

Nếu các giá trị thu được thấp hơn các giá trị trên thì báo cáo kết quả nhỏ hơn 0,01 mg/L (ppm) tương ứng với nhỏ hơn 0,025 µg/g. Các chỉ tiêu chấp nhận bổ sung cho mỗi kim loại sẽ được thiết lập sau.

17.9.9 POLY(VINYL CLORID) HÓA DÈO DÙNG ĐỂ SẢN XUẤT ĐỒ ĐỰNG DUNG DỊCH TIÊM TRUYỀN

Nguyên liệu thuộc loại poly(vinyl clorid) (PVC) hóa dẻo 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 để sản xuất đồ đựng dung dịch tiêm truyền được quy định rõ ràng về bản chất và tỷ lệ các chất đã dùng trong chế tạo.

Chế tạo

Nguyên liệu thuộc loại poly(vinyl clorid) hóa dẻo được chế tạo bằng phương pháp polymer hóa, đảm bảo dư lượng vinyl clorid phải ít hơn 1 phần triệu.

Vinyl clorid

Không được quá 1 phần triệu.

Phương pháp sắc ký khí tiêm pha hơi (head-space) (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 thu được 1000 lần bằng dimethylacetamid (TT).

Dung dịch thử: Cho 1,000 g nguyên liệu cần kiểm tra 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 nắp lọ. Đặt lọ vào trong cách thủy ở (60 ± 1) °C trong 2 h.

Dung dịch gốc vinyl clorid: Chuẩn bị trong tủ hút. Cho 50,0 ml dimethylacetamid (TT) vào lọ hoặc bình thủy tinh dung tích 50 ml. Đậy kín và kẹp nắp lọ chắc chắn, cân với độ chính xác tới 0,1 mg. Dùng bơm tiêm polyetylen 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: Hỗn hợp gồm 3 thể tích dimethylacetamid (TT) và 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. Dung dịch trong 6 lọ 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 ± 1) °C trong 2 h.

Điều kiện sắc ký:

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

Khí mang: Nitrogen dùng cho sắc ký khí (TT).

Tốc độ dòng: 30 ml/min.

Detector ion hóa ngọn lửa.

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

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

Tính hàm lượng vinyl clorid theo đường chuẩn.

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'-diacylethylendiamin (phụ gia chất dẻo 03).

Không được quá 10 % của một trong các loại dầu epoxy hóa dưới đây hoặc 10 % hỗn hợp 2 dầu này:

– 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.

Xanh Ultramarin (phụ gia chất dẻo 06) được phép thêm vào nguyên liệu để tạo màu. Nếu sử dụng chất tạo màu khác, phải chứng được tính an toàn của nguyên liệu đáp ứng yêu cầu của cơ quan quản lý.

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

Tính chất

Nguyên liệu dưới dạng bột, hạt cốm không màu hoặc hơi xanh dương hoặc vàng nhạt, hoặc đã được chế tạo thành các đồ đựng hay các phiến trong mờ, có độ dày khác nhau, 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.

Lấy 2,0 g nguyên liệu cần kiểm tra, thêm 200 ml ether không có peroxyd (TT), đun nóng dưới ống sinh hàn hồi lưu trong 8 h. Lọc để tách riêng cần (cần B) và dung dịch (dung dịch A).

Bốc hơi dung dịch A đến khô dưới áp suất giảm trong cách thủy ở 30 °C. Hòa tan cần trong 10 ml toluen (TT) (dung dịch A1). Hòa tan cần B trong 60 ml ethylen clorid (TT), đun nóng trên cách thủy dưới ống sinh hàn hồi lưu. Lọc. Vừa thêm vừa lắc mạnh từng giọt dung dịch thu được vào 600 ml heptan (TT) đã đun nóng đến gần sôi. Lọc nóng để tách khỏi đông đặc (khối B₁) và dung dịch hữu cơ. Để nguội, tách tủa tạo thành (tủa B₂) bằng cách lọc qua phễu thủy tinh xốp có đường kính lỗ xốp từ 10 - 16 µm đã cân bì trước.

A. Hòa tan khối B₁ trong 30 ml tetrahydrofuran (TT), vừa lắc vừa thêm dần dần 40 ml ethanol (TT). Lọc để tách tủa (tủa B₃), làm khô trong chân không với diphosphor pentoxyd (TT) ở nhiệt độ không quá 50 °C. Hòa tan vài miligam 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. Phô hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) thu được phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của poly(vinyl clorid) chuẩn.

B. Đáp ứng yêu cầu phép thử Phụ gia chất dẻo 01 (Xem mục Các phép thử).

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 nguyên liệu cần kiểm tra 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 (TT). Đun nóng nhẹ. Để nguội và thêm 1 ml dung dịch hydrogen peroxyd đậm đặc (TT); bốc hơi và thêm tiếp dung dịch hydrogen peroxyd đậm đặc (TT), 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 nguyên liệu cần kiểm tra vào một bình thủy tinh borosilicat. Thêm 500 ml nước và đậy bình bằng một 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 cần 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.

