ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.1.2.0021

ПОЛИОЛЕФИНЫ

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Полиолефины получают полимеризацией этилена или пропилена или сополимеризацией этих веществ с содержанием не более 25 % высших гомологов (от C_4 до C_{10}), или карбоновых кислот, или эфиров. Некоторые материалы могут представлять собой смеси полиолефинов.

2. ПРОИЗВОДСТВО

В зависимости от предполагаемого применения полимеров они могут содержать добавки, оптимизирующие их обработку или их химические, физические и механические свойства. Если иное не обосновано, эти добавки выбирают из приведённого ниже перечня, в котором для каждого вещества указано максимально допустимое его содержание.

Полиолефины могут содержать не более трёх антиоксидантов, одно или несколько смазывающих или антиадгезивных веществ, а также титана диоксид в качестве добавки, придающей непрозрачность, если материал должен обеспечивать защиту от света.

– бутилгидрокситолуол (добавка 07 к полимерным материалам): не более 0,125 %;

– пентаэритритил тетракис[3-(3,5-ди-*трет*-бутил-4-гидроксифенил)пропионат] (добавка 09 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

– 1,3,5-трис(3,5-ди-*трет*-бутил-4-гидроксибензил)-*S*-триазин-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-трион (добавка 13 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

ПРОЕКТ

– октадецил-3-(3,5-ди-*трет*-бутил-4-гидроксифенил)пропионат (добавка 11 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

– этилен бис[3,3-бис[3-(1,1-диметилэтил)-4-гидроксифенил]бутаноат] (добавка 08 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

– диоктадецил дисульфид (добавка 15 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

– 2,2′,2″,6,6′,6″-гекса-*трет*-бутил-4,4′,4″-[(2,4,6-триметил-1,3,5-бензолтриил)трисметилен]трифенол (добавка 10 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

– 2,2′-бис(октадецилокси)-5,5′-спироби[1,3,2-диоксафосфинан] (добавка 14 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

– дидодецил-3,3′-тиодипропионат (добавка 16 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

– диоктадецил-3,3′-тиодипропионат (добавка 17 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

– трис[2,4-бис(1,1-диметилэтил)фенил]фосфит (добавка 12 к полимерным материалам): не более 0,3 %;

– добавка 18 к полимерным материалам: не более 0,1 %;

– сополимер диметилсукцината и (4-гидрокси-2,2,6,6-тетраметилпиперидин-1-ил)этанола (добавка 22 к полимерным материалам): не более 0,3 %.

Общее содержание перечисленных выше антиоксидантных добавок не должно превышать 0,3 %:

– гидротальцит: не более 0,5 %;

– алканамиды: не более 0,5 %;

– алкенамиды: не более 0,5 %;

– натрия алюмосиликат: не более 0,5 %;

– кремния диоксид (натуральный или синтетический, с покрытием или без покрытия): не более 0,5 %;

– натрия бензоат: не более 0,5 %;

ПРОЕКТ

– эфиры или соли жирных кислот: не более 0,5 %;

– тринатрия фосфат: не более 0,5 %;

– парафин жидкий: не более 0,5 %;

– цинка оксид: не более 0,5 %;

– тальк: не более 0,5 %;

– магния оксид: не более 0,2 %;

– кальция стеарат, или цинка стеарат, или их смесь: не более 0,5 %;

– титана диоксид: не более 4 %.

Качественный и количественный состав каждой производственной партии (*ОФС «Полимерные первичные упаковки и укупорочные средства для фармацевтического применения»*) должен соответствовать качественному и количественному составу типового образца.

3. СВОЙСТВА

***Описание*:** порошок, шарики или гранулы.

Размягчаются при температуре от 65 °С до 165 °С. При сжигании пламя окрашивается в синий цвет.

***Растворимость*:** практически нерастворимы в воде, растворимы в горячих ароматических углеводородах, практически нерастворимы в этаноле безводном, гексане и метаноле.

4. ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Образцы испытуемого материала должны иметь максимальный размер стороны 1 см.

А. **ИК-спектрометрия** (*ОФС «Спектрометрия в инфракрасной области»*).

Испытуемый образец: к 0,25 г испытуемого материала прибавляют 10 мл *толуола Р* и кипятят с обратным холодильником около 15 мин. Несколько капель полученного раствора помещают на пластинку натрия

ПРОЕКТ

хлорида или на диск с *калия бромидом Р* и выпаривают растворитель в сушильном шкафу при температуре 80 °С.

Альтернативно, спектр может быть записан непосредственно или на прессованных при нагревании плёнках в режиме нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО).

Полученный спектр должен соответствовать спектру материала типового образца полиолефина.

Б. Испытуемый материал должен выдерживать дополнительные испытания, соответствующие присутствующим добавкам (см. раздел *Испытания*).

В. (*Выполняется только для непрозрачного материала*). Около 20 мг испытуемого материала смешивают в платиновом тигле с 1 г *калия гидросульфата Р* и нагревают до полного расплавления (температурный интервал от 500 °С до 700 °С). Охлаждают и прибавляют 20 мл *серной кислоты разбавленной Р*. Осторожно нагревают. Фильтруют полученный раствор. К полученному фильтрату прибавляют 1 мл *фосфорной кислоты Р* и 1 мл *водорода пероксида раствора концентрированного Р*. Если материал содержит титана диоксид, должна появиться оранжево-жёлтая окраска.

5. ИСПЫТАНИЯ

Образцы испытуемого материала должны иметь максимальный размер стороны 1 см.

Раствор S1. 25 г испытуемого материала помещают в колбу из боросиликатного стекла с притёртой пробкой. Прибавляют 500 мл *воды Р* и кипятят с обратным холодильником в течение 5 ч. Раствор охлаждают и декантируют. Часть раствора сохраняют для проведения испытаний на прозрачность и цветность, а оставшийся раствор фильтруют через стеклянный фильтр (ПОР 16) (*ОФС «Пористость стеклянных фильтров»*). Раствор используют в течение 4 ч после приготовления.

ПРОЕКТ

Раствор S2. 2,0 г испытуемого материала помещают в коническую колбу из боросиликатного стекла с притёртой пробкой. Прибавляют 80 мл *толуола Р* и кипятят с обратным холодильником при постоянном перемешивании в течение 90 мин. Охлаждают до температуры 60 ºС и прибавляют 120 мл *метанола Р* при постоянном перемешивании. Раствор фильтруют через стеклянный фильтр (ПОР 16) (*ОФС «Пористость стеклянных фильтров»*). Колбу и фильтр промывают 25 мл смеси *толуол Р – метанол Р* (40:60 *об/об*), прибавляют смывы к фильтрату и доводят объём полученного раствора той же смесью растворителей до 250 мл. Параллельно готовят контрольный раствор.

Раствор S3. 100 г испытуемого материала помещают в коническую колбу из боросиликатного стекла с притёртой пробкой. Прибавляют 250 мл раствора 10,3 г/л *хлороводородной кислоты Р* и кипятят с обратным холодильником при постоянном перемешивании в течение 1 ч. Раствор охлаждают и декантируют.

Прозрачность раствора (*ОФС «Прозрачность и степень опалесценции (мутности) жидкостей»*). Раствор S1 должен быть прозрачным.

Цветность раствора (*ОФС «Степень окраски жидкостей», метод II*). Раствор S1 должен быть бесцветным.

Кислотность или щёлочность. К 100 мл раствора S1 прибавляют 0,15 мл *БКФ (BRP) индикатора раствора Р*. Окраска индикатора должна изменяться на синюю при прибавлении не более 1,5 мл *0,01 М раствора натрия гидроксида*. К 100 мл раствора S1 прибавляют 0,2 мл *метилового оранжевого раствора Р*. Окраска индикатора должна изменяться от жёлтой до оранжевой при прибавлении не более 1,0 мл *0,01 М раствора хлороводородной кислоты*.

