ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

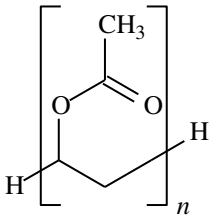
ФС.0.0.0000

Вводится впервые

ПОЛИВИНИЛАЦЕТАТ

Poly(vinylis acetas)

Poly(vinyl acetate)



ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Поливинилацетат представляет собой термопластичный полимер, получаемый полимеризацией винилацетата с использованием подходящего инициатора, без растворителя либо в присутствии воды или 2-пропанола. В полимерной цепи подавляющее большинство ацетатных групп связано с несоседними атомами углерода.

Индекс *n* составляет около 100–17000. Относительная молекулярная масса находится в пределах от 10000 до 1500000. Вязкость составляет от 4 мПа·с до 250 мПа·с. Эфирное число, характеризующее степень гидролиза, составляет от 615 до 675.

СВОЙСТВА

***Описание*:** белый или почти белый порошок или бесцветные гранулы или шарики, гигроскопичны.

***Растворимость*:** практически нерастворима в воде, легко растворима в этилацетате, растворима в этаноле (96 %).

Набухает в воде.

Размягчается при температурах выше 40–50 °С.

ПРОЕКТ

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

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

Испытуемый образец: диски, приготовленные следующим образом: около 200 мг испытуемого образца растворяют в 5 мл *ацетона Р*, 100 мкл полученного раствора помещают на диск из *калия бромида Р* и высушивают до испарения растворителя. В качестве альтернативы спектр может быть зарегистрирован непосредственно методом нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО).

Образец сравнения: фармакопейный стандартный образец *поли(винилацетата).*

Б. Вязкость (см. раздел *Испытания*).

В. Омыляют (*ОФС «Число омыления»*) 0,500 г испытуемого образца в смеси 25,0 мл *0,5 М раствора калия гидроксида спиртового Р* и 25,0 мл *воды Р*. 0,15 мл полученного раствора должны давать реакцию Б на ацетаты (*ОФС «Качественные реакции для идентификации»*).

ИСПЫТАНИЯ

Раствор S. 50,0 г испытуемого образца суспендируют в 100 мл *этилацетата Р* в колбе из боросиликатного стекла с притёртой пробкой. Нагревают с обратным холодильником при постоянном перемешивании в течение 30 мин. Охлаждают. Фильтруют через стеклянный пористый фильтр (ПОР 16) (*ОФС «Пористость стеклянных фильтров»*), промывают остаток 50,0 мл *этилацетата Р*, количественно переносят фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят объём раствора *этилацетатом Р* до метки.

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

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

ПРОЕКТ

Вязкость (*ОФС «Методы вискозиметрии с падающим шариком и автоматически катящимся шариком», метод А*). От 85 % до 115 % от значения, указанного на маркировке.

Определяют вязкость сразу после приготовления раствора S с помощью вискозиметра с падающим шариком при температуре от 19,9 °С до 20,1 °С.

Кислотное число (*ОФС «Кислотное число»*). Не более 2,0.

Определение проводят с использованием 5,0 г испытуемого образца, растворённого в 50 мл *этанола (96 %) Р* при взбалтывании в течение трёх часов.

Эфирное число (*ОФС «Эфирное число»*). От 615 до 675.

Омыляют (*ОФС «Число омыления»*) 0,500 г испытуемого образца в смеси 25,0 мл *0,5 М раствора калия гидроксида спиртового Р* и 25,0 мл *воды Р*.

Остаточные пероксиды. Не более 100 ppm в пересчёте на водорода пероксид.

0,85 г испытуемого образца помещают в колбу из боросиликатного стекла с притёртой пробкой. Прибавляют 10 мл *этилацетата Р* и нагревают с обратным холодильником при постоянном перемешивании. Охлаждают. Вытесняют воздух в колбе *азотом, свободным от кислорода, Р* и прибавляют раствор 1 мл *уксусной кислоты ледяной Р* и 0,5 г *натрия йодида Р* в 40 мл *воды Р*. Тщательно взбалтывают и выдерживают в защищённом от света месте в течение 20 мин. Титруют *0,005 М раствором натрия тиосульфата* до исчезновения жёлтой окраски. Параллельно проводят контрольный опыт. Разница между объёмами титранта не должна превышать 1,0 мл.

