

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 nguyên liệu cần kiểm tra vào một bình thủy tinh borosilicat. Thêm 500 ml nước và đầy bình bằng 1 cốc thủy tinh borosilicat. Hấp trong nồi hấp ở  $(121 \pm 2)$  °C trong 20 min. Để nguội và gạn lấy dung dịch. Thêm nước vừa đủ 500 ml.

**Độ trong và màu sắc dung dịch S2:** Dung dịch S2 phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

**Phụ gia chất dẻo 01, 24, 25, 26 và 27**  
Xác định bằng phương pháp sắc ký khí khối phổ (Phụ lục 5.2 và Phụ lục 4.5)

Tiến hành như mô tả trong phép thử Phụ gia chất dẻo 01, 24, 25, 26 và 27 trong Phần 1. Polyvinyl clorid (PVC) hóa dẻo dùng chế tạo đồ đựng máu và các chế phẩm máu.

**Bari, cadmi, thiếc, kim loại nặng:** Giới hạn cho phép và phương pháp thử như qui định với Phần 1. Polyvinyl 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 nguyên liệu cần kiểm tra, 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, tựa polyvinyl clorid tạo thành dưới dạng hạt. Để yên vài phút. Tiếp tục thêm methanol (TT) cho đến khi không thấy có thêm tựa. Chuyển tựa lên phễu thủy tinh xốp (số độ xốp 40) đã được sấy và cân ( $m_1$ ), tráng bình và rửa tựa 3 lần với từng lượng nhỏ methanol (TT). Sấy phễu lọc đến khối lượng không đổi ở 60 °C, cân lại phễu lọc ( $m_2$ ).

*Ghi chú: Phép thử với bộ dây truyền máu vô khuẩn: xem Phụ lục 17.4.*

**17.9.8 POLYAMID-6 (PA-6) DÙNG LÀM ĐỒ ĐỰNG CHẾ PHẨM KHÔNG PHẢI THUỐC TIÊM**

**Định tính**

Nguyên liệu cần kiểm tra: Mẫu đem thử có thể là các phần của đồ đựng mà chưa dán hoặc in nhãn, hoặc chưa bị dát mỏng. Mẫu cũng có thể là các hạt chất dẻo trong trường hợp đồ đựng được tạo ra trong cùng một qui trình kín "tạo hình - đóng thuốc - hàn kín".

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2)  
Xác định phổ hấp thụ hồng ngoại của nguyên liệu cần kiểm

tra trong khoảng số sóng từ 3800  $cm^{-1}$  đến 600  $cm^{-1}$ . Phổ hồng ngoại của mẫu thử phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của polyamid-6 chuẩn. Sự phù hợp giữa phổ của mẫu chuẩn và mẫu thử được chấp nhận chỉ khi có các khác biệt nhỏ về phổ do thành phần tự nhiên và/hoặc do biến đổi vật lý.

B. Đo nhiệt lượng quét vi sai - DSC (Phụ lục 6.12)  
Thực hiện phép thử trong môi trường khí nitrogen. Làm nóng chế phẩm từ nhiệt độ phòng đến 250 °C với tốc độ trong khoảng từ 10 - 20 °C/min và giữ ở 250 °C trong 1 min. Làm nguội đến nhiệt độ phòng với tốc độ cao nhất có thể (thường ở tốc độ dưới 50 °C/min) và giữ trong 1 min. Làm nóng lại tới 250 °C với tốc độ như lần đầu. Biểu đồ phân tích nhiệt vi sai của lần làm nóng lại được dùng để so sánh. So sánh biểu đồ phân tích nhiệt vi sai của chế phẩm và polyamid-6 chuẩn. Nhiệt độ tại pic của sự nóng chảy thu được từ biểu đồ nhiệt vi sai của chế phẩm không được lệch nhiều hơn 8,0 °C so với nhiệt độ từ biểu đồ nhiệt vi sai của polyamid-6 chuẩn.