Оптическая плотность (*ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»*). Оптическая плотность раствора

ПРОЕКТ

S1, измеренная в области длин волн от 220 нм до 340 нм, должна быть не более 0,2.

Восстанавливающие вещества. К 20,0 мл раствора S1 прибавляют 1 мл *серной кислоты разбавленной Р* и 20,0 мл *0,002 М раствора калия перманганата*. Кипятят с обратным холодильником в течение 3 мин и сразу охлаждают. Прибавляют 1 г *калия йодида Р* и немедленно титруют *0,01 М раствором натрия тиосульфата*, используя в качестве индикатора 0,25 мл *крахмала раствора Р*. Параллельно проводят контрольный опыт. Разность между объёмами титранта не должна превышать 3,0 мл.

Экстрагируемый алюминий (*ОФС «Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой»*). Не более 1 ppm.

Испытуемый раствор. Раствор S3.

Растворы сравнения. Готовят разведением *алюминия стандартного раствора (200 ppm Al) Р* раствором 10,3 г/л *хлороводородной кислоты Р*.

Длина волны: измеряют интенсивность эмиссии алюминия при длине волны 396,15 нм, проводя коррекцию спектрального фона при длине волны 396,25 нм.

Проверяют отсутствие алюминия в используемой хлороводородной кислоте.

Экстрагируемый титан (*не для полиолефинов, содержащих титана диоксид*) (*ОФС «Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой»*). Не более 1 ppm.

Испытуемый раствор. Раствор S3.

Растворы сравнения. Готовят разведением *титана стандартного раствора (100 ppm Ti) Р* раствором 10,3 г/л *хлороводородной кислоты Р*.

Длина волны: измеряют интенсивность эмиссии титана при длине волны 336,12 нм, проводя коррекцию спектрального фона при длине волны 336,16 нм.

Проверяют отсутствие титана в используемой хлороводородной кислоте.

ПРОЕКТ

Экстрагируемый цинк (*ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»*, метод 1). Не более 1 ppm.

Испытуемый раствор. Раствор S3.

Растворы сравнения. Готовят разведением *цинка стандартного раствора (10 ppm Zn) Р* раствором 10,3 г/л *хлороводородной кислоты Р*.

Условия определения:

− *источник*: лампа с полым катодом для определения цинка;

− *длина волны*: 213,9 нм;

− *атомизатор*: воздушно-ацетиленовое пламя.

Проверяют отсутствие цинка в используемой хлороводородной кислоте.

Экстрагируемый тяжёлые металлы (*ОФС «Тяжёлые металлы», метод 4*). Не более 2,5 ppm.

50 мл раствора S3 упаривают до 5 мл на водяной бане и доводят объём *водой Р* до 20,0 мл. 12 мл полученного раствора должны выдерживать испытание на тяжёлые металлы. Раствор сравнения готовят, используя 2,5 мл *свинца стандартного раствора (10 ppm Pb) Р*.

Сульфатная зола (*ОФС «Сульфатная зола»*). Не более 1,0 %.

Определение проводят с использованием 5,0 г испытуемого материала. Указанный допустимый предел не распространяется на материал, содержащий в качестве добавки титана диоксид, который придаёт непрозрачность материалу.

6. ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ

Данные испытания следует проводить полностью или частично только в тех случаях, когда этого требует указанный состав или область использования материала.

Фенольные антиоксиданты. Жидкостная хроматография (*ОФС «Жидкостная хроматография»*).

ПРОЕКТ

Смесь растворителей: *ацетонитрил Р – тетрагидрофуран Р* (50:50 *об/об*).