Винилацетат. Газовая хроматография (*ОФС «Газовая хроматография»*).

Испытуемый раствор (а). 0,200 г испытуемого образца помещают во флакон вместимостью 20 мл и прибавляют 1,0 мл *диметилформамида Р*.

ПРОЕКТ

Плотно закрывают флакон пробкой. Взбалтывают, избегая контакта между пробкой и жидкостью.

Испытуемый раствор (б). 0,200 г испытуемого образца помещают во флакон вместимостью 20 мл и прибавляют 1,0 мл раствора сравнения. Плотно закрывают флакон пробкой. Взбалтывают, избегая контакта между пробкой и жидкостью.

Раствор сравнения. 15,0 мл *диметилформамида Р* помещают во флакон вместимостью 20 мл, прибавляют 45 мкл *винилацетата Р* и 50 мкл *бутаналя Р* и доводят объём раствора *диметилформамидом Р* до метки. 1,0 мл полученного раствора доводят *диметилформамидом Р* до объёма 10,0 мл.

Условия хроматографирования:

– *колонка*: из плавленого кварца длиной 25 м и внутренним диаметром 0,32 мм, покрытая слоем *винил(1)фенил(5)метил(94)полисилоксана Р* толщиной 0,32 мкм;

– *газ-носитель*: *азот для хроматографии Р*;

– *скорость потока*: 20 мл/мин;

– *допускается использование условий статической парофазной хроматографии:*

– *температура уравновешивания*: 60 °С;

– *время уравновешивания*: 20 мин;

– *температура линии передачи*: 120 °С;

– *газ-носитель*: *азот для хроматографии Р*;

– *температура:*

– *колонки*: 155 °С;

– *порт ввода*: 120 °С;

– *детектора*: 180 °С;

– *детектор*: пламенно-ионизационный;

– *объём вводимой пробы*: 1,6 мл газовой фазы испытуемых растворов (а) и (б).

ПРОЕКТ

Пригодность хроматографической системы (испытуемый раствор (б)):

– *разрешение*: не менее 2,0 между пиками винилацетата и бутаналя;

– *отношение сигнал/шум*: не менее 5 для пика винилацетата.

Содержание винилацетата в процентах рассчитывают с помощью следующего выражения:

$$\frac{V \cdot S_1 \cdot 0{,}931}{(m_1 S_2 - m_2 S_1) \cdot 2000},$$

где: S_1 – площадь (или высота) пика винилацетата на хроматограмме испытуемого раствора (а);

S_2 – площадь (или высота) пика винилацетата на хроматограмме испытуемого раствора (б);

m_1 – навеска испытуемого образца для приготовления испытуемого раствора (а), г;

m_2 – навеска испытуемого образца для приготовления испытуемого раствора (б), г;

$0{,}931$ – плотность винилацетата, г/мл;

V – объём винилацетата, взятый для приготовления раствора сравнения, мкл.

Предел содержания:

– *винилацетат*: не более 0,3 %.

Потеря в массе при высушивании (*ОФС «Потеря в массе при высушивании»*). Не более 1,0 %.

1,000 г испытуемого образца высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С.

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

Определение проводят с использованием 1,0 г испытуемого образца.

ХРАНЕНИЕ

В герметично укупоренной упаковке.

ПРОЕКТ

ИНФОРМАЦИЯ О МАРКИРОВКЕ

Указывают:

– номинальную относительную молекулярную массу;

– вязкость.

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Испытания проводят, если поли(винилацетат) применяется в качестве вспомогательного вещества в лекарственных формах с пролонгированным высвобождением или в качестве плёнкообразователя.

Вязкость (см. раздел *Испытания*).

Растворимость плёнки. 3 мл раствора S помещают на стеклянную пластинку и высушивают. Полученную плёнку помещают в 50 мл *фосфатного буферного раствора pH 6,8 P* при непрерывном перемешивании. Плёнка не должна растворяться в течение 30 мин.

ПРОЕКТ