₁) vào 100 ml dung dịch S2. Dung dịch phải chuyển thành màu xanh lam khi thêm không quá 1,5 ml dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ). Thêm 0,2 ml dung dịch methyl da cam (TT) vào 100 ml dung dịch S2. Dung dịch phải chuyển từ màu vàng thành màu cam khi thêm không quá 1,0 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CĐ).

Độ hấp thụ: Bốc hơi 100,0 ml dung dịch S2 tới khô. Hòa tan cân trong 5,0 ml hexan (TT). Độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch ở bước sóng từ 250 nm đến 310 nm không được lớn hơn 0,25.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 ĐD: 0906 22 99 66**

Các amin thơm bậc 1: Không được quá 20 phần triệu. Thêm 6 ml nước và 4 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT) vào 2,5 ml dung dịch A1 thu được khi định tính. Lắc mạnh và bỏ lớp trên. Thêm 0,4 ml dung dịch natri nitrit 1 % (TT) mới pha vào lớp nước. Trộn và để yên trong 1 min. Thêm 0,8 ml dung dịch amoni sulphamat 2,5 % (TT), để yên trong 1 min và thêm 2 ml dung dịch N-(1-naphthyl) ethylendiamin dihydroclorid 0,5 % (TT). Sau 30 min, màu của dung dịch tạo thành không được đậm hơn màu của dung dịch chuẩn chuẩn bị tương tự, nhưng thay lớp nước bằng hỗn hợp 1 ml dung dịch naphthylamin 0,001 % (TT) pha trong dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT), 5 ml nước và 4 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).

Phụ gia chất dẻo 01, 04 và 05: Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.3).

Bản mỏng silica gel GF₂₅₄ (TT), trắng dày 1 mm.

Các dung dịch đối chiếu: Chuẩn bị các dung dịch có chứa 0,1 mg /ml chuẩn phụ gia chất dẻo 01, 04 và 05 trong toluen (TT).

Chấm lên bản mỏng 0,5 ml dung dịch A1 thu được từ phép thử định tính thành một dải kích thước 30 mm x 3 mm.

Chấm lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch đối chiếu. Triển khai với pha động là toluen (TT) đến 15 cm. Để khô bản mỏng. Kiểm tra dưới đèn tử ngoại ở bước sóng 254 nm và đánh dấu vùng tương ứng với phụ gia chất dẻo 01 (R_f khoảng 0,4). Cạo lấy phần silica gel của vùng tương ứng và lắc với 40 ml ether (TT) trong 1 min. Lọc, tráng 2 lần, mỗi lần với 10 ml ether (TT), gộp dịch trắng vào dịch lọc và bốc hơi tới khô. Lượng cặn C thu được không được quá 40 mg.

Cho bản mỏng tiếp xúc với hơi iod trong 5 min. Kiểm tra sắc độ và đánh dấu vùng tương ứng với phụ gia chất dẻo 04 và 05 (R_f = 0). Cạo lấy phần silica gel của vùng tương ứng. Tương tự lấy một phần silica gel vùng ngoài làm mẫu trắng. Lắc riêng hai mẫu này với 40 ml methanol (TT) trong 15 min. Lọc, tráng 2 lần, mỗi lần với 10 ml methanol (TT), gộp dịch trắng vào dịch lọc và bốc hơi tới khô. Chênh lệch khối lượng của 2 cặn không được quá 10 mg.

Phụ gia chất dẻo 03: Rửa tủa B2 thu được trong phép thử định tính có chứa trên phiếu lọc xốp với ethanol (TT). Làm khô trên phosphor pentoxyd (TT) tới khối lượng không đổi. Khối lượng tủa không được quá 20 mg.

Đo phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) cần so sánh với với phổ hấp thụ thu được của phụ gia chất dẻo 03 chuẩn.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 ĐD: 0906 22 99 66**

Không được quá 5 phần triệu.

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

Dung dịch thử: Nung 1,0 g chất cần kiểm tra trong chén nung bằng silica. Hòa cân bằng 10 ml acid hydrochloric (TT) và bốc hơi tới khô trên cách thủy. Thêm vào cân 20 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).

Dung dịch đối chiếu: Pha dung dịch bari mẫu 50 phần triệu Ba (TT) trong dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT) để được dung dịch có chứa 0,25 phần triệu bari.

Đo phổ tại bước sóng phát xạ của bari là 455,40 nm, phổ nền được xác định ở bước sóng 455,30 nm. Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M và acid hydrochloric không có bari.

Cadmi

Không được quá 0,6 phần triệu.

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

Dung dịch thử: Bốc hơi 10 ml dung dịch S1 tới khô. Hòa cân bằng 5 ml *dung dịch acid hydrochloric 1 % (TT)*, lọc và thêm acid vào dịch lọc đến đủ 10,0 ml.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 ĐD: 0906 22 99 66**

Đo phổ hấp thụ ở bước sóng 228,8 nm, dùng đèn cathod rỗng của cadmi làm nguồn phát xạ và ngọn lửa khí acetylen để nguyên tử hóa mẫu.

Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 1 % không có cadmi.

Calci

Không được quá 0,07 %.

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

Dung dịch thử: Dùng dung dịch thử đã chuẩn bị để xác định bari.

Dung dịch đối chiếu: Pha dung dịch calci mẫu 400 phần triệu Ca (TT) với dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT) để được dung dịch có chứa 50 phần triệu calci.

Đo phổ tại bước sóng phát xạ của calci là 315,89 nm, phổ nền được xác định ở bước sóng 315,60 nm. Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M không có calci.

Thiếc

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 ĐD: 0906 22 99 66**

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

Dung dịch thử: Pha loãng 10 lần dung dịch S1 với nước ngay trước khi dùng

Dung dịch đối chiếu: Lấy 2 ml dung dịch thiếc mẫu 5 phần triệu Sn (TT) cho vào bình định mức 50 ml có chứa 5 ml dung dịch acid sulfuric 20 % (TT), thêm nước đến đủ 50 ml, pha ngay trước khi dùng.

Đo phổ tại bước sóng phát xạ của thiếc là 189,99 nm, phổ nền được xác định ở bước sóng 190,10 nm. Sử dụng dung dịch acid sulfuric 20 % không có thiếc.

Kẽm

Không được quá 0,2 %.

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

Dung dịch thử: Pha loãng 100 lần dung dịch S1 với dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).

Dung dịch đối chiếu: Pha dung dịch kẽm mẫu 100 phần triệu Zn (TT) trong dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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

Kim loại nặng

Không được quá 50 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Thêm 0,5 ml dung dịch phenol phtalein (TT) vào 10 ml dung dịch S1, sau đó cho thêm dung dịch natri hydroxyd 40 % (TT) cho đến khi có màu hồng nhạt. Thêm nước đến đủ 25 ml. Lấy 12 ml dung dịch thử theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chỉ mẫu 2 phần triệu Pb (TT) để pha dung dịch đối chiếu.

Các chất chiết được bằng nước

Không được quá 0,3 %.

Bốc hơi 50 ml dung dịch S2 đến khô trên cách thủy và sấy khô ở 100 °C đến 105 °C đến khối lượng không đổi. Dùng mẫu trắng là 50 ml nước để pha thuốc tiêm. Khối lượng cân so với mẫu trắng không được lớn hơn 7,5 mg.

Định lượng

Lấy 50,0 mg mẫu thử, tiến hành đốt trong oxygen (Phụ lục 10.19). Thêm vào bình chứa sản phẩm đốt cháy 20 ml dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT). Thêm vào dung dịch thu được 2,5 ml acid nitric (TT), 10,0 ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ), 5 ml dung dịch sắt (III) amoni sulfat 10% (TT) và 1 ml dibutyl phtalat (TT). Chuẩn độ với dung dịch amoni sulfocyanid 0,05 N (CĐ) cho tới khi thu được màu vàng đỏ. Song song tiến hành mẫu trắng.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Với các đồ đựng vô khuẩn, kiểm tra thêm các phép thử sau:

Dung dịch S3: Nếu đồ đựng cần kiểm tra có chứa dung dịch chống đông, bỏ chất chống đông và rửa với 250 ml nước để pha thuốc tiêm ở $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ và bỏ nước rửa trước khi chuẩn bị dung dịch S3. Cho vào đồ đựng một thể tích nước để pha thuốc tiêm tương ứng với thể tích dung dịch. Đậy nút và làm nóng trong nồi hấp ở 110°C trong 30 min. Sau khi để nguội, cho nước để pha thuốc tiêm vào đồ đựng đến thể tích quy định và lắc đều.

Dung dịch đối chiếu: Làm nóng nước để pha thuốc tiêm trong một bình thủy tinh borosilicat trong nồi hấp ở 110°C trong 30 min.