Испытуемый раствор S21. 50 мл раствора S2 выпаривают досуха в вакууме при температуре 45 °С. Остаток растворяют в 5,0 мл смеси растворителей. Контрольный раствор готовят из контрольного раствора, соответствующего раствору S2.

Испытуемый раствор S22. 50 мл раствора S2 выпаривают досуха в вакууме при температуре 45 °С. Остаток растворяют в 5,0 мл смеси равных объёмов *ацетонитрила Р* и раствора 10 г/л *трет-бутилгидропероксида Р* в *тетрагидрофуране Р*. Закрывают колбу и оставляют на 1 ч. Готовят контрольный раствор, используя контрольный раствор, приготовленный для раствора S2.

Из приведённых ниже растворов сравнения готовят только те, которые необходимы для анализа фенольных антиоксидантов, входящих в состав испытуемого материала.

Раствор сравнения (а). 25,0 мг фармакопейного стандартного образца *бутилгидрокситолуола* (добавка 07 к полимерным материалам) и 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 08 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (б). 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 09 к полимерным материалам* и 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 10 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (в). *Раствор готовят непосредственно перед использованием*. 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 11 к полимерным материалам* и 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 12 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси

ПРОЕКТ

растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (г). 25,0 мг фармакопейного стандартного образца *бутилгидрокситолуола* (добавка 07 к полимерным материалам) растворяют в 10,0 мл смеси растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (д). 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 08 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (е). 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 13 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (ж). 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 09 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (з). 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 10 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (и). 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 11 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

Раствор сравнения (к). Раствор готовят непосредственно перед использованием. 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 12 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси растворителей. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

ПРОЕКТ

Раствор сравнения (л). 20,0 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 18 к полимерным материалам* растворяют в 10,0 мл смеси равных объёмов *ацетонитрила Р* и раствора 10 г/л *трет-бутилгидропероксида Р* в *тетрагидрофуране Р*. Оставляют в закрытом контейнере на 1 ч. 2,0 мл полученного раствора доводят смесью растворителей до объёма 50,0 мл.

А. Испытание проводят, если испытуемый материал содержит добавку 07 к полимерным материалам и/или добавку 08 к полимерным материалам.

Условия хроматографирования:

– *колонка*: длиной 0,25 м и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная *силикагелем для хроматографии, октадецилсилильным Р* с размером частиц 5 мкм;

– *подвижная фаза*: *вода для хроматографии Р – ацетонитрил Р* (30:70 *об/об*);

– *скорость потока*: 2 мл/мин;

– *детектор*: спектрофотометрический, длина волны 280 нм;

– *объём вводимой пробы*: по 20 мкл испытуемого раствора S21, соответствующего контрольного раствора, раствора сравнения (а) и либо раствора сравнения (г) или (д), либо растворов сравнения (г) и (д);

– *время хроматографирования*: 30 мин.

Пригодность хроматографической системы:

– *разрешение*: не менее 5,0 между пиками добавки 07 к полимерным материалам и добавки 08 к полимерным материалам на хроматограмме раствора сравнения (а).

На хроматограмме испытуемого раствора S21 обнаруживаются только пики, соответствующие антиоксидантам, указанным в составе, и второстепенные пики, которые также появляются на хроматограмме контрольного раствора.

Расчёт содержания в процентах:

ПРОЕКТ

− для добавок 07 и/или 08 к полимерным материалам используют концентрацию соответствующего фармакопейного стандартного образца вещества в растворах сравнения (г) и/или (д).

Пределы содержания:

− *добавка 07 к полимерным материалам*: не более 0,125 %;

− *добавка 08 к полимерным материалам*: не более 0,3 %.