Các chất khử: Tiến hành phép thử với dung dịch S2 trong vòng 4 h sau khi chuẩn bị. Thêm 1 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TT) và 20,0 ml dung dịch kali permanganat 0,01 N (CĐ) vào 20 ml dung dịch S2. Đun sôi hồi lưu trong 3 min và làm nguội nhanh. Thêm 1 g kali iodid (TT) và 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. Tiến hành chuẩn độ mẫu trắng trong cùng điều kiện, dùng 20 ml nước thay cho dung dịch S2. Chênh lệch thể tích giữa hai lần chuẩn độ mẫu trắng và mẫu thử không quá 2,0 ml.

Các amin thơm bậc 1

Không được quá 20 phần triệu.

Lấy 2,5 ml dung dịch A1 thu được khi định tính, thêm 6 ml nước và 4 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT). Lắc mạnh, để tách lớp, và bỏ lớp trên. Lấy lớp nước, thêm 0,4 ml dung dịch natri nitrit 1 % (TT) mới pha. Trộn và để yên trong 1 min. Thêm 0,8 ml dung dịch amoni sulfamat (TT) 2,5 %, để yên trong 1 min và thêm 2 ml dung dịch N-(1-naphthyl) ethylendiamin dihydrochlorid 0,5 % (TT). Sau 30 min, màu của dung dịch tạo thành không được đậm hơn màu của dung dịch chuẩn được chuẩn bị tương tự, nhưng thay lớp nước bằng hỗn hợp gồm 1 ml dung dịch naphthylamin (TT) 0,001 % 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

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2) kết nối khối phổ.

Dung dịch chuẩn nội S₃: Dung dịch di-n-octyl phthalat (TT) 0,1 % trong tetrahydrofuran dùng cho sắc ký (TT).

Dung dịch chuẩn nội S₄: Dung dịch chứa 5 µg/ml di-n-octyl phthalat (TT) trong ethanol (TT).

Dung dịch thử: Cắt 0,2 g nguyên liệu cần kiểm tra thành các mảnh có kích thước mỗi cạnh khoảng 0,5 cm. Hòa tan nguyên liệu vào 12,5 ml dung dịch chuẩn nội S₃, dùng khuấy từ bằng polytetrafluoroethylen. Nguyên liệu sẽ tan hoàn toàn sau 20 min đến 30 min. Thêm từng giọt 37,5 ml ethanol (TT), poly(vinyl clorid) sẽ tủa dưới dạng bột trắng. Ly tâm và pha loãng 1,0 ml dịch trong phía trên thành 50,0 ml bằng ethanol (TT). Nồng độ của chuẩn nội trong dung dịch thử là 5 µg/ml.

Dung dịch chuẩn gốc: Hòa tan 20,0 mg phụ gia chất dẻo

01 chuẩn trong dung dịch chuẩn nội S₄ và pha loãng thành 20,0 ml bằng dung dịch chuẩn nội S₄. Dung dịch chuẩn gốc có thể dùng trong vòng 2 tuần khi bảo quản ở 4 °C.

Các dung dịch chuẩn (a1) - (a5): Pha loãng dung dịch chuẩn gốc bằng dung dịch chuẩn nội S₄ để thu được 5 dung dịch chuẩn có chứa từ 10 - 40 µg/ml phụ gia chất dẻo 01 chuẩn.

Điều kiện sắc ký:

Cột silica nung chảy (30 m × 0,25 mm) được phủ *phenyl(5) methyl(95) polysiloxan* (độ dày phim 0,25 µm).

Khí mang: Heli dùng cho sắc ký khí (TT).

Tỷ lệ chia dòng: 1 : 20.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Nhiệt độ:

	Thời gian (min)	Nhiệt độ (°C)
Cột	0	100
	0 - 3,3	100 → 200
	3,3 - 20	200 → 250
	20 - 22,5	250
	22,5 - 23	250 → 270
	23 - 25	270
	25 - 25,6	270 → 320
	25,6 - 30,6	320
Buồng tiêm		300

Thể tích tiêm: 1 µl.

Detector khối phổ với các thông số sau (điều chỉnh để đạt yêu cầu về độ phù hợp của hệ thống): Hệ thống khối phổ tứ cực có bộ phận ion hóa bắn phá điện tử với chùm electron có năng lượng 70 eV, nhiệt độ nguồn ion hóa 230 °C; hệ thống thu nhận tín hiệu kiểu quét toàn phổ (m/z = 40 - 350) và kiểu đo mảnh (theo dõi 1 ion - SIM).

Độ trễ dung môi: 2,5 min.