Các chất khử

Tiến hành phép thử với dung dịch S3 ngay sau khi pha. Cho một thể tích bằng 8 % dung tích quy định của đồ đựng vào một bình thủy tinh borosilicat. Tiến hành đồng thời mẫu trắng dùng cùng thể tích dung dịch đối chiếu mới pha cho vào một bình khác. Thêm 20,0 ml dung dịch kali permanganat 0,01 N (CĐ) và 1 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TT) vào mỗi bình. Để yên và tránh ánh sáng trong 15 min. Thêm 0,1 g kali iodid (TT) vào mỗi bình, để yên và tránh ánh sáng trong 5 min, sau đó chuẩn độ ngay với dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CĐ), dùng 0,25 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) làm chỉ thị. Chênh lệch thể tích giữa hai giá trị chuẩn độ không được quá 2,0 ml.

Giới hạn acid kiềm

Thêm 0,1 ml dung dịch phenolphthalein (TT) vào một thể tích dung dịch S3 tương ứng với 4 % dung tích quy định của đồ đựng. Dung dịch phải không có màu. Thêm 0,4 ml dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ), dung dịch phải chuyển thành màu hồng. Thêm 0,8 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CĐ) và 0,1 ml dung dịch đỏ methyl (TT), dung dịch chuyển sang màu đỏ hoặc đỏ-cam.

Clorid

Không được quá 0,4 phần triệu (Phụ lục 9.4.5).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Amoni

Không được quá 2 phần triệu (Phụ lục 9.4.1, phương pháp A).

Pha loãng 5 ml dung dịch S3 với nước để được 14 ml dùng làm dung dịch thử.

Chất chiết được bằng nước

Bốc hơi 100 ml dung dịch S3 đến khô trên cách thủy, sấy khô cần ở 100 °C đến 105 °C tới khối lượng không đổi. Tiến hành song song với mẫu trắng, dùng 100 ml dung dịch đối chiếu. Khối lượng cần của dung dịch S3 không được lớn hơn 3 mg so với mẫu trắng.

Độ hấp thụ ánh sáng

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) dung dịch S3 trong khoảng bước sóng từ 230 nm đến 360 nm, dùng dung dịch đối chiếu làm mẫu trắng. Độ hấp thụ không được lớn hơn 0,30 ở khoảng bước sóng từ 230 nm đến 250 nm, và không được lớn hơn 0,10 ở khoảng bước sóng từ 251 nm đến 360 nm.

Phụ gia chất dẻo 01 có thể chiết được

Pha ethanol 96 % (TT) với nước để được hỗn hợp có tỷ trọng tương đối từ 0,9389 đến 0,9395 (Phụ lục 6.5) làm dung môi chiết.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Dãy dung dịch chuẩn: Lấy lần lượt 20,0 ml; 10,0 ml; 5,0 ml; 2,0 ml; 1,0 ml dung dịch gốc cho vào các bình định mức 100 ml. Thêm dung môi chiết đến đủ thể tích.

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của các dung dịch chuẩn ở cực đại 272 nm, dùng dung môi chiết làm mẫu trắng và vẽ đường chuẩn độ hấp thụ - nồng độ phụ gia chất dẻo 01.

Qui trình chiết: Dùng một ống cấp có gắn kim hoặc ống nối thích hợp, cho vào đồ đựng một thể tích dung môi chiết (đã làm nóng đến 37 °C trong một bình kín) bằng một nửa dung tích qui định. Đuổi hết không khí còn lại trong đồ đựng ra và hàn kín ống cấp. Nhúng ngập đồ đựng theo chiều ngang trong một nồi cách thủy ở $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$ trong khoảng (60 ± 1) min, không lắc. Lấy đồ đựng ra khỏi nồi cách thủy, dốc ngược đồ đựng nhẹ nhàng 10 lần, đổ dịch chiết bên trong ra một bình thủy tinh. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) ngay ở cực đại 272 nm, dùng dung môi chiết làm mẫu trắng.

Xác định nồng độ phụ gia chất dẻo 01, tính ra mg trong 100 ml dịch chiết theo đường chuẩn đã lập. Giới hạn phụ gia chất dẻo 01 cho phép:

- Đồ đựng dung tích từ trên 300 ml đến 500 ml: Không quá 10 mg/100 ml dịch chiết.
- Đồ đựng dung tích từ trên 150 ml đến 300 ml: Không quá 13 mg/100 ml dịch chiết.
- Đồ đựng dung tích đến 150 ml: Không quá 14 mg/100 ml dịch chiết.

Khi đồ đựng có chứa dung dịch chống đông, dung dịch này phải đạt yêu cầu về dung dịch bảo quản và chống đông cho chế phẩm máu và đạt phép thử sau:

Độ hấp thụ ánh sáng

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

2. Poly vinyl clorid (PVC) hóa dẻo dùng làm bộ dây truyền máu và các thành phần máu

Nguyên liệu là PVC hóa dẻo dùng làm dây truyền máu và các thành phần máu có chứa không ít hơn 55 % poly vinyl clorid với di(2-ethylhexyl) phthalat làm chất hóa dẻo (phụ gia chất dẻo 01).

Chế tạo

Nguyên liệu làm polyvinyl clorid hóa dẻo được chế tạo bằng phương pháp polymer hóa, đảm bảo hàm lượng vinyl clorid còn lại phải ít hơn 1 phần triệu. Phương pháp sản xuất phải được thẩm định để sản phẩm đạt các phép thử sau đây.

Vinyl clorid

Không được quá 1 phần triệu.

Xác định bằng sắc ký khí pha hơi (head-space) (Phụ lục 5.2), dùng ether làm chuẩn nội.

Thực hiện tương tự như đã mô tả ở Phần 1. Poly vinyl clorid (PVC) hóa dẻo dùng chế tạo đồ đựng máu và các chế phẩm máu.

Nhà cung cấp nguyên liệu phải có thể chứng minh được công thức của mẫu thử phù hợp cho mỗi lô sản phẩm.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Nguyên liệu dưới dạng bột, hạt không màu hoặc vàng nhạt hoặc đã chế tạo thành các dây hoặc dạng ống rỗng, mùi nhẹ. Khi đốt có khói đen, dày đặc.

Định tính

Nếu cần, có thể cắt mẫu nguyên liệu cần kiểm tra thành các mảnh có kích thước mỗi cạnh không lớn hơn 1 cm.

A. Thêm 30 ml *tetrahydrofuran* (TT) vào 0,5 g mẫu cần kiểm tra. Đun nóng trên cách thủy trong hốt, vừa đun vừa khuấy trong 10 min. Mẫu thử tan hoàn toàn. Thêm từng giọt *methanol* (TT) và khuấy, có tủa tạo thành ở dạng hạt. Lọc và sấy tủa ở 60 °C. Đo phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2). Hòa tan 50 mg trong 2 ml *tetrahydrofuran* (TT) và cho lên một lam kính mỏng, sấy khô ở 80 °C, lấy lớp phim mỏng và cố định trên một giá thích hợp. Kiểm tra bằng phổ hấp thụ hồng ngoại, so sánh với phổ thu được của polyvinyl clorid chuẩn.

B. Kiểm tra cần thu được trong phép thử phụ gia chất dẻo 01 bằng đo phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2), so với phổ thu được của phụ gia chất dẻo 01

chuẩn.

Các phép thử

Nếu cần, có thể cắt mẫu nguyên liệu cần kiểm tra thành các mảnh có kích thước mỗi cạnh không lớn hơn 1 cm.

Dung dịch S1: Cho 5,0 g chất cần thử vào một bình đốt. Thêm 30 ml *acid sulfuric (TT)* và đun nóng đến khi tạo thành khối sền sệt màu đen. Để nguội và thêm từ từ 10 ml dung dịch *hydrogen peroxyd đậm đặc*. Đun nóng nhẹ. Để nguội và thêm 1 ml dung dịch *hydrogen peroxyd đậm đặc*, bốc hơi và thêm tiếp dung dịch hydrogen peroxyd, làm liên tục như vậy cho đến khi thu được chất lỏng không màu. Bốc hơi để giảm thể tích còn khoảng 10 ml. Để nguội và pha loãng với nước đến 50 ml.

Dung dịch S2: Cho 25 g chất cần thử vào một bình thủy tinh borosilicat. Thêm 500 ml nước và đầy bình bằng 1 cốc thủy tinh borosilicat. Đun nóng trong nồi hấp ở $(121 \pm 2)^\circ\text{C}$ trong 20 min. Để nguội và gạn lấy dung dịch. Thêm nước vừa đủ 500 ml.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Phụ gia chất dẻo 01

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.3).

Bản mỏng. Silica gel G (TT).

Dung dịch thử: Thêm 200 ml *ether không có peroxyd (TT)* vào 2,0 g chất cần kiểm tra và đun nóng với sinh hàn hồi lưu trong 8 h. Lọc để tách riêng cần và bốc hơi dung dịch đến khô dưới áp suất giảm trong cách thủy ở 30°C . Hòa tan cần trong 10 ml *toluen (TT)*.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,8 g phụ gia chất dẻo 01 chuẩn trong 10 ml *toluen (TT)*.