**Chuẩn bị các dung dịch S1, S2, S3**

**Dung dịch S1 (dịch chiết nước)**

Lấy 25 g nguyên liệu cần kiểm tra vào bình thủy tinh borosilicat nút mài. Thêm 500 ml nước và đun sôi hồi lưu trong 5 h. Để nguội tới nhiệt độ phòng, lọc dịch chiết qua phễu lọc thủy tinh xốp. Chuyển dịch lọc vào bình định mức 500 ml và pha loãng tới vạch bằng nước được dung dịch S1. Sử dụng dung dịch S1 trong vòng 4 h sau khi pha.

**Dung dịch S2 (dịch chiết acid)**

Lấy 5 g nguyên liệu cần kiểm tra vào bình thủy tinh borosilicat nút mài. Thêm 100,0 ml acid hydrochloric 0,1 M (TT) đun sôi hồi lưu trong 1 h và khuấy liên tục. Để nguội và cho các chất rắn lắng xuống, gạn phần dung dịch phía trên vào bình định mức 100,0 ml, pha loãng tới vạch bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT) được dung dịch S2.

**Dung dịch S3 (dịch chiết phenol)**

Hòa tan 1,0 g nguyên liệu cần kiểm tra trong 50,0 ml phenol (TT) bằng cách đun nóng ở 50 °C trong 4 h và khuấy liên tục, thu được dung dịch S3. Chuẩn bị một mẫu trắng.

**Độ hấp thụ ánh sáng**

Đo hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch S1 trong khoảng bước sóng từ 220 nm đến 340 nm.  
Độ hấp thụ không được quá 0,25.

**Giới hạn acid - kiềm**

Lấy 100 ml dung dịch S1 thêm 0,15 ml dung dịch xanh bromothylmol (TT1). Dung dịch thu được phải chuyển sang màu xanh lam 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 da cam methyl (TT). Dung dịch thu được phải chuyển từ màu vàng sang da cam khi thêm

không quá 4,0 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N (CĐ).

**Chất kiểm tự do**

Dung dịch acid perchloric 70 % trong phenol: Hòa tan khoảng 0,72 g (0,710 - 0,7250 g) acid perchloric (TT) trong 50,0 ml phenol (TT).

Lấy 50,0 ml dung dịch S3, chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 70 % trong phenol. Xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). Song song chuẩn độ mẫu trắng, được chuẩn bị ở mục dung dịch S3, trong cùng điều kiện. Chênh lệch thế tích dung dịch chuẩn độ của mẫu thử và mẫu trắng không được quá 0,4 ml.

**Tạp chất liên quan (monomer tồn dư hoặc dung môi tồn dư)**

**Caprolactam**

Không được quá 1 %.

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2).

Dung dịch thử: Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong lượng vừa đủ acid formic (TT). Pha loãng thành 10,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch gốc caprolactam: Hoà tan 125 mg caprolactam chuẩn trong acid formic (TT). Pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu: Lấy 0, 2, 4, 6, 8 và 10,0 ml dung dịch gốc caprolactam vào 6 bình định mức 20,0 ml. Pha loãng đến vạch với acid formic khan (TT), thu được 6 dung dịch theo thứ tự là mẫu trắng và các dung dịch ĐC1 đến ĐC5) có chứa lần lượt 0; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25 mg caprolactam/ml.

Điều kiện sắc ký:

Cột mao quản kích thước 2 m x 4 mm, được nhồi diatomit đã được silan hóa dùng cho sắc ký khí (TT) đã được tẩm 10 % (kl/kl) polyethylen glycol 20000.

Nhiệt độ cột: 170 °C.

Nhiệt độ detector: 250 °C.

Khí mang là nitrogen dùng cho sắc ký khí (TT) hoặc heli dùng cho sắc ký khí (TT), lưu lượng 25 ml/min.

Detector ion hóa ngọn lửa.

Thể tích tiêm: 1 µl.

Cách tiến hành:

Tiêm dung dịch mẫu trắng ba lần.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiêm dung dịch đối chiếu ĐC4 năm lần, độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic trên sắc ký đồ thu được của dung dịch ĐC4 không được quá 5 %. Hệ số đối xứng của pic caprolactam thu được trong lần tiêm thứ 3 phải trong khoảng 0,8 - 1,3.