Bảng 17.9.9.1 - Các thông số khối phổ cho các phân mảnh kiểu SIM

Chất	Ion 1 (m/z)	Ion 2 (m/z)	Ion 3 (m/z)
Phụ gia chất dẻo 01	149	167	279
DnOP (chuẩn nội)	149	279	167

Thời gian lưu tương đối so với di-n-octyl phthalat (thời gian lưu khoảng 22 min) của phụ gia chất dẻo 01 khoảng 0,80.

Kiểm tra tính đặc hiệu của detector khối phổ bằng cách theo dõi 3 ion khác nhau cho từng chất bằng khối phổ với chế độ SIM. Tỷ lệ ion được xác định từ diện tích pic sau khi tiêm dung dịch chuẩn. Các tỷ lệ trong Bảng 17.9.9.2 là các giá trị tham khảo.

Bảng 17.9.9.2 - Tỷ lệ m/z của các ion và tỷ lệ ion

Chất	Ion 1 (m/z)	Ion 2 (m/z)	Ion 3 (m/z)	Tỷ lệ ion 2/1 (%)	Tỷ lệ ion 3/1 (%)
Phụ gia chất dẻo 01	149	167	279	50	30
DnOP (chuẩn nội)	149	279	167	/	/

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiêm dung dịch chuẩn với nồng độ 20 µg/ml, trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, độ lệch chuẩn tương đối của thời gian lưu của pic phụ gia chất dẻo 01 thu được từ 6 lần tiêm lặp lại không được quá 1,0 % và độ lệch chuẩn tương đối của tỷ lệ diện tích pic phụ gia chất dẻo 01 và diện tích pic chuẩn nội thu được từ 6 lần tiêm lặp lại không được quá 3,0 %.

Tiêm các dung dịch chuẩn. Lập đường chuẩn biểu diễn mối tương quan giữa diện tích pic và nồng độ phụ gia chất dẻo 01.

Tính hàm lượng phần trăm của phụ gia chất dẻo 01 có trong nguyên liệu dựa vào đường chuẩn đã lập.

Giới hạn:

Phụ gia chất dẻo 01: Không được quá 40 %.

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

Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của tủa thu được phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của phụ gia chất dẻo 03 chuẩn.

Phụ gia chất dẻo 04 và 05

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

Bản mỏng: *Silica gel F₂₅₄*.

Dung môi khai triển: *Toluen* (TT).

Các dung dịch đối chiếu: Chuẩn bị riêng biệt dung dịch chuẩn chứa phụ gia chất dẻo 04 và 05 chuẩn trong *toluen* (TT) nồng độ 10 mg/ml.

Cách tiến hành: Chấm lên bản mỏng 0,5 ml dung dịch A1 thu được từ phép thử Định tính thành một dải kích thước 30 mm × 3 mm. Chấm lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch đối chiếu. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 2/3 chiều dài bản mỏng. Để khô bản mỏng trong không khí. Cho bản mỏng tiếp xúc với hơi iod trong 5 min. Kiểm tra sắc ký đồ của dung dịch thử và đánh dấu vùng tương ứng với phụ gia chất dẻo 04 và 05 (R_f = 0). Cạo lấy phần silica gel của vùng đã đánh dấu. Tương tự lấy một phần silica gel tương đương ở vùng ngoài sắc ký đồ 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 tráng vào dịch lọc và bốc hơi tới khô. Chênh lệch khối lượng của 2 căn không được quá 10 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).

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

Dung dịch chuẩn: Pha loãng *dung dịch bari mẫu 50 phần triệu Ba (TT)* bằng *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 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 cần bằng 5 ml *dung dịch acid hydrochloric 1 % (TT)*, lọc. Pha loãng dịch lọc thành 10,0 ml bằng *dung dịch acid hydrochloric 1 % (TT)*.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng *dung dịch cadmi mẫu 1000 phần triệu Cd (TT)* bằng *dung dịch acid hydrochloric 1 % (TT)*.

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 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 chuẩn: Pha loãng *dung dịch calci mẫu 400 phần triệu Ca (TT)* bằng *dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT)* để được dung dịch có chứa 35 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 không có calci.

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).

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

Dung dịch chuẩn: 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 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)*.

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

Đo độ hấp thụ ở bước sóng 213,9 nm, dùng đèn cathod rỗng của kẽm làm nguồn phát xạ và đèn khí acetylen để nguyên tử hóa mẫu.

Sử dụng dung dịch acid hydrochloric không có kẽm.

Kim loại nặng

Không được quá 50 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).
Thêm 0,5 ml *dung dịch phenolphthalein (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 chì 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 50,0 ml nước.

Khối lượng cần 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 20 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT)* làm dung dịch hấp thụ sản phẩm đốt. Thêm 2,5 ml *acid nitric (TT)* vào dung dịch thu được. Chuẩn độ bằng *dung dịch bạc nitrat 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 mẫu trắng.

1 ml *dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ)* tương đương với 6,25 mg poly(vinyl clorid).