Chấm riêng rẽ lên bản mỏng 0,5 ml dung dịch thử thành một dải kích thước 30 mm x 3 mm và 5 μl dung dịch đối chiếu. Triển khai với pha động là *toluen (TT)* đến 15 cm. Để khô bản mỏng. Kiểm tra sắc đồ dưới đèn tử ngoại ở bước sóng 254 nm và đánh dấu vùng tương ứng với phụ gia chất dẻo 01. Cạo lấy phần silica gel của vùng tương ứng và lắc với 40 ml *ether (TT)*. Lọc, tránh làm mất mẫu và bốc hơi tới khô. Lượng cần thu được không được quá 40 mg.

Bari

Không được quá 5 phần triệu.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Cadmi

Không được quá 0,6 phần triệu.

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

Thực hiện tương tự như đã mô tả trong phép thử Cadmi, *Phần 1. Poly vinyl clorid (PVC) hóa dẻo dùng chế tạo đồ đựng máu và các chế phẩm máu.*

Thiếc

Không được quá 20 phần triệu.

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

Thực hiện tương tự như đã mô tả trong phép thử Thiếc, *Phần 1. Poly vinyl clorid (PVC) hóa dẻo dùng chế tạo đồ đựng máu và các chế phẩm máu.*

Kim loại nặng

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Thực hiện tương tự như đã mô tả trong phép thử Kim loại nặng, *Phần 1. Poly vinyl clorid (PVC) hóa dẻo dùng chế tạo đồ đựng máu và các chế phẩm máu.*

Định lượng

Thêm 30 ml *tetrahydrofuran (TT)* vào 0,500 g mẫu thử, đun nóng trên cách thủy trong tủ hốt và khuấy trong 10 min. Mẫu thử tan hoàn toàn. Thêm từng giọt 60 ml *methanol (TT)*, vừa thêm vừa khuấy, tủa poly vinyl clorid tạo thành dưới dạng hạt. Để yên vài phút. Tiếp tục thêm *methanol (TT)* cho đến khi không thấy có thêm tủa. Cho tủa lên phễu xóp thủy tinh xóp, có số độ xóp 40, tráng bình và rửa tủa 3 lần với từng lượng nhỏ methanol, sấy phễu lọc đến khối lượng không đổi ở 60 °C, cân tủa.

Với bộ dây truyền dịch vô khuẩn, thực hiện thêm một số phép thử

Dung dịch S3: Lắp nối 3 bộ dây truyền thành một hệ kín với một bình thủy tinh borosilicat 300 ml. Cho bình vào một thiết bị điều nhiệt có thể duy trì nhiệt độ chất lỏng trong bình ở $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$. Cho 250 ml *nước để pha thuốc tiêm* chảy tuần hoàn trong hệ dây nối theo chiều chảy của dịch truyền trong 2 h với tốc độ 1 lít/h (có thể dùng một bơm nhu động lắp vào hệ nối qua một ống silicon càng ngắn càng tốt). Thu lấy toàn bộ dung dịch và để nguội.

Độ trong và màu sắc của dung dịch S3: Dung dịch S3 phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2)

Độ acid hoặc độ kiềm

Cho 0,15 ml *dung dịch xanh bromothymol (TT)* vào 25 ml dung dịch S3. Dung dịch phải chuyển thành màu xanh lam khi thêm không quá 0,5 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CD)*.

Cho 0,2 ml *dung dịch methyl dacam (TT)* vào 25 ml dung dịch S3. Dung dịch phải bắt đầu chuyển màu từ vàng sang cam khi thêm không quá 0,5 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CD)*.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Độ hấp thụ của dung dịch S3 không được lớn hơn 0,30 trong khoảng bước sóng từ 230 nm đến 250 nm, và không được lớn hơn 0,15 trong khoảng bước sóng từ 251 nm đến 360 nm.

Các chất khử

Tiến hành phép thử với dung dịch S3 trong vòng 4 h sau khi pha. Cho 1 ml dung dịch *acid sulfuric loãng (TT)* và 20,0 ml dung dịch *kali permanganat 0,01 N (CD)* vào 20,0 ml dung dịch S3. Đun sôi trong 3 min và làm nguội nhanh. Thêm 1 g *kali iodid (TT)*, chuẩn độ với dung dịch *natri thiosulfat 0,01 N*

(CĐ), dùng 0,25 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) làm chỉ thị. Tiến hành song song mẫu trắng, dùng 20 ml nước để pha thuốc tiêm. Chênh lệch thể tích giữa hai lần chuẩn độ mẫu trắng và mẫu thử không được quá 2,0 ml.

Chất chiết được bằng nước

Bốc hơi 50 ml dung dịch S3 đến khô trên cách thủy. Sấy cân ở 100°C đến 105 °C tới khối lượng không đổi. Tiến hành song song mẫu trắng với 50 ml nước để pha thuốc tiêm. Khối lượng cân của dung dịch S3 so với mẫu trắng không được lớn hơn 1,5 mg.

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 hợp 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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:

- oleamid (phụ gia chất dẻo 20): Không quá 0,5 %,

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

- calci stearat hoặc kẽm stearat hoặc hỗn hợp của cả 2 chất: Không quá 0,5 %,
- calci carbonat hoặc kali hydroxyd: Không quá 0,5 % mỗi chất,
- silic oxyd keo (colloidal silica): Không quá 0,2 %.

Nhà cung cấp nguyên liệu phải chứng minh được các thành phần trong nguyên liệu làm mẫu điển hình cho mỗi lô sản phẩm đều có chất lượng và hàm

lượng đạt yêu cầu.

Tính chất

Dạng hạt nhỏ, cốm, hoặc chuyển dạng thành các片片 mờ, hoặc ở dạng dây có độ dày khác nhau, hoặc ở dạng đồ đựng; thực tế không tan trong nước, tan trong hydrocarbon thơm nóng, thực tế không tan trong ethanol, methanol và hexan; tan trong các polymer có phân tử lượng thấp. Chảy với ngọn lửa màu xanh. Nhiệt độ làm mềm nhựa thay đổi theo hàm lượng vinyl acetat, giảm từ 100 °C (tương ứng với vài phần trăm vinyl acetat) tới 70 °C (tương ứng với 30 % vinyl acetat).

Định tính

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

Thêm 10 ml *toluen* (TT) vào 0,25 g nguyên liệu cần kiểm tra và đun sôi với sinh hàn hồi lưu trong khoảng 15 min. Nhỏ một vài giọt dung dịch thu được lên một đĩa 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 thu được phải có các cực đại hấp thụ tương ứng với vinyl acetat ở các vị trí 1740 cm⁻¹, 1375 cm⁻¹, 1240 cm⁻¹, 1020 cm⁻¹, 610 cm⁻¹; tương ứng với ethylen ở các vị trí 2920 cm⁻¹ đến 2850 cm⁻¹, 1470 cm⁻¹, 1460 cm⁻¹, 1375 cm⁻¹, 730 cm⁻¹, 720 cm⁻¹. Ngoài ra, phổ hấp thụ hồng ngoại thu được phải giống với phổ của chất đối chiếu do nhà sản xuất cung cấp. Nếu nguyên liệu cần kiểm tra ở dạng片片 mỏng, có thể cắt lấy 1 mảnh nhỏ có kích thước thích hợp để xác định trực tiếp phổ hấp thụ hồng ngoại.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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

Dung dịch S1: Cho 2,0 g nguyên liệu cần kiểm tra vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 80 ml *toluen* (TT) và đun nóng với sinh hàn hồi lưu trong 90 min, khuấy liên tục. Để dung dịch nguội đến 60 °C, vừa thêm 120 ml *methanol* (TT) vừa khuấy liên tục. Lọc dung dịch 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 vào dịch lọc và pha loãng thành 250 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch S2: Sử dụng trong vòng 4 h sau khi pha. Cho 25 g nguyên liệu vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 500 ml *nước để pha thuốc tiềm* và đun sôi với sinh hàn hồi lưu trong 5 min. Để nguội và gạn. Giữ một phần dung dịch để thử Độ trong và màu sắc của dung dịch S2, lọc phần còn lại qua phễu lọc thủy tinh xốp, số độ xốp 16 (Phụ lục 3.4).

Độ trong và màu sắc của dung dịch S2

Dung dịch S2 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* (TT₁) vào 100 ml dung dịch S2. Dung dịch thu được phải chuyển sang màu xanh khi thêm không quá 1,0 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,01 N* (CE). Thêm 0,2 ml *dung dịch methyl da cam* (TT) vào 100 ml dung dịch S2. Dung dịch thu được phải chuyển từ màu vàng sang da cam khi thêm không quá 1,5 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,01 N* (CE).