Rửa cột. Tiêm dung dịch mẫu trắng.

Vẽ đường chuẩn trước: Tiêm lần lượt các dung dịch đối chiếu từ ĐC1 đến ĐC5. Vẽ đường biểu thị sự tương quan giữa diện tích pic thu được và nồng độ caprolactam trong các dung dịch đối chiếu. Hệ số tương quan (r<sup>2</sup>) của đường

thẳng tuyến tính không được nhỏ hơn 0,98.

Rửa cột. Tiêm dung dịch mẫu trắng. Tiêm dung dịch thử, tiêm không quá 6 dung dịch thử.

Rửa cột. Tiêm dung dịch mẫu trắng.

Vẽ đường chuẩn sau: Tiêm các dung dịch đối chiếu từ ĐC1 đến ĐC5. Vẽ đường biểu thị sự tương quan giữa diện tích pic thu được (của cả lần tiêm trước và sau) và nồng độ caprolactam trong các dung dịch đối chiếu. Hệ số tương quan (r<sup>2</sup>) của đường thẳng tuyến tính không được nhỏ hơn 0,98.

Tính lượng caprolactam trong dung dịch thử dựa vào diện tích pic thu được của dung dịch thử, đường chuẩn đã lập.

Tính lượng caprolactam trong mẫu thử theo hàm lượng phần trăm bằng cách nhân kết quả thu được với hệ số 10 và chia cho khối lượng mẫu thử (g).

**Carbon hữu cơ toàn phần**

Lượng carbon hữu cơ toàn phần trong dung dịch S1 được xác định theo phương pháp ghi trong Phụ lục 7.11.

Phương pháp sử dụng phải có giới hạn phát hiện là 0,2 mg/L (ppm) và phải có khoảng tuyến tính từ 0,2 - 20 mg/L (khoảng phủ được giới hạn của carbon hữu cơ toàn phần). Khoảng tuyến tính có nồng độ cao hơn có thể được dùng nếu sự tuyến tính được thiết lập. Nếu nồng độ carbon hữu cơ toàn phần của dung dịch S1 lớn hơn nồng độ trên của khoảng tuyến tính, cần pha loãng dung dịch thử đến nồng độ phù hợp cho quá trình phân tích.

Chênh lệch giữa nồng độ carbon hữu cơ toàn phần của mẫu thử và mẫu trắng không được lớn hơn 5 mg/L.

**Kim loại nặng**

Sử dụng dung dịch S2. Tiến hành như sau:

Dung dịch đối chiếu: Lấy chính xác 1,0 ml dung dịch chỉ mẫu 20 phần triệu Pb (TT) vào ống Nessler 50 ml, pha loãng đến 25 ml bằng nước. Điều chỉnh pH của dung dịch thu được đến pH 3,0 - 4,0 bằng acid acetic 6 % (TT) hoặc dung dịch amoniac loãng (TT), pha loãng với nước tới 35 ml và trộn đều.

Dung dịch thử: Lấy 25 ml dung dịch S2 vào ống Nessler 50 ml. Điều chỉnh pH của dung dịch thu được đến pH 3,0 - 4,0 bằng acid acetic 6 % (TT) hoặc dung dịch amoniac loãng (TT), pha loãng với nước tới 35 ml và trộn đều.

Tiến hành: Thêm vào mỗi ống Nessler ở trên 10 ml dung dịch hydrogen sulfid bão hòa trong nước vừa mới pha, trộn đều, pha loãng thành 50 ml bằng nước, để yên trong 5 min và quan sát các dung dịch dọc theo chiều dài của ống trên nền trắng; màu của dung dịch thử không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.

**Arsen, chì, thủy ngân, cadmi, cobalt, nickel và vanadi:**

Báo cáo giới hạn cụ thể đo được đối với dung dịch S3 theo cách tiến hành như trên với các giá trị thu được trên 0,01 mg/L (ppm) tương ứng với giới hạn trên 0,025 µg/g.

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 ĐÈO 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 tinh 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 phiên trong mờ, có độ dày khác nhau, có mùi nhẹ. Khi đốt có khói đen, dày đặc.