

<661.1> Materiales Plásticos de Construcción

Tipo de Publicación	Boletín de Revisión
Fecha de Publicación	26-feb-2021
Fecha Oficial	1-mar-2021
Comité de Expertos	Capítulos Generales - Envasado y Distribución

De conformidad con las Reglas y Procedimientos del Consejo de Expertos, el Comité de Expertos en Capítulos Generales - Envasado y Distribución ha revisado el Capítulo General <661.1> *Materiales Plásticos de Construcción*. El propósito de esta revisión es abordar los comentarios recibidos sobre *Solución S1* para poliamida 6, cloruro polivinilo y cloruro de polivinilo plastificado, y sobre la ecuación para la determinación de *Contenido de cloro* en cloruro de polivinilo. Además, se corrigió la nota al pie de página “a” bajo la *Tabla 1* para referirse a “Pruebas de aditivos para plásticos”.

El Boletín de Revisión del capítulo general <661.1> Materiales Plásticos de Construcción reemplaza el capítulo general oficial vigente y será incorporado en una próxima publicación.

Para cualquier pregunta, por favor contactar a Desmond G. Hunt (301-816-8341 o dgh@usp.org).

Cambio en la redacción:

▲〈661.1〉 MATERIALES PLÁSTICOS DE CONSTRUCCIÓN

(Este capítulo será oficial a partir del 1° de diciembre de 2025. La USP permite la adopción temprana de los requisitos de este capítulo y de su capítulo acompañante *Sistemas de Envases Plásticos para Uso Farmacéutico* 〈661.2〉. Cuando no se aplique la adopción temprana, se deberá cumplir con el capítulo *Sistema de Envases Plásticos y sus Materiales de Construcción* 〈661〉. Si se hace referencia a los capítulos 〈661.1〉 o 〈661.2〉 en otro punto de *USP-NF* antes del 1° de diciembre de 2025, se deberá cumplir con los estándares del capítulo 〈661〉 si no se ha aplicado la adopción temprana de los capítulos 〈661.1〉 o 〈661.2〉.)

Para ver el Aviso del Comité de Expertos que fue publicado junto con esta revisión acelerada, hacer clic en <https://www.uspnf.com/rb-661-1-20210226-esp>.

INTRODUCCIÓN
ALCANCE
OLEFINAS CÍCLICAS
POLIAMIDA 6
POLICARBONATO
POLIETILENO
TEREFTALATO DE POLIETILENO Y TEREFTALATO DE POLIETILENO G
POLI(ETILEN-VINIL ACETATO)
POLIPROPILENO
CLORURO DE POLIVINILO
CLORURO DE POLIVINILO PLASTIFICADO

INTRODUCCIÓN

Una de las principales formas para asegurar que el sistema de envase sea apto para el uso que se le pretende dar es usar materiales bien caracterizados para construirlo. Los materiales se caracterizan de modo tal que sus propiedades y características puedan coincidir con los requisitos de desempeño del sistema de envase para, de esta forma, facilitar la selección intencional de materiales apropiados. Para los propósitos de este capítulo, se considera que un material plástico de construcción está bien caracterizado para el uso que se le pretende dar si se han establecido de manera adecuada las siguientes características: su identidad, su reactividad biológica, sus propiedades fisicoquímicas generales, y su composición (es decir, aditivos que pudieran estar presentes). Los elementos extraíbles también pueden ser relevantes para seleccionar los materiales de construcción de un sistema de envase y, por lo tanto, son un aspecto relevante de la caracterización de materiales. Los materiales de construcción pueden variar en gran medida en lo que respecta a los elementos añadidos de forma intencional o no intencional y a su uso potencial. Por este motivo, es complejo poder ofrecer metodologías de análisis, listas de elementos objetivo y requisitos de presentación de informes que sean eficientes y efectivos en todos los casos. Es responsabilidad del usuario del material evaluar si es necesario analizar los elementos extraíbles y, en caso de que así sea, establecer y justificar los medios utilizados teniendo en cuenta las condiciones de extracción, los elementos objetivo, y los requisitos de presentación de informes.