Độ hấp thụ

Độ hấp thụ của dung dịch S2 (Phụ lục 4.1) tại các bước sóng trong khoảng từ 220 nm đến 340 nm không được quá 0,2.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Thêm 1 ml dung dịch *acid sulfuric loãng (TT)* và 20 ml dung dịch *kali permanganat 0,01 N (CĐ)* vào 20 ml dung dịch S2. Đun sôi với sinh hàn hồi lưu trong 3 min, làm nguội ngay. Thêm 1 g *kali iodid (TT)* và chuẩn độ ngay bằng dung dịch *natri thiosulfat 0,01 N (CĐ)*, sử dụng 0,25 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) làm chất chỉ thị. Đồng thời tiến hành mẫu trắng. Chênh lệch thể tích giữa 2 lần chuẩn độ không được quá 0,5 ml.

Các amid và acid stearic

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4)

Bản mỏng: Dùng 2 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: Bay hơi 100 ml dung dịch S1 đến khô ở 45 °C trong chân không. Hòa tan cặn trong 2 ml *methyten clorid (TT)* đã được acid hóa.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 20 mg acid stearic chuẩn (phụ gia chất dẻo 19) trong 10 ml *methylen clorid (TT)*.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Dung dịch đối chiếu (3): Hòa tan 40 mg phụ gia chất dẻo 21 chuẩn trong 10 ml *methylen clorid (TT)*. Pha loãng 1 ml dung dịch thu được thành 5 ml với cùng dung môi.

Cách tiến hành:

Chấm riêng biệt lên 2 bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên.

Bản mỏng thứ nhất: Sử dụng dung môi 1, triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 10 cm. Để khô bản mỏng. Phun dung dịch muối natri *diclorophenolindophenol 0,2 %* trong *ethanol (TT)*, sấy khô vài phút trong tủ sấy ở nhiệt độ 120 °C để hiện vết rõ. Bất kỳ vết nào tương ứng với phụ gia chất dẻo 19 trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử không được đậm hơn vết trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (1).

Bản mỏng thứ hai: Sử dụng dung môi 2, triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 13 cm. Để khô bản mỏng; tiếp tục triển khai 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 4 %* trong *ethanol (TT)*. Sấy trong tủ sấy ở 120 °C cho tới khi xuất hiện vết. Bất kỳ vết nào tương ứng với phụ gia chất dẻo 21 hoặc phụ gia chất dẻo 20 trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử đều không được đậm hơn vết trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (2) và (3) tương ứng.

Chất chống oxy hóa phenolic

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

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

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Dung dịch thử (2): Bay hơi 50 ml dung dịch S1 trong chân không ở 45 °C tới khô. Hòa tan cặn trong 5,0 ml *methylen clorid (TT)*.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 25 mg butylhydroxytoluen chuẩn (phụ gia chất dẻo 07), 40 mg phụ gia chất dẻo 10 chuẩn, 40 mg phụ gia chất dẻo 09 chuẩn và 40 mg phụ gia chất dẻo 11 chuẩn trong 10 ml hỗn hợp dung môi. Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 40 mg phụ gia chất dẻo 11 chuẩn và 40 mg phụ gia chất dẻo 12 chuẩn trong 10 ml *methylen clorid (TT)*. Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 50 ml với cùng dung môi.

Điều kiện sắc ký:

Cột thép không gỉ (25 cm x 4,6 mm), nhồi pha tinh C (5 µm).

Tốc độ dòng: 1,5 ml/min.

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

Thể tích tiêm: 20 µl.

Cách tiến hành:

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1), độ phân giải giữa pic tương ứng với phụ gia chất dẻo 09 và phụ gia chất dẻo 10 không nhỏ hơn 2,0. Số đĩa lý thuyết của cột tính theo pic của phụ gia chất dẻo 07 phải không nhỏ hơn 2500.

Giới hạn:

Sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử (1) chỉ có những pic chính tương ứng với các pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (1) với thời gian lưu trên 2 min.

Diện tích của các pic trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1) không được lớn hơn diện tích của các pic tương ứng trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1), trừ pic rửa giải cuối cùng trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1).

Nếu trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử (1) có 1 pic cùng thời gian lưu với pic chất chống oxy hóa rửa giải cuối cùng trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) thì tiến hành phép thử với các thay đổi như sau:

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

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký với dung dịch thử (2) và dung dịch đối chiếu (2).

Tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2), độ phân giải giữa pic của phụ gia chất dẻo 11 và phụ gia chất dẻo 12 không nhỏ hơn 2,0.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử (2) chỉ có những pic chính tương ứng với các pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (2) với thời gian lưu trên 3 min.

Diện tích của các pic thu được từ dung dịch thử (2) không được lớn hơn diện tích các pic tương ứng thu được từ dung dịch đối chiếu (2).

Chất tan trong hexan

Cho 5 g nguyên liệu cần kiểm tra vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 50 ml *hexan* (TT), đun sôi với sinh hàn hồi lưu trên cách thủy trong 4 h, khuấy liên tục. Làm nguội trong nước đá, có thể tạo thành một lớp gel. Chuẩn bị một bộ phễu lọc thủy tinh xếp, số độ xếp 16 (Phụ lục 3.4) có bộ vỏ làm lạnh bằng nước đá và có thể dùng lọc hút dưới áp suất giảm để tăng tốc độ lọc. Để lạnh bộ lọc 15 min, sau đó lọc dung dịch hexan dưới áp suất 27 kPa, không rửa cặn. Thời gian lọc không được quá 5 min. Bay hơi 20 ml dịch lọc đến khô trên cách thủy, làm khô ở 100 °C trong 1 h. Khối lượng cặn thu được không được quá 40 mg (2 %) đối với copolymer dùng làm đồ đựng và không quá 0,1 g (5 %) với chất copolymer dùng làm dây truyền dịch.

Tro sulfat

Không được quá 1,2 % (Phụ lục 9.9, Phương pháp 2).

Dùng 5,0 g nguyên liệu cần kiểm tra.

Định lượng

Cho từ 0,250 g đến 1,000 g nguyên liệu cần kiểm tra (tùy theo hàm lượng vinyl acetat trong copolymer cần định lượng) vào một bình nón nút mài 300 ml, có sẵn khuấy từ. Thêm 40 ml *xylene* (TT). Đun sôi với sinh hàn hồi lưu trong 4 h, khuấy liên tục. Tiếp tục khuấy từ, để nguội cho tới khi bắt đầu xuất hiện tủa thì thêm từ từ 25,0 ml *dung dịch kali hydroxyd trong ethanol* (TT). Tiếp tục đun sôi với sinh hàn hồi lưu và khuấy liên tục trong 3 h. Để nguội trong khi vẫn khuấy liên tục, rửa sinh hàn hồi lưu bằng 50 ml nước và thêm 30,0 ml *dung dịch acid sulfuric 0,1 N* (CĐ) vào bình. Chuyển toàn bộ hỗn hợp trong bình vào cốc có dung tích 400 ml, rửa bình 2 lần, mỗi lần với 50 ml *dung dịch 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

POLYETHYLEN

1. Polyethylen không chứa phụ gia chất dẻo dùng để sản xuất đồ đựng thuốc tiêm truyền và thuốc dùng trong nhãn khoa

Polyethylen không chứa phụ gia chất dẻo thu được bằng cách polymer hóa ethylen dưới áp suất cao với chất xúc tác là oxygen hoặc chất tạo gốc tự do.

Tính chất

Nguyên liệu ở dạng hạt, bột hoặc đã được chuyển thành dạng片片 trong suốt, độ dày mỏng khác nhau hoặc các đồ đựng; thực tế không tan trong nước, ethanol, hexan và trong methanol; tan trong hydrocarbon thơm nóng. Nguyên liệu trở nên mềm từ 65 °C trở lên.

Tỷ trọng tương đối từ 0,910 đến 0,937.

Định tính

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

A. Lấy 0,25 g nguyên liệu cần kiểm tra, thêm 10 ml *toluen* (TT) và đun sôi hồi lưu trong 15 min. Nhỏ vài giọt dung dịch lên đĩa natri clorid và bay hơi dung môi trong tủ sấy ở 80 °C. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chất kiểm tra phải cho các cực đại hấp thụ tại số sóng 2920 cm⁻¹, 2850 cm⁻¹, 1465 cm⁻¹, 730 cm⁻¹, 720 cm⁻¹; Phổ hấp thụ hồng ngoại thu được phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của mẫu nguyên liệu điển hình. Nếu nguyên liệu cần kiểm tra ở dạng片片 mỏng, có thể xác định phổ hấp thụ hồng ngoại trực tiếp trên片片 mỏng có kích thước thích hợp.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Các phép thử

Nếu cần, cắt 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 dùng để pha thuốc tiêm và đun nóng hồi lưu trong 5 h. Để nguội và lắng gạn. Giữ một phần dung dịch để dùng cho phép thử Độ trong và màu sắc của dung dịch. Lọc phần còn lại qua phễu lọc thủy tinh xốp có đường kính lỗ xốp từ 10 µm đến 16 µm. Dùng dung dịch S1 trong vòng 4 h sau khi pha.