Б. Если испытуемый материал содержит один или более следующих антиоксидантов:

– добавка 09 к полимерным материалам;

– добавка 10 к полимерным материалам;

– добавка 11 к полимерным материалам;

– добавка 12 к полимерным материалам;

– добавка 13 к полимерным материалам;

хроматографирование проводят в вышеописанных условиях со следующими изменениями:

– *подвижная фаза: вода для хроматографии Р – тетрагидрофуран Р – ацетонитрил Р* (10:30:60 *об/об*);

– *скорость потока*: 1,5 мл/мин;

− *объём вводимой пробы*: по 20 мкл испытуемого раствора S21, соответствующего контрольного раствора, раствора сравнения (б), раствора сравнения (в) и растворов сравнения антиоксидантов из вышеприведённого списка, входящих в состав испытуемого материала.

Пригодность хроматографической системы:

− *разрешение*: не менее 2,0 между пиками добавки 09 к полимерным материалам и добавки 10 к полимерным материалам на хроматограмме раствора сравнения (б); не менее 2,0 между пиками добавки 11 к полимерным материалам и добавки 12 к полимерным материалам на хроматограмме раствора сравнения (в).

На хроматограмме испытуемого раствора S21 обнаруживаются только пики, соответствующие антиоксидантам, указанным в составе, и

ПРОЕКТ

второстепенные пики, которые также появляются на хроматограмме контрольного раствора.

Расчёт содержания в процентах:

− для добавок 09, 10, 11, 12 и/или 13 к полимерным материалам используют концентрацию соответствующего фармакопейного стандартного образца вещества в растворах сравнения (ж), (з), (и), (к) и/или (е).

Пределы содержания:

− *добавка 09 к полимерным материалам*: не более 0,3 %;

− *добавка 10 к полимерным материалам*: не более 0,3 %;

− *добавка 11 к полимерным материалам*: не более 0,3 %;

− *добавка 12 к полимерным материалам*: не более 0,3 %;

− *добавка 13 к полимерным материалам*: не более 0,3 %.

В. Если испытуемый материал содержит добавку 18 к полимерным материалам, хроматографирование проводят в условиях, описанных для добавок 07 и/или 08 к полимерным материалам, со следующими изменениями:

− *подвижная фаза*: *тетрагидрофуран Р – ацетонитрил Р* (20:80 *об/об*);

− *скорость потока*: 1,5 мл/мин;

− *детектор*: спектрофотометрический, длина волны 270 нм;

− *объём вводимой пробы*: по 20 мкл испытуемого раствора S22, соответствующего контрольного раствора и раствора сравнения (л).

Идентификация пиков: используют хроматограмму, прилагаемую к фармакопейному стандартному образцу *добавки 18 к полимерным материалам*, и хроматограмму раствора сравнения (л) для идентификации пиков добавки 18 к полимерным материалам.

Время удерживания двух основных пиков добавки 18 к полимерным материалам: около 3,3 мин и около 6,6 мин.

Хроматограмма, полученная с помощью испытуемого раствора S22, имеет два основных пика добавки 18 к полимерным материалам. Сумма

ПРОЕКТ

площадей этих пиков должна составлять не менее 50 % от суммы площадей всех пиков добавки 18 к полимерным материалам.

Пригодность хроматографической системы:

– *разрешение*: не менее 6,0 между двумя основными пиками на хроматограмме раствора сравнения (л).

На хроматограмме испытуемого раствора S22 обнаруживаются только пики, соответствующие антиоксидантам, указанным в составе, и второстепенные пики, которые также появляются на хроматограмме контрольного раствора.

Расчёт содержания в процентах:

− суммируют площади всех пиков, соответствующих добавке 18 к полимерным материалам, элюируемых между 2,0 мин и 9,5 мин; используют концентрацию фармакопейного стандартного образца *добавки 18 к полимерным материалам* в растворе сравнения (л).

Предел содержания:

− *сумма площадей пиков добавки 18 к полимерным материалам*: не более 0,1 %; не учитывают пики с площадью менее 0,3 % от общей площади.

Нефенольные антиоксиданты. Тонкослойная хроматография (*ОФС «Тонкослойная хроматография»*).