ALCANCE

El propósito de este capítulo es proveer métodos de prueba para determinar la aptitud de materiales plásticos de construcción usados en sistemas de envase para medicamentos. Los materiales plásticos de construcción individuales se consideran bien caracterizados si cumplen con los requisitos de este capítulo o si se utilizan en sistemas de envase que cumplen con los requisitos del capítulo *Sistemas de Envases Plásticos para Uso Farmacéutico* 〈661.2〉. El análisis y la calificación de los sistemas de envases plásticos y sus componentes para uso farmacéutico se tratan en el capítulo 〈661.2〉.

Este capítulo contiene pruebas, métodos, y criterios de aceptación para los siguientes materiales: olefinas cíclicas; poliamida 6; policarbonato; polietileno; tereftalato de polietileno; tereftalato de polietileno G; poli(etilen-vinil acetato); polipropileno; cloruro de polivinilo; y cloruro de polivinilo plastificado.

Los sistemas de envases plásticos pueden construirse a partir de materiales que no se citan específicamente en este capítulo; tales materiales de construcción se denominan "materiales no abordados". Para que un material no abordado pueda considerarse en cumplimiento con este capítulo, debe estar caracterizado y cumplir con los criterios de aceptación establecidos usando métodos que sean comparables a los usados para los materiales indicados en este capítulo. En concreto, el material de construcción no abordado se debe identificar utilizando una metodología apropiada y se debe analizar teniendo en cuenta las formas farmacéuticas para las que se utiliza (p. ej. reactividad biológica, propiedades fisicoquímicas, y aditivos para plásticos; ver el capítulo 〈1661〉).

La *Tabla 1* muestra la aplicación apropiada de las pruebas químicas y biológicas.

Tabla 1. Aplicación de Pruebas

Parámetro de Prueba	Formas Farmacéuticas Orales y Tópicas ^a	Todas las demás Formas Farmacéuticas
Identificación	X	X
Pruebas Físicoquímicas		
Absorbancia UV	X	X
Acidez/alcalinidad	X	X

Tabla 1. Aplicación de Pruebas (continuación)

Parámetro de Prueba	Formas Farmacéuticas Orales y Tópicas ^a	Todas las demás Formas Farmacéuticas
Carbono orgánico total (TOC, por sus siglas en inglés)	X	X
Elementos extraíbles	— ^b	— ^b
Aditivos para plásticos	— ^c	X
Reactividad Biológica		
In vitro según <i>Pruebas de Reactividad Biológica, In Vitro</i> (87) ^d	—	X

^a Para medicamentos orales acuosos que contienen cosolventes (o si, por alguna razón, se espera que extraiga cantidades mayores de sustancias derivadas de los componentes plásticos de los envases que los extraíbles en agua), podría ser necesaria información adicional sobre sustancias extraíbles para determinar su aptitud. Si se requiere información adicional, realizar las pruebas de ▲Aditivos para plásticos▲ (BR 1-mar-2021) según se indica en esta tabla.

^b Según el usuario final considere necesario y apropiado. Ver el capítulo (1661) para más información.

^c Proveer referencias apropiadas a las reglamentaciones sobre Aditivos Alimentarios Indirectos (Indirect Food Additive) expuestas en el Título 21, Partes 174–186 del CFR, específicamente a aquellas que tratan los criterios de pureza y las limitaciones con respecto al uso.

^d Las pruebas de reactividad biológica de los materiales de envase plásticos utilizados para sistemas de administración y envases de productos farmacéuticos finales (medicamentos y productos de combinación de medicamento/dispositivo) ofrecen información básica y a menudo no bastarán para evaluar la aptitud para el uso del producto final frente a las expectativas de las autoridades reguladoras. Así pues, es importante trabajar con la autoridad reguladora apropiada para recibir orientación sobre la solicitud específica de un producto.

OLEFINAS CÍCLICAS

Identificación

• A. ESPECTROFOTOMETRÍA EN EL INFRARROJO

Referirse al capítulo *Espectroscopía en el Infrarrojo Medio* (854).

Aparato: Usar un espectrofotómetro infrarrojo que pueda corregir por el espectro del blanco y medir en modo de transmisión o que esté equipado con un accesorio de reflectancia interna y una placa de reflectancia interna apropiada.

Preparación de la muestra

Modo de transmisión: Preparar una muestra con un espesor apropiado sin defectos visibles (grietas u orificios). Las muestras pueden compactarse para formar una película delgada y uniforme mediante exposición a temperaturas y presiones elevadas (2000 psi o más). Las temperaturas que se usan para generar las películas delgadas representan un balance entre producir una fusión (lo que determina la temperatura mínima necesaria) y la degradación de la muestra (lo que determina la temperatura máxima permitida). En último caso, las temperaturas que se usan son apropiadas si la película producida favorece el análisis infrarrojo.