Dung dịch S2: Cho 2,0 g nguyên liệu vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 80 ml toluen (TT), đun sôi hồi lưu và khuấy liên tục trong 1,5 h. Để nguội đến 60 °C, vừa khuấy vừa thêm 120 ml methanol (TT). Lọc dung dịch qua phễu lọc thủy tinh xốp có đường kính lỗ xốp từ 10 µm đến 16 µm. Rửa bình và phễu lọc bằng 25 ml hỗn hợp gồm 40 ml toluen (TT) và 60 ml methanol (TT), gộp dịch rửa vào dịch lọc và pha loãng thành 250 ml với cùng hỗn hợp dung môi. Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng trong cùng điều kiện.

Dung dịch S3: Cho 100 g nguyên liệu vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 250 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT), đun sôi hồi lưu và khuấy liên tục trong 1 h. Để nguội và gạn lấy phần 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

Lấy 100 ml dung dịch S1 thêm 0,15 ml dung dịch xanh bromothymol (TT₁). Dung dịch thu được phải chuyển sang màu xanh dương khi thêm không quá 1,5 ml dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 0,2.

Chất khử

Lấy 20 ml dung dịch S1, thêm 1 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TT) và 20 ml dung dịch kali penmanganat 0,01 N (CĐ). Đun sôi hồi lưu trong 3 min rồi làm nguội ngay. Thêm 1 g kali iodid (TT) và chuẩn độ ngay bằng dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CĐ), dùng 0,25 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) làm chỉ thị. Đồng thời tiến hành với 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 hexan

Cho 10 g nguyên liệu vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài dung tích 250 ml. Thêm 100 ml hexan (TT), đun sôi hồi lưu và khuấy liên tục trong 4 h. Làm nguội trong nước đá và lọc nhanh qua phễu lọc thủy tinh xốp có đường kính lỗ xốp từ 10 µm đến 16 µm, duy trì nhiệt độ của dung dịch ở 0 °C (thời gian lọc phải ít hơn 5 min; nếu cần thiết có thể tăng tốc độ lọc bằng cách tăng áp suất lọc). Bốc hơi 20 ml dịch lọc trong đĩa thủy tinh đến khô trên cách thủy, sấy khô cần ở 100 °C đến 105 °C trong 1 h. Khối lượng cần thu được phải trong giới hạn 10 % của khối lượng cần thu được khi tiến hành với mẫu nguyên liệu điển hình và không được quá 5 %.

Phụ gia chất dẻo

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4)

Bán mỏng silica gel trắng sẵn (TT).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Dung môi 1: *Hexan* (TT).

Dung môi 2: *Methanol - methylen clorid* (5: 95).

Dụng dịch thử: Bay hơi 50 ml dung dịch S2 đến khô ở 45 °C trong chân không. Hòa tan cần trong 5 ml *methylen clorid* (TT). Chuẩn bị một dung dịch mẫu trắng từ dung dịch mẫu trắng S2.

Dụng dịch đối chiếu: Hòa tan 20 mg phụ gia chất dẻo 15 chuẩn và 20 mg phụ gia chất dẻo 08 chuẩn trong *methylen clorid* (TT) và pha loãng đến 10 ml với cùng dung môi.

Cách tiến hành:

Châm riêng biệt 10 µl mỗi dung dịch trên lên bản mỏng. Triển khai sắc ký với dung môi 1 đến khoảng 13 cm. Để khô bản mỏng trong không khí. Tiến hành triển khai sắc ký lần hai với dung môi 2 đến khoảng 10 cm. Để khô bản mỏng trong không khí. Phun dung dịch *acid phosphomolybdic* 4 % trong *ethanol* (TT), sấy ở nhiệt độ 120 °C đến khi các vết hiện rõ trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu. Không được có vết nào xuất hiện trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử trừ vết tại đường xuất phát của dung môi khi khai triển sắc ký với pha động là Dung môi 1 và các vết tương ứng với các oligomer. Bỏ qua các vết tương ứng với những vết thu được trên sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng.

Trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu phải có 2 vết tách biệt.

Kim loại nặng

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Trosulphat

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 1).

Dùng 5,0 g nguyên liệu cần kiểm tra.

2. Polyethylen chứa phụ gia chất dẻo dùng để sản xuất đồ đựng thuốc tiêm truyền và thuốc dùng trong nhãn khoa

Polyethylen chứa phụ gia chất dẻo thu được bằng cách polymer hóa ethylen dưới áp suất cao với sự có mặt của chất xúc tác hoặc bằng cách copolymer hóa ethylen với không quá 25 % đồng đẳng cao hơn (C₃ tới C₁₀).

Điều chế

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 để đáp ứng yêu cầu sử dụng. Tất cả các phụ gia chất dẻo này đều phải được lựa chọn từ Danh mục phụ gia chất dẻo với hàm lượng tối đa trong giới hạn cho phép được quy định với từng sản phẩm.

Polyetylen có thể chứa nhiều nhất là 3 chất chống oxy hóa, một vài chất làm trơn hoặc chất chống đông vón, chất chắn sáng như titan dioxyd khi nguyên liệu dùng để sản xuất bao bì chống ánh sáng.

- butylhydroxytoluen (Phụ gia chất dẻo 07): Không quá 0,125 %,

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

- 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 disulphid (Phụ gia chất dẻo 15): Không quá 0,3 %,

- 4,4,4''-(2,4,6-trimethylbenzen-1,3,5-triyltrismethylen)tris[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 %.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

- 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 %,

- Các muối hoặc ester của acid béo: Không quá 0,5 %,

- Trinatri phosphat: Không quá 0,5 %,

- Paraffin lỏng: Không quá 0,5 %,

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

- Magnesi oxyd: Không quá 0,2 %,

- Calci stearat hoặc kẽm stearat hoặc hỗn hợp của 2 chất: Không quá 0,5 %,

- Titan dioxyd: Không quá 0,4 %, chỉ sử dụng cho nguyên liệu dùng để sản xuất bao bì cho chế phẩm dùng trong nhãn khoa.

Nhà cung cấp nguyên liệu phải có khả năng để chứng minh rằng thành phần định tính, định lượng của mẫu điển hình là đạt yêu cầu đối với từng lô sản xuất.

Tính chất

Nguyên liệu ở dạng hạt, bột hoặc đã được chuyển thành dạng片片 trong suốt, độ dày mỏng khác nhau hoặc các đồ đựng; thực tế không tan trong nước, ethanol, hexan và trong methanol; tan trong hydrocarbon thơm nóng. Nguyên liệu trở nên mềm ở nhiệt độ 70 °C đến 140 °C.

Tỷ trọng tương đối (Phụ lục 6.5) của nguyên liệu từ 0,890 đến 0,965.

Định tính

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

B. Nguyên liệu cần kiểm tra phải đáp ứng các phép thử khác đối với các phụ gia chất dẻo có trong thành phần (xem mục Các phép thử khác).

C. Trộn 20 mg nguyên liệu với 1 g kali hydrosulphat (TT) trong chén platin và đun nóng cho đến khi hỗn hợp chảy hoàn toàn. Để nguội và thêm 20 ml dung dịch acid sulphuric loãng (TT). Đun nóng nhẹ. Lọc. Thêm vào dịch lọc 1 ml acid phosphoric (TT) và 1 ml dung dịch nước oxy già đậm đặc. Màu vàng cam xuất hiện nếu nguyên liệu cần kiểm tra được thêm chất chắn sáng là titan dioxyd.

Các phép thử khác

Nếu cần, cắt 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 vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 500 ml nước dùng để pha thuốc tiêm và đun sôi hồi lưu trong 5 h. Để nguội và lắng gạn. Giữ một phần dung dịch cho phép thử Độ trong và màu sắc dung dịch. Lọc phần còn lại qua phễu lọc thủy tinh xốp có đường kính lỗ xốp từ 10 µm đến 16 µm. Dùng dung dịch S1 trong vòng 4 h sau khi pha.

Dung dịch S2: Cho 2,0 g nguyên liệu vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 80 ml toluen (TT), đun sôi hồi lưu và khuấy liên tục trong 90 min. Để nguội đến 60 °C, vừa khuấy vừa thêm 120 ml methanol (TT). Lọc dung dịch qua phễu lọc thủy tinh xốp có đường kính lỗ xốp từ 10 µm đến 16 µm. Rửa bình và phễu lọc bằng 25 ml hỗn hợp gồm 40 ml toluen (TT) và 60 ml methanol (TT), gộp dịch rửa vào dịch lọc và pha loãng thành 250,0 ml với cùng hỗn hợp dung môi. Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng trong cùng điều kiện.

Dung dịch S3: Cho 100 g nguyên liệu vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 250 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT), đun sôi hồi lưu và khuấy liên tục trong 1 h. Để nguội và gạn lấy phần 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).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Lấy 100 ml dung dịch S1, thêm 0,15 ml *dung dịch xanh bromothymol (TT)*. Dung dịch thu được phải chuyển sang màu xanh dương khi thêm không quá 1,5 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CD)*.