Испытуемый раствор S23. 100 мл раствора S2 выпаривают досуха в вакууме при температуре 45 °С. Остаток растворяют в 2 мл *метиленхлорида подкислённого Р.*

Раствор сравнения (м). 60 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 14 к полимерным материалам* растворяют в 10 мл *метиленхлорида Р*. 2 мл полученного раствора доводят *метиленхлоридом подкислённым Р* до объёма 10 мл.

Раствор сравнения (н). 60 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 15 к полимерным материалам* растворяют в 10 мл *метиленхлорида Р.* 2 мл полученного раствора доводят *метиленхлоридом подкислённым Р* до объёма 10 мл.

ПРОЕКТ

Раствор сравнения (о). 60 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 16 к полимерным материалам* растворяют в 10 мл *метиленхлорида Р*. 2 мл полученного раствора доводят *метиленхлоридом подкислённым Р* до объема 10 мл.

Раствор сравнения (п). 60 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 17 к полимерным материалам* растворяют в 10 мл *метиленхлорида Р*. 2 мл полученного раствора доводят *метиленхлоридом подкислённым Р* до объёма 10 мл.

Раствор сравнения (р). 60 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 16 к полимерным материалам* и 60 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 17 к полимерным материалам* растворяют в 10 мл *метиленхлорида Р*. 2 мл полученного раствора доводят *метиленхлоридом подкислённым Р* до объёма 10 мл.

Условия хроматографирования:

− *ТСХ пластинка со слоем силикагеля* F_{254} *Р*;

− *подвижная фаза А*: *гексан Р*;

− *подвижная фаза Б*: *метиленхлорид Р*;

− *объём наносимой пробы*: по 20 мкл испытуемого раствора S23, раствора сравнения (р) и растворов сравнения, которые соответствуют всем фенольным и нефенольным антиоксидантам, входящим в состав типового образца испытуемого материала;

− *пробег фронта подвижной фазы А*: более 18 см с использованием подвижной фазы А;

− *высушивание А*: на воздухе;

− *пробег фронта подвижной фазы Б*: более 17 см с использованием подвижной фазы Б;

− *высушивание Б*: на воздухе;

− *детектирование*: просматривают в ультрафиолетовом свете при длине волны 254 нм, опрыскивают *йода раствором спиртовым Р* и

ПРОЕКТ

просматривают в ультрафиолетовом свете при длине волны 254 нм через 10–15 мин.

Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения (р)):

– должны обнаруживаться две чётко разделённые зоны адсорбции.

Предел содержания:

− любые зоны адсорбции на хроматограмме испытуемого раствора S23 не должны быть интенсивнее зон адсорбции, соответствующих им по положению на хроматограммах растворов сравнения.

Добавка 22 к полимерным материалам. Жидкостная хроматография (*ОФС «Жидкостная хроматография»*).

Испытуемый раствор. 25 мл раствора S2 выпаривают досуха в вакууме при температуре 45 ºС. Остаток растворяют в 10 мл *толуола Р* и 10 мл раствора 10 г/л *тетрабутиламмония гидроксида Р* в смеси *толуол Р – этанол безводный Р* (35:65 *об/об*). Кипятят с обратным холодильником в течение 3 ч. Охлаждают и при необходимости фильтруют.

Раствор сравнения. 30 мг фармакопейного стандартного образца *добавки 22 к полимерным материалам* растворяют в 50 мл *толуола Р*. 1 мл полученного раствора прибавляют к 25 мл контрольного раствора S2 и выпаривают досуха в вакууме при температуре 45 ºС. Остаток растворяют в 10 мл *толуола Р* и 10 мл раствора 10 г/л *тетрабутиламмония гидроксида Р* в смеси *толуол Р – этанол безводный Р* (35:65 *об/об*). Кипятят с обратным холодильником в течение 3 ч. Охлаждают и при необходимости фильтруют.