Modo de reflectancia interna: Preparar una sección plana y cortarla según sea necesario para obtener un segmento que se pueda montar en el accesorio de reflectancia interna. Limpiar la muestra con papel seco o, si fuera necesario, con una tela suave empapada con metanol, cuidando de no rayar las superficies, y permitir que estas se sequen.

Posteriormente, montar firmemente la muestra sobre la placa de reflexión interna asegurando el contacto adecuado de la superficie.

Procedimiento: Colocar los cortes de muestra montados en el compartimiento de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo o en el accesorio de reflectancia interna y colocar el montaje en el haz de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo. Para reflectancia interna, ajustar la posición de la muestra y los espejos dentro del accesorio para permitir la máxima transmisión de luz del haz de referencia sin atenuar. (Para un instrumento de doble haz, atenuar el haz de referencia después de completar el ajuste en el accesorio para permitir la deflexión a escala completa durante el barrido de la muestra.) Determinar el espectro infrarrojo desde 3800 cm⁻¹ hasta 650 cm⁻¹ (2,6–15 μm).

Criterios de aceptación: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Polímero de Olefina Cíclica USP o el ER Copolímero de Olefina Cíclica USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

Pruebas Físicoquímicas

Extracción con agua, Solución S1: Colocar 25 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato con junta de vidrio esmerilado. Agregar 500 mL de *Agua Purificada* y calentar a ebullición en condiciones de reflujo durante 5 horas. Dejar que la solución de extracción se enfríe y pasarla a través de un filtro de vidrio sinterizado. Recolectar el filtrado en un matraz volumétrico de 500 mL y diluir con *Agua Purificada* a volumen; la solución diluida se denomina *Solución S1*. Usar la *Solución S1* dentro de las 4 horas de su preparación.

Absorbancia

Referirse al capítulo *Espectroscopía Ultravioleta-Visible* (857).

Procedimiento: Determinar el espectro entre 220 y 340 nm en la *Solución S1*.

Criterios de aceptación: No más de 0,2. Si se excede la especificación de la absorbancia, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Acidez o alcalinidad

Solución indicadora BRF: 1,0 mg/mL de azul de bromotimol, 0,2 mg/mL de rojo de metilo y 2,0 mg/mL de fenoltaleína en alcohol. Filtrar la solución resultante.

Solución de anaranjado de metilo: Disolver 100 mg de anaranjado de metilo en 80 mL de *Agua Purificada* y diluir con alcohol hasta 100 mL. Prueba de sensibilidad: Agregar 0,1 mL de *Solución de anaranjado de metilo* a 100 mL de *Agua Purificada* exenta de dióxido de carbono. Se requiere no más de 0,1 mL de ácido clorhídrico 1 N para cambiar el color de amarillo a rojo.

Procedimiento: A 100 mL de *Solución S1* agregar 0,15 mL de *Solución indicadora BRF*. Determinar el volumen consumido de hidróxido de sodio 0,01 N que se requiere para cambiar el color del indicador a azul. A una porción separada de 100 mL de *Solución S1* agregar 0,2 mL de *Solución de anaranjado de metilo*. Determinar el volumen consumido de ácido clorhídrico 0,01 N que se requiere para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Criterios de aceptación: Se requieren no más de 1,5 mL de hidróxido de sodio 0,01 N para cambiar el color del indicador a azul. Se requiere no más de 1,0 mL de ácido clorhídrico 0,01 N para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Carbono orgánico total

Procedimiento: El contenido de carbono orgánico total de la *Solución S1* se mide de acuerdo con las metodologías generales descritas en el capítulo *Carbono Orgánico Total* (643). Sin embargo, aunque el capítulo (643) está diseñado para el análisis de agua de alta pureza con valores bajos de carbono orgánico total, los extractos de materiales pueden tener valores de carbono orgánico total superiores a los del *Agua Purificada* debido a las sustancias orgánicas extraídas. Por consiguiente, el método usado para realizar los análisis de carbono orgánico total debe tener un límite de detección de 0,2 mg/L (ppm) y debe tener un intervalo dinámico lineal demostrado de 0,2 a 20 mg/L (el cual abarca el límite de carbono orgánico total). Se puede usar un intervalo lineal con una concentración superior más alta siempre que se establezca la linealidad. Si los extractos de la muestra exceden este límite superior del intervalo lineal, se deben diluir apropiadamente para el análisis.