Lấy 100 ml dung dịch S1, thêm 0,2 ml *dung dịch methyl da cam (TT)*. Dung dịch thu được phải chuyển từ màu vàng sang da cam khi thêm không quá 1,0 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CD)*.

Độ hấp thụ ánh sáng (Phụ lục 4.1)

Độ hấp thụ ánh sáng của dung dịch S1 tại các bước sóng trong khoảng từ 220 nm đến 340 nm không được quá 0,2.

Chất khử

Lấy 20 ml dung dịch S1, thêm 1 ml *dung dịch acid sulfuric loãng (TT)* và 20 ml *dung dịch kali permanganat 0,01 M (TT)*. Đun sôi hồi lưu trong 3 min rồi làm nguội ngay. Thêm 1 g *kali iodid (TT)* và chuẩn độ ngay bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CD)*, dùng 0,25 ml *dung dịch hồ tinh bột (TT)* làm chỉ thị. Song song tiến hành với 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 hexan

Cho 10 g nguyên liệu vào một bình thủy tinh borosilicat cổ mài. Thêm 100 ml *hexan (TT)*, đun sôi hồi lưu và khuấy liên tục trong 4 h. Làm nguội trong nước đá và lọc nhanh qua phễu lọc thủy tinh xốp có đường kính lỗ xốp từ 10 μ m đến 16 μ m khi nhiệt độ của dung dịch được duy trì tại 0 °C (thời gian lọc phải ít hơn 5 min; nếu cần thiết có thể tăng tốc độ lọc bằng cách lọc giảm áp). Bay hơi 20 ml dịch lọc trong đĩa thủy tinh đến khô trên cách thủy, sấy khô cân ở 100 °C đến 105 °C trong tủ sấy trong 1 h. Khối lượng cân thu được phải trong giới hạn 10 % của khối lượng cân thu được khi tiến hành với mẫu nguyên liệu điển hình và không quá 5 %.

Nhôm

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 hydrochloric 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 hydrochloric 0,1 M* không chứa nhôm.

Crom

Không được quá 0,05 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 crom mẫu 100 phần triệu Cr (TT) bằng hỗn hợp dung môi gồm 2 thể tích acid hydmdoric (TT) và 8 thể tích nước.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Sử dụng acid hydrochloric không chứa crom.

Titan

Không được quá 1,0 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 hydrochloric 0,1 M (TT).

Đo cường độ phát xạ của titan tại bước sóng 336,12 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 336,16 nm. Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M không chứa titan.

Vanadi

Không được quá 0,1 phần triệu.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch vanadi mẫu 1 g/l V (TT) bằng hỗn hợp dung môi gồm 2 thể tích acid hydrochloric (TT) và 8 thể tích nước.

Đo cường độ phát xạ của vanandi tại bước sóng 292,40 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 292,35 nm.

Sử dụng acid hydrochloric không chứa vanadi.

Kẽm

Không được quá 1,0 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 hydrochloric 0,1 M (TT).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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

Zirconi

Không được quá 0,1 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 zirconi mẫu 1 g/l Zr (TT) bằng hỗn hợp dung môi gồm 2 thể tích acid hydrochloric (TT) và 8 thể tích nước.

Đo cường độ phát xạ của zirconi tại bước sóng 343,82 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 343,92 nm.

Sử dụng acid hydrochloric không chứa zirconi.

Kim loại nặng

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Bốc hơi trên cách thủy 50 ml dung dịch S3 tới còn 5 ml, pha loãng thành 20,0 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 sulphat

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

Dùng 5,0 g nguyên liệu cần kiểm tra.

Giới hạn này không được áp dụng cho nguyên liệu có dùng titan dioxyd 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 những phép thử sau đây:

Chất chống oxy hóa phenolic

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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

Dung dịch thử (2): Bay hơi 50 ml dung dịch S2 trong chân không ở 45 °C tới khô. Hòa tan cẩn trọng 5,0 ml *methylen clorid (TT)*. Song song chuẩn bị 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 hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (4): Hòa tan 25,0 mg butylhydroxytoluen chuẩn (phụ gia chất dẻo 07) 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.

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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 mg 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 dung môi.

Dung dịch đối chiếu (10): Hòa tan 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.

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 thép không gỉ (25 cm x 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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 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,

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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: Tiêm các dung dịch sau: 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.

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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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: Tiêm các dung dịch sau: 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).

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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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).

Chất chống oxy hóa non-phenolic

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

Bản mỏng silica gel GF₂₅₄ tráng sẵn (TT).

Dung môi khai triển:

Dung môi 1: *Hexan (TT).*

Dung môi 2: *Methylen clorid (TT).*

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

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).*

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 µl dung dịch thử, 20 µl dung dịch đối chiếu (5) và 20 µl dung dịch đối chiếu tương ứng với chất chống oxy hóa 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 cồn iod* (TT), sau 10 min đến 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 tráng sẵn (TT).

Dung môi khai triển:

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Dung môi 2: *Hexan* (TT).

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

Dung dịch đối chiếu (1): Hoà 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): Hoà 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 µl dung dịch thử.

Chấm lên bản mỏng thứ nhất 10 µl dung dịch đối chiếu (1).

Chấm riêng biệt lên bản mỏng thứ hai 10 µl dung dịch đối chiếu (2) và (3).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Bản mỏng thứ 2: Triển khai sắc ký đối 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).

POLYETHYLEN TEREPHTHALAT ĐỀ SẢN XUẤT ĐỒ DÙNG 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Độ trong và màu sắc của dung dịch

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 cổ 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 cổ 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 cổ 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 cổ 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.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 hydrochloric 0,01 N* (CED).

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 polyetylen 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* (CED). 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* (CED). 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 cổ 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 cần ở 100 °C đến 105 °C. Khối lượng cần thu được không quá 30 mg.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 hydrochloric 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 hydrochloric 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Đo cường độ phát xạ của antimon 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.

Dãy 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Dung dịch thử: Dung dịch S3.

Dãy 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.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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.

Dãy 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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 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.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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

Tro sulphat

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 1).

Dùng 1,0 g nguyên liệu cần kiểm tra.

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.

Điều chế

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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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-triyltris(methylen)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 %;

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

- 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 %,

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

- 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 %,

- maggesi oxyd: Không quá 0,2 %,

- calci stearat hoặc kẽm stearat hoặc hỗn hợp cả 2 chất trên: Không quá 0,5 %,

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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 đờ đùng; 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片片 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 1 mảnh có kích thước phù hợp.

B. Nguyên liệu cần kiểm tra phải đáp ứng các phép thử 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 1 chén platin và đun nóng tới khi cháy 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 dùng titan dioxyd để làm chất chắn sáng thì sẽ xuất hiện màu vàng cam.

Chuẩn bị các dung dịch S1, S2, S3

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 tiem và đun sôi 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 S1, 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 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 hydrochloric 0,1 N (CD) và đun sôi hồi lưu trong 1 h, khuấy liên tục. Để nguội, gạn lấy dung dịch.

Độ trong và màu sắc của dung dịch S1

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 (TT₁) 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 sang vàng sang da cam khi thêm không quá 1 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CD).

Độ hấp thụ

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 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 dùng áp suất để tăng tốc độ lọc nếu cần) 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 cân bì. Sấy khô cần ở 100 °C đến 105 °C trong 1 h. Khối lượng cần thu được phải nằm trong khoảng 10 % của cần 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: Dung dịch S3.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 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 hydrochloric 0,1 M (TT).

Cách tiến hành: Đo quang phổ phát xạ nguyên tử của các dung dịch với bước sóng phát xạ của titan ở 336,12 nm, phổ nền được xác định ở bước sóng 336,16 nm.

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

Kẽm

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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 hydrochloric 0,1 M (TT).

Cách tiến hành: sử dụng máy quang phổ hấp thụ nguyên tử có trang bị đèn cathod rỗng kẽm và đầu đốt dùng ngọn lửa không khí-acetylen.

Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Dùng 5,0 g nguyên liệu cần kiểm tra.

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

Các phép thử khác

Các phép thử này được tiến hành toàn bộ hoặc một phần, tùy thuộc vào thành phần nguyên liệu cần kiểm tra quy định hoặc do yêu cầu sử dụng của nguyên liệu cần kiểm tra.

Chất chống oxy hóa phenolic

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Hỗn hợp dung môi: Acetonitril - tetrahydrofuran.

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 dung dịch S2 mẫu trắng.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 hỗn hợp 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 thép không gỉ (25 cm x 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 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,

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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: Tiêm các dung dịch sau: 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.

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 và các pic nhỏ tương ứng với các pic trên sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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: Tiêm các dung dịch sau: 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).

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 và các pic nhỏ tương ứng với các pic trong sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng.

Giới hạn:

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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: Tiêm các dung dịch sau: dung dịch thử (3), dung dịch mẫu trắng của dung dịch thử (3) và dung dịch đối chiếu (11).

Tính phù hợp của hệ thống:

Độ phân giải giữa 2 pic chính (thời gian lưu khoảng 3,5 và 5,8) 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).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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 cặn trong 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 (TT)*. 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)*.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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:

Chăm 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 đèn tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Phun *dung dịch iod 5% trong ethanol* (TT), sau 10 min đến 15 min quan sát dưới đèn 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 cần trong 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 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 cần trong 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 hồi lưu trong 3 h. Để nguội và lọc nếu cần.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Cột thép không gỉ (25 cm x 4,6 mm), 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, ghi sắc ký đồ. 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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DĐ: 0906 22 99 66**

Bản mỏng silica gel GF₂₅₄ trắng sẵn (TT).

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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DĐ: 0906 22 99 66**

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 đối 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 2: Triển khai sắc ký đối 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 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 dung dịch đối chiếu (18) và (19).

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

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.

Chúng 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

- pentaerythryl tetrakis [3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat] (phụ gia chất dẻo 09): Không được 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 được quá 0,3 %;
- octadecyl 3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat (phụ gia chất dẻo 11): Không được quá 0,3 %;
- ethylen bis[3,3-bis(3-(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxyphenyl)butanoat] (phụ gia chất dẻo 08): Không được quá 0,3 %;
- dioctadecyl disulphid (phụ gia chất dẻo 15): Không được quá 0,3 %;
- 2,2',2'',6,6',6''-hexa-*tert*-butyl-4,4',4''-[(2,4,6-trimethyl-1,3,5-benzotriyl)trimethylen]triphenol (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 %;

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Tổng lượng các chất chống oxy hóa thêm vào đã nêu trên không được vượt quá 0,3 %.

- hydrotalcit: Không quá 0,5 %;
- alkanamid: Không quá 0,5 %;
- alkenamid: Không quá 0,5 %;
- natri silico-aluminat: Không quá 0,5 %;
- silica: Không quá 0,5 %;
- natri benzoat: Không quá 0,5 %;
- các ester hoặc muối của acid béo: Không quá 0,5 %;
- trinatri phosphat: Không quá 0,5 %;

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

- kẽm oxyd: Không quá 0,5 %;
- talc: Không quá 0,5 %;
- magesi oxyd: Không quá 0,2 %;
- calci stearat hoặc kẽm stearat hay hỗn hợp của cả 2 chất: Không quá 0,5 %;
- titan dioxyd: Không quá 4 %, chỉ yêu cầu đối với nguyên liệu làm đồ đựng thuốc nhỏ mắt.

Nhà cung cấp nguyên liệu phải có khả năng để chứng minh rằng thành phần định tính, định lượng của mẫu điển hình là đạt yêu cầu đối với từng lô sản xuất.

Tính chất

Nguyên liệu ở dạng bột, giọt, hạt nhỏ hoặc sau khi chuyển đổi là những phiến trong mờ có độ dày khác nhau hoặc là những đồ đựng. Thực tế không tan trong nước, tan trong hydrocarbon thơm nóng, thực tế không tan trong ethanol, trong hexan và trong methanol. Nguyên liệu trở nên mềm ở nhiệt độ từ khoảng 120 °C.

Định tính

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

A. Thêm 10 ml *toluen* (TT) vào 0,25 g nguyên liệu cần kiểm tra và đun sôi hồi lưu khoảng 15 min. Nhỏ một vài giọt dung dịch đang còn nóng lên trên một đĩa natri clorid và làm bốc hơi dung môi trong tủ sấy ở 80 °C. 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 ở 1375 cm⁻¹, 1170 cm⁻¹, 995 cm⁻¹ và 970 cm⁻¹. Phổ thu được phải phù hợp với phổ của nguyên liệu đã được chọn làm mẫu điển hình. Nếu nguyên liệu cần kiểm tra ở dạng phiến thì có thể định tính trực tiếp trên một mảnh cắt có kích thước phù hợp.

B. Nguyên liệu cần kiểm tra đáp ứng yêu cầu của các phép thử đối với phụ gia chất dẻo (trong mục Các phép thử) dưới đây.

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

Các phép thử

Nếu cần, có thể cắt nguyên liệu cần kiểm tra thành những mảnh nhỏ có kích thước mỗi cạnh không lớn hơn 1 cm.

Dung dịch S1: Sử dụng dung dịch S1 trong vòng 4 h sau khi pha.

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 hồi lưu trong 5 h. Để nguội và gạn. Để lại một phần dung dịch dùng cho phép thử độ trong và màu sắc của dung dịch, lọc phần còn lại qua phễu lọc thủy tinh xốp, độ xốp số 16 (Phụ lục 3.4).

Dung dịch S2: Cho 2,0 g nguyên liệu cần kiểm tra vào một bình nón bằng thủy tinh - borosilicat cổ mài. Thêm 80 ml *toluen* (TT), đun sôi hồi lưu và khuấy liên tục trong 1 h 30 min. Để nguội đến 60 °C, thêm và tiếp tục khuấy với 120 ml *methanol* (TT). Lọc dung dịch qua phễu lọc thủy tinh xốp số 16 (Phụ lục 3.4). Rửa bình nón và phễu lọc với 25 ml hỗn hợp gồm 40 ml *toluen* (TT) và 60 ml *methanol* (TT), gộp dịch rửa vào dịch lọc và pha loãng thành 250,0 ml bằng cùng hỗn hợp dung môi. Chuẩn bị một mẫu trắng trong cùng điều kiện.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Dung dịch S1 không được đục hơn hỗn dịch đối chiếu II (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Lấy 100 ml dung dịch S1 thêm 0,15 ml *dung dịch xanh bromothymol (TT)*. Dung dịch thu được phải chuyển sang màu xanh dương khi thêm không quá 1,5 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CE)*.

Lấy 100 ml dung dịch S1, thêm 0,2 ml *dung dịch methyl da cam (TT)*. Dung dịch thu được phải chuyển từ màu vàng sang da cam khi thêm không quá 1,0 ml *dung dịch acid hydrocloric 0,01 N (CE)*.

Độ hấp thụ ánh sáng

Độ hấp thụ ánh sáng của dung dịch S1 trong khoảng bước sóng từ 220 nm đến 340 nm không được lớn hơn 0,2 (Phụ lục 4.1).

Các chất khử

Thêm 1 ml *dung dịch acid sulfuric loãng (TT)* và 20 ml *dung dịch kali permanganat 0,01 N (CE)* vào 20 ml dung dịch S1. Đun sôi hồi lưu trong 3 min và làm nguội ngay lập tức. Thêm 1 g *kali iodid (TT)* và chuẩn độ ngay với *dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CE)*, dùng 0,25 ml *dung dịch hồ tinh bột (TT)* làm chỉ thị. Tiến hành chuẩn độ một mẫu trắng. Chênh lệch thể tích giữa dung dịch chuẩn độ của mẫu thử và mẫu trắng không được quá 0,5 ml.

Chất tan trong hexan

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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 AI (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.

Crom

Không được quá 0,05 phần triệu.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch crom mẫu 100 phần triệu Cr (TT) bằng hỗn hợp dung môi gồm 2 thể tích acid hydrochloric (TT) và 8 thể tích nước.

Đo cường độ phát xạ của Crom tại bước sóng 205,55 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 205,50 nm. Sử dụng acid hydrochloric không chứa crom.

Titan

Không được quá 1,0 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 hydrochloric 0,1 M (TT).

Đo cường độ phát xạ của titan tại bước sóng 336,12 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 336,16 nm. Sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M không chứa titan.

Vanadi

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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 vanadi mẫu 1 g/l V (TT) bằng hỗn hợp dung môi gồm 2 thể tích acid hydrochloric (TT) và 8 thể tích nước.

Đo cường độ phát xạ của vanadi tại bước sóng 292,40 nm, hiệu chỉnh đường nền tại bước sóng 292,35 nm.

Sử dụng acid hydrochloric không chứa vanadi.

Kẽm

Không được quá 1,0 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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

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

Kim loại nặng

Không được quá 2,5 phần triệu (Phụ lục 9.4.8, phương pháp 1).

Lấy 50 ml dung dịch S3, cô trên cách thủy còn khoảng 5 ml rồi pha loãng thành 20,0 ml với nước. Lấy 12 ml dung dịch thu được để thử.

Dùng 2,5 ml dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Tro sulfat

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

Dùng 5,0 g nguyên liệu cần kiểm tra.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 trong chân không ở 45 °C tới khô. Hòa tan cân trong 5,0 ml hỗn hợp dung môi. Song song chuẩn bị mẫu trắng từ dung dịch S2 mẫu trắng.

Dung dịch thử (2): Bay hơi 50 ml dung dịch S2 trong chân không ở 45 °C tới khô. Hòa tan cân trong 5,0 ml *methylen clorid* (TT). Song song chuẩn bị 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 butylhydroxytoluen chuẩn (phụ gia chất dẻo 07) 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 mg 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 dung môi.

Dung dịch đối chiếu (10): Hòa tan 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.

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:

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Điều kiện sắc ký:

Cột thép không gỉ (25 cm x 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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:

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Tốc độ dòng: 1,5 ml/min.

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 (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.

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 nguyên liệu cần 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).

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Cách tiến hành: Tiêm các dung dịch sau: 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).

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).

Chất chống oxy hóa non-phenolic

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

Bản mỏng silica gel GF₂₅₄ trắng sẵn (TT).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Dung môi 1: *Hexan* (TT).

Dung môi 2: *Methylen clorid* (TT).

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

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 hoá (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 hoá (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 hoá (TT).

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Các amid và stearat

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4)

Bản mỏng silica gel GF₂₅₄ trắng sẵn (TT).

Dùng môi khai triển:

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

Dùng môi 2: *Hexan* (TT).

Dung dịch thử: Dùng dung dịch thử của phép thử Chất chống oxy hóa 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Cách tiến hành: Dùng 2 bản mỏng.

Chấm lên mỗi bản mỏng 10 µl dung dịch thử.

Chấm tiếp lên bản mỏng thứ nhất 10 µl dung dịch đối chiếu (1).

Tiếp tục chấm riêng biệt lên bản mỏng thứ hai 10 µl dung dịch đối chiếu (2) và (3).

Bản mỏng thứ nhất: Triển khai sắc ký đối với hệ dung môi (1) đến khoảng 10 cm. Để khô bản mỏng trong không khí. Phun dung dịch *natri diclorophenolindophenol* (TT) 0,2 % trong *ethanol* (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) phải 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 đối 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* 4 % trong *ethanol* (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) phải 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).

PHẦN 3

NGUYÊN LIỆU HÓA DƯỢC

ACID METHACRYLIC VÀ METHYL METHACRYLAT ĐỒNG TRÙNG HỢP (1:1)

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Acid methacrylic và methyl methacrylat đồng trùng hợp có khối lượng phân tử tương đối trung bình khoảng 135 000. Tỷ lệ nhóm carboxylic so với nhóm ester khoảng 1:1.

Hàm lượng

Từ 46,0 % đến 50,6 % đơn vị acid methacrylic (tính theo chế phẩm đã làm khô).

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng, trơn chảy rất tốt.

Thực tế không tan trong nước và ethyl acetat, dễ tan trong ethanol tuyệt đối, 2-propanol và dung dịch natri hydroxyd 1 M.

Định tính

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại đối chiếu của acid methacrylic và methyl methacrylat đồng trùng hợp (1:1).

B. Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu về giới hạn hàm lượng.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Từ 50 mPa.s đến 200 mPa.s (Phụ lục 6.3, phương pháp III).

Hòa tan một lượng chế phẩm tương ứng với 37,5 g chế phẩm đã làm khô trong một hỗn hợp gồm 7,9 g nước và 254,6 g 2-propanol (TT). Xác định độ nhớt ở 20 °C sử dụng nhớt kế quay với tốc độ trượt là 10s⁻¹.

Tính chất của phim

Nhỏ 1 ml dung dịch thu được trong phép thử Độ nhớt lên một đĩa thủy tinh và để khô. Một lớp phim giòn, trong suốt được hình thành.

Methyl methacrylat và acid methacrylic tự do

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: *Methanol - dung dịch đệm phosphat pH 2,0* (30:70).

Dung dịch mẫu trắng: Trộn đều 50,0 ml *methanol* (TT) và 25,0 ml pha động.

Dung dịch thử: Hòa tan 40 mg chế phẩm trong hỗn hợp gồm 50,0 ml *methanol* (TT) và 25,0 ml pha động.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Điều kiện sắc ký:

Cột thép không gỉ (10 cm x 4 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 µm).

Tốc độ dòng: 2,5 ml/min.

Detector quang phổ hấp thụ tử ngoại ở bước sóng 202 nm.

Thể tích tiêm: 50 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký với dung dịch mẫu trắng, dung dịch thử, dung dịch đối chiếu.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký của dung dịch đối chiếu, độ phân giải giữa pic acid methacrylic và pic methyl methacrylat không được nhỏ hơn 2,0. Sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng không được có các pic có thời gian lưu tương ứng với acid methacrylic và methyl methacrylat

Giới hạn: Tổng hàm lượng methyl methacrylat và acid methacrylic tự do không được quá 0,1 %.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Không được quá 5,0 % (Phụ lục 9.6).

(1.000 g, 105°C, 6 h).

Tro sulfat

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

Dùng 1,000 g chế phẩm

Định lượng

Hòa tan 1,000 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 40 ml nước và 60 ml 2-propanol (TT). Vừa khuấy vừa chuẩn độ chậm bằng dung dịch natri hydroxyd 0,5 N (CĐ), dùng dung dịch phenolphthalein (TT) làm chỉ thị.

1 ml dung dịch natrihydroxyd 0,5 N (CĐ) tương đương với 43,05 mg C₄H₆O₂ (đơn vị acid methacrylic).

Bảo quản

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Công dụng

Tá được.

CÁC ĐẶC TÍNH LIÊN QUAN ĐẾN CÔNG DỤNG CỦA NGUYÊN LIỆU

Các đặc tính sau có thể liên quan đến việc sử dụng acid methacrylic và methyl methacrylat đồng trùng hợp (1:1) làm tá được bao kháng dịch vị.

Độ nhớt

Xem phần trên.

Tính chất của phim

Xem phần trên.

Độ tan của phim

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

ACID METHACRYLIC VÀ ETHYL ACRYLAT ĐỒNG TRÙNG HỢP (1:1) (DỊCH PHÂN TÁN 30 %)

Acidi methacrylic et ethylis acrylatis polymerisati 1:1 dispersio 30 per centum

Hệ phân tán trong nước của acid methacrylic và ethyl acrylat đồng trùng hợp có khối lượng phân tử tương đối trung bình khoảng 250 000. Tỷ lệ nhóm carboxylic so với nhóm ester khoảng 1:1. Có thể có chứa chất điện hoạt phù hợp như natri dodecyl sulfat và polysorbat 80.

Hàm lượng

Từ 46,0 % đến 50,6 % đơn vị acid methacrylic (tính theo khối lượng còn lại sau khi bốc hơi dung môi).

Tính chất

Chất lỏng hơi sánh, đục, màu trắng hay gần như trắng.

Trộn lẫn được với nước. Khi thêm các dung môi như aceton, ethanol tuyệt đối hay 2-propanol, tạo thành bọt và tan khi tiếp tục thêm dư dung môi. Trộn lẫn được với dung dịch natri hydroxyd 4 %.

Định tính

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

B. Chế phẩm pháp phải đáp ứng các yêu cầu về giới hạn hàm lượng.

Độ nhớt

Không được quá 15 mPa.s (Phụ lục 6.3, phương pháp III).

Xác định độ nhớt ở 20 °C sử dụng nhớt kế quay với tốc độ trượt là 50 s⁻¹.

Tính chất của phim

Nhỏ 1 ml chế phẩm lên một đĩa thủy tinh và để khô. Một lớp phim giòn, trong suốt được hình thành.

Tạp chất lạ

Lọc 100 g chế phẩm qua rây số 90 bằng thép không gỉ có khối lượng xác định. Rửa bằng nước đến khi dịch rửa trong rồi sấy khô ở 100 °C đến 105 °C. Khối lượng cặn còn lại không quá 1,00 g.

Ethyl acrylat và acid methacrylic tự do

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Pha động: *Methanol* - dung dịch đệm phosphat pH 2,0 (30: 70).

Dung dịch mẫu trắng: Trộn đều 50,0 ml *methanol* (TT) và 25,0 ml pha động.

Dung dịch thử: Hòa tan 40 mg chế phẩm trong hỗn hợp gồm 50,0 ml *methanol* (TT) và 25,0 ml pha động.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 10 mg ethyl acrylat chuẩn và 10 mg *acid methacrylic chuẩn trong methanol* (TT) rồi pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 0,1 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với *methanol* (TT) rồi trộn với 25,0 ml pha động.

Điều kiện sắc ký:

Cột thép không gỉ (10 cm x 4 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 µm).

Tốc độ dòng: 2,5 ml/min.

Detector quang phổ hấp thụ tử ngoại ở bước sóng 202 nm.

Thể tích tiêm: 50 µl.

...

...

...

Bạn phải **đăng nhập** hoặc **đăng ký** Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Tiến hành sắc ký với dung dịch mẫu trắng, dung dịch thử, dung dịch đối chiếu.

Lưu ý: Vì dung lượng văn bản quá lớn, chúng tôi xin phép chỉ đăng tải một phần nội dung bản Word. Các nội dung còn lại, vui lòng liên hệ TVPL để được cung cấp!