Условия хроматографирования:

− *колонка*: длиной 0,25 м и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная *силикагелем для хроматографии, аминопропилсилильным Р* с размером частиц 5 мкм;

− *подвижная фаза*: *этанол безводный Р – гексан Р* (11:89 *об/об*);

− *скорость потока*: 2 мл/мин;

− *детектор*: спектрофотометрический, длина волны 227 нм;

− *объём вводимой пробы*: 20 мкл;

ПРОЕКТ

− *время хроматографирования*: 10 мин.

Пригодность хроматографической системы:

− *разрешение*: не менее 7 между пиками «диольного» компонента и растворителя на хроматограмме раствора сравнения.

Предел содержания: на хроматограмме испытуемого раствора площадь пика «диольного» компонента в добавке 22 к полимерным материалам должна быть менее площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения.

Амиды и стеараты. Тонкослойная хроматография (*ОФС «Тонкослойная хроматография»*).

Испытуемый раствор. Используют испытуемый раствор S23, приготовленный в соответствии с указаниями в испытании на нефенольные антиоксиданты.

Раствор сравнения (c). 20 мг фармакопейного стандартного образца *стеариновой кислоты* (добавка 19 к полимерным материалам) растворяют в 10 мл *метиленхлорида Р*.

Раствор сравнения (m). 40 мг олеамида (фармакопейный стандартный образец *добавки 20 к полимерным материалам*) растворяют в 20 мл *метиленхлорида Р*.

Раствор сравнения (y). 40 мг эрукамида (фармакопейный стандартный образец *добавки 21 к полимерным материалам*) растворяют в 20 мл *метиленхлорида Р*.

Условия хроматографирования:

− *ТСХ пластинка со слоем силикагеля* F_{254} *Р* (две пластинки);

А.

– *подвижная фаза*: *этанол безводный Р – триметилпентан Р* (25:75 *об/об*);

− *объём наносимой пробы*: по 10 мкл испытуемого раствора S23 и раствора сравнения (c);

− *пробег фронта подвижной фазы*: более 10 см;

ПРОЕКТ

− *высушивание*: на воздухе;

− *детектирование*: опрыскивают раствором 2 г/л *дихлорфенолиндофенола натриевой соли Р* в *этаноле безводном Р* и нагревают в сушильном шкафу при температуре 120 °С в течение нескольких минут для усиления интенсивности зон адсорбции.

Предел содержания: на хроматограмме испытуемого раствора S23 должна обнаруживаться зона адсорбции, соответствующая добавке 19 к полимерным материалам, на уровне зоны адсорбции на хроматограмме раствора сравнения (с) (R_F около 0,5), но не превышать её по интенсивности.

Б.

– *подвижная фаза А*: *гексан Р*;

− *подвижная фаза Б*: *метанол Р – метиленхлорид Р* (5:95 *об/об*);

− *объём наносимой пробы*: по 10 мкл испытуемого раствора S23 и растворов сравнения (т) и (у);

− *пробег фронта подвижной фазы А*: более 13 см с использованием подвижной фазы А;

− *высушивание А*: на воздухе;

− *пробег фронта подвижной фазы Б*: более 10 см с использованием подвижной фазы Б;

− *высушивание Б*: на воздухе;

− *детектирование*: опрыскивают раствором 40 г/л *фосфорномолибденовой кислоты Р* в *этаноле безводном Р*. Нагревают в сушильном шкафу при температуре 120 °С до появления зон адсорбции.

Предел содержания: на хроматограмме испытуемого раствора S23 должны обнаруживаться зоны адсорбции, соответствующие добавке 20 к полимерным материалам или добавке 21 к полимерным материалам, на уровне соответствующих зон адсорбции на хроматограммах растворов сравнения (т) и (у) (R_F около 0,2), но не превышать их по интенсивности.

ПРОЕКТ

Примечание: перечень добавок к полимерным материалам указан в ОФС «Добавки к полимерным материалам».

ПРОЕКТ