Criterios de aceptación: La diferencia entre las concentraciones de carbono orgánico total de la muestra y el blanco es no más de 5 mg/L. Si se excede la especificación del carbono orgánico total, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Aditivos para Plásticos

Antioxidantes fenólicos

Mezcla de disolventes: Acetonitrilo y tetrahidrofurano (50:50, v/v)

Extracción con tolueno, Solución S2: Colocar 2,0 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato de 250 mL con junta de vidrio esmerilado. Agregar 80 mL de tolueno y calentar a ebullición bajo un condensador de reflujo durante 1,5 horas, mezclando constantemente. Dejar que se enfríe hasta 60° y agregar, mezclando continuamente, 120 mL de metanol. Pasar la solución resultante a través de un filtro de vidrio sinterizado. Enjuagar el matraz y el filtro con 25 mL de una mezcla de 40 mL de tolueno y 60 mL de metanol, agregar los enjuagues al filtrado y diluir con la misma mezcla de disolventes hasta 250 mL para producir la *Solución S2*. Preparar una solución blanco.

Solución muestra S8: Evaporar 50 mL de *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo resultante con 5,0 mL de la *Mezcla de disolventes* para producir la *Solución muestra S8*. Preparar una solución blanco a partir de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2*.

Solución muestra S9: Evaporar 50 mL de *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo con 5,0 mL de cloruro de metileno para producir la *Solución muestra S9*. Preparar una solución blanco a partir de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2*.

Soluciones de referencia: De las siguientes soluciones de referencia, preparar únicamente aquellas que sean necesarias para el análisis de los antioxidantes fenólicos declarados en la composición de la sustancia a examinar.

Solución de referencia A: 0,1 mg/mL de ER Butil Hidroxitolueno USP y 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 1 USP preparados en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia B: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 2 USP y 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 3 USP preparados en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia C: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 4 USP y 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 5 USP preparados en cloruro de metileno.

Solución de referencia D: 0,1 mg/mL de ER Butil Hidroxitolueno USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia E: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 1 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia F: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 6 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia G: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 2 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia H: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 3 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia I: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 4 USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia J: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 5 USP preparado en cloruro de metileno.

- **PRUEBA A:** Si la sustancia a examinar contiene el aditivo butil hidroxitolueno y/o el aditivo bis[3,3-bis(1,1-dimetil)etil-4-hidroxifenil]butanoato] de etileno (ER Aditivo para Plásticos 1 USP), realizar la *Prueba A*.

Fase móvil: Acetonitrilo y *Agua Purificada* (70:30, v/v)

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales*, *Cromatografía de Líquidos*.)

Detector: UV 280 nm

Columna: 4,6 mm × 25 cm; relleno L1 de 5 µm

Velocidad de flujo: 2 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Tiempo de corrida: 30 min

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 5,0 entre los picos del aditivo ER Butil Hidroxitolueno USP y del ER Aditivo para Plásticos 1 USP (bis[3,3-bis[3-(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]butanoato] de etileno), *Solución de referencia A*
La *Solución muestra S8* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes declarados en la composición y picos menores que también corresponden a la solución blanco.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S8*, solución blanco correspondiente, *Solución de referencia A*, y *Solución de referencia D*, *Solución de referencia E*, o ambas.

Criterios de aceptación: Las áreas de los picos de la *Solución muestra S8* son menores que las áreas de los picos correspondientes de la *Solución de referencia D* o de la *Solución de referencia E*.

- **PRUEBA B:** Si la sustancia a examinar contiene uno o más de los siguientes antioxidantes: tetrakis[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato] de pentaeritritilo (ER Aditivo para Plásticos 2 USP); 2,2',2'',6,6',6''-hexa-*terc*-butil-4,4',4''-[(2,4,6-trimetil-1,3,5-benceno-triil)trismetilil]trifenol (ER Aditivo para Plásticos 3 USP); 1,3,5-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)-s-triazina-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-triona (ER Aditivo para Plásticos 6 USP), realizar la *Prueba B*.

Fase móvil: Acetonitrilo, tetrahidrofurano y *Agua Purificada* (60:30:10, v/v/v)

Sistema cromatográfico: Realizar la prueba según se describe en la *Prueba A* con las siguientes modificaciones.

Detector: UV 280 nm

Velocidad de flujo: 1,5 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 2,0 entre los picos de ER Aditivo para Plásticos 2 USP (tetrakis[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato] de pentaeritritilo) y ER Aditivo para Plásticos 3 USP (2,2',2'',6,6',6''-hexa-*terc*-butil-4,4',4''-[(2,4,6-trimetil-1,3,5-benceno-triil)trismetilil]trifenol), *Solución de referencia B*

La *Solución muestra S8* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes declarados en la composición y picos menores que también corresponden a la solución blanco.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S8*, solución blanco correspondiente, *Solución de referencia B*, y cualquiera de las *Soluciones de referencia* de los antioxidantes listados anteriormente que se declaran en la composición.

Criterios de aceptación: Las áreas de los picos de la *Solución muestra S8* son menores que las áreas correspondientes de las *Soluciones de referencia* de los antioxidantes listados anteriormente y que se declaran en la composición.

- **PRUEBA C:** Si la sustancia a examinar contiene ER Aditivo para Plásticos 4 USP (3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenilo)propionato de octadecilo) y/o ER Aditivo para Plásticos 5 USP (fosfito de tris(2,4-di-*terc*-butilfenilo)), realizar la *Prueba C*.

Fase móvil: Metanol, 2-propanol y *Agua Purificada* (50:45:5, v/v/v)

Sistema cromatográfico: Realizar la prueba según se describe en la *Prueba A* con las siguientes modificaciones.

Detector: UV 280 nm

Velocidad de flujo: 1,5 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 2,0 entre los picos de ER Aditivo para Plásticos 4 USP (3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo) y ER Aditivo para Plásticos 5 USP (fosfito de tris(2,4-di-*terc*-butilfenilo)), *Solución de referencia C*

La *Solución muestra S9* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes declarados en la composición y picos menores que también corresponden a la solución blanco.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S9*, solución blanco correspondiente, *Solución de referencia C*, y bien la *Solución de referencia I* o la *Solución de referencia J*.

Criterios de aceptación: Las áreas de los picos de la *Solución muestra S9* son menores que las áreas de los picos correspondientes de la *Solución de referencia I* o de la *Solución de referencia J*.

Antioxidantes no fenólicos

Cloruro de metileno acidificado: Agregar 10 mL de ácido clorhídrico a 100 mL de cloruro de metileno, agitar, dejar en reposo y separar las dos capas. Usar la capa inferior.

Solución de yodo en etanol para detección: Disolver 10 g de yodo en 100 mL de alcohol absoluto. Almacenar protegida de la luz.

Solución muestra S10: Evaporar 100 mL de la *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo resultante con 2 mL de *Cloruro de metileno acidificado*.

Solución de referencia M: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 8 USP preparado en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Solución de referencia N: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 9 USP preparado en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Solución de referencia O: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 10 USP preparado en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Solución de referencia P: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 10 USP, y 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 9 USP preparados en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Fase móvil A: Hexano

Fase móvil B: Cloruro de metileno

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales, Cromatografía en Capa Delgada*.)

Detector: UV 254 nm. Rociar con una *Solución de yodo en etanol para detección* y observar después de 10–15 minutos.

Placa: Gel de sílice para cromatografía en capa delgada GF₂₅₄

Volumen de aplicación: 20 µL

Desarrollo A: Recorrido de la *Fase móvil A* de 18 cm; secar al aire.

Desarrollo B: Recorrido de la *Fase móvil B* de 17 cm; secar al aire.

Aptitud del sistema

Resolución: El cromatograma presenta dos manchas claramente separadas, *Solución de referencia P*.

Análisis

Muestras: La *Solución muestra S10* y las soluciones de referencia correspondientes a todos los antioxidantes fenólicos y no fenólicos que se espera estén presentes en el material de prueba.

Criterios de aceptación: Ninguna mancha en el cromatograma de la *Solución muestra S10* es más intensa que las manchas en las mismas posiciones en los cromatogramas de las *Soluciones de referencia*.

Copolímero de succinato de dimetilo y (4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-il)etanol.

Mezcla de disolventes: Hexano y etanol anhidro (89:11, v/v)

Solución muestra S11: Evaporar 25 mL de *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo con 10 mL de tolueno y 10 mL de una solución de 10 g/L de hidróxido de tetrabutilamonio en una mezcla de 35 volúmenes de tolueno y 65 volúmenes de etanol anhidro. Calentar a ebullición bajo un condensador de reflujo durante 3 horas. Dejar que se enfríe y filtrar, si fuera necesario, para producir la *Solución muestra S11*.

Solución de referencia Q: 0,6 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 11 USP preparado en tolueno. Agregar 1 mL de esta solución a 25 mL de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2* y evaporar hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Preparar una solución blanco a partir de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2*. Disolver el residuo con 10 mL de tolueno y 10 mL de una solución de 10 g/L de hidróxido de tetrabutilamonio en una mezcla de 35 volúmenes de tolueno y 65 volúmenes de etanol anhidro. Calentar a ebullición bajo un condensador de reflujo durante 3 horas. Dejar que se enfríe y filtrar, si fuera necesario.

Fase móvil: Hexano y etanol anhidro (89:11, v/v)

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* <621>, *Procedimientos Generales, Cromatografía de Líquidos*.)

Detector: UV 227 nm

Columna: 4,6 mm × 25 cm; relleno L8 de 5 µm

Velocidad de flujo: 2 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 7 entre los picos del componente diol y los diluyentes de la *Solución de referencia Q*

Análisis

Muestras: *Solución muestra S11*, solución blanco correspondiente, y *Solución de referencia Q*

Criterios de aceptación: El área del pico del componente diol en la *Solución muestra S11* es menor que las áreas de los picos correspondientes de la *Solución de referencia Q*.

Amidas y estearatos

Solución muestra: Usar la *Solución muestra S10* descrita en *Antioxidantes no fenólicos*.

Solución de referencia R: 2,0 mg/mL de ER Ácido Esteárico USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia S: 2,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 12 USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia T: 2,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 13 USP preparado en cloruro de metileno.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* <621>, *Procedimientos Generales, Cromatografía en Capa Delgada*.)

Placa: Gel de sílice para cromatografía en capa delgada GF₂₅₄

• **PRUEBA A**

Fase móvil: 2,2,4-trimetilpentano y etanol anhidro (75:25, v/v)

Volumen de aplicación: 10 µL

Desarrollo: Recorrido de la *Fase móvil* de 10 cm; secar al aire.

Detector: Rocíar con una solución de 2 g/L de 2,6-diclorofenol-indofenol sódico en alcohol deshidratado y calentar en un horno a 120° durante unos pocos minutos para intensificar las manchas.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S10* y *Solución de referencia R*

Criterios de aceptación: Cualquier mancha correspondiente al aditivo ácido esteárico en la *Solución muestra S10* es idéntica en posición (*R_f* aproximadamente 0,5), pero no es más intensa que la mancha en la misma posición en la *Solución de referencia R*.

• **PRUEBA B**

Fase móvil A: Hexano

Fase móvil B: Cloruro de metileno y metanol (95:5, v/v)

Volumen de aplicación: 10 µL

Desarrollo A: Recorrido de la *Fase móvil A* de 13 cm; secar al aire.

Desarrollo B: Recorrido de la *Fase móvil B* de 10 cm; secar al aire.

Detector: Rocíar con una solución de 40 g/L de ácido fosfomolíbdico en alcohol deshidratado y calentar en un horno a 120° hasta que aparezcan manchas.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S10*, *Solución de referencia S*, y *Solución de referencia T*

Criterios de aceptación: Cualquier mancha correspondiente a los aditivos oleamida o erucamida en la *Solución muestra S10* es idéntica en posición (*R_f* aproximadamente 0,2), pero no es más intensa que las manchas correspondientes en la *Solución de referencia S* y *Solución de referencia T*.

POLIAMIDA 6

Identificación

[NOTA—Sólo se requiere cumplimiento con un procedimiento de prueba para establecer la identidad de la poliamida 6.]

• A. ESPECTROFOTOMETRÍA EN EL INFRARROJO

Referirse al capítulo (854).

Aparato: Usar un espectrofotómetro infrarrojo que pueda corregir por el espectro del blanco y medir en modo de transmisión o que esté equipado con un accesorio de reflectancia interna y una placa de reflectancia interna apropiada.

Preparación de la muestra

Modo de transmisión: Preparar una muestra con un espesor apropiado sin defectos visibles (grietas u orificios). Las muestras pueden compactarse para formar una película delgada y uniforme mediante exposición a temperaturas y presiones elevadas (2000 psi o más). Las temperaturas que se usan para generar las películas delgadas representan un balance entre producir una fusión (lo que determina la temperatura mínima necesaria) y la degradación de la muestra (lo que determina la temperatura máxima permitida). En último caso, las temperaturas que se usan son apropiadas si la película producida favorece el análisis infrarrojo.

Modo de reflectancia interna: Preparar una sección plana y cortarla según sea necesario para obtener un segmento que se pueda montar en el accesorio de reflectancia interna. Limpiar la muestra con papel seco o, si fuera necesario, con una tela suave empapada con metanol, cuidando de no rayar las superficies, y permitir que estas se sequen. Posteriormente, montar firmemente la muestra sobre la placa de reflexión interna asegurando el contacto adecuado de la superficie.

Procedimiento: Colocar los cortes de muestra montados en el compartimiento de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo o en el accesorio de reflectancia interna y colocar el montaje en el haz de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo. Para reflectancia interna, ajustar la posición de la muestra y los espejos dentro del accesorio para permitir la máxima transmisión de luz del haz de referencia sin atenuar. (Para un instrumento de doble haz, atenuar el haz de referencia después de completar el ajuste en el accesorio para permitir la deflexión a escala completa durante el barrido de la muestra.) Determinar el espectro infrarrojo desde 3800 cm^{-1} hasta 650 cm^{-1} (2,6–15 μm).

Criterios de aceptación: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Poliamida 6 USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

• B. ANÁLISIS TÉRMICO

Referirse al capítulo *Análisis Térmico* (891).

Preparación de la muestra: Colocar una muestra de tamaño apropiado en la bandeja de muestra. [NOTA—El buen contacto entre la bandeja y el termopar es esencial para obtener resultados reproducibles.]

Procedimiento: Determinar la curva de análisis térmico bajo nitrógeno, usando las condiciones de calentamiento/enfriamiento especificadas para el tipo de polímero y usando un equipo capaz de realizar las determinaciones según se describen en el capítulo (891). Calentar la muestra desde temperatura ambiente hasta 500° con una velocidad de calentamiento de aproximadamente $20^\circ/\text{min}$. Enfriar rápidamente la muestra hasta temperatura ambiente.

Criterios de aceptación: La curva de análisis térmico de la muestra es similar a la curva de análisis térmico del ER Poliamida 6 USP y la temperatura del pico de fusión obtenida de la curva de análisis térmico de la muestra no difiere de la del ER en más de $8,0^\circ$. Tener en cuenta que los resultados del análisis por calorimetría diferencial de barrido dependen en gran medida de la cantidad de plastificante en el artículo de prueba.

Pruebas Físicoquímicas

Extracción con agua, Solución S1: Colocar 25,0 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato con junta de vidrio esmerilado. Agregar 500 mL de *Agua Purificada* y calentar a ebullición bajo un condensador de reflujo durante 5 horas. Dejar que la solución se enfríe hasta temperatura ambiente, decantar y pasar la solución a través de un filtro de vidrio sinterizado. ▲ Recolectar el filtrado en un matraz volumétrico de 500 mL y diluir con *Agua Purificada* a volumen; ▲ (BR 1-mar-2021) la solución filtrada se denomina *Solución S1*. Usar la *Solución S1* dentro de las 4 horas de su preparación.

Absorbancia

Referirse al capítulo (857).

Procedimiento: Determinar el espectro entre 220 y 340 nm en la *Solución S1*.

Criterios de aceptación: No más de 0,25. Si se excede la especificación de la absorbancia, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Acidez o alcalinidad

Solución indicadora BRF: 1,0 mg/mL de azul de bromotimol, 0,2 mg/mL de rojo de metilo y 2,0 mg/mL de fenoltaleína en alcohol. Filtrar la solución resultante.

Solución de anaranjado de metilo: Disolver 100 mg de anaranjado de metilo en 80 mL de *Agua Purificada* y diluir con alcohol hasta 100 mL. Prueba de sensibilidad: Agregar 0,1 mL de *Solución de anaranjado de metilo* a 100 mL de *Agua Purificada* exenta de dióxido de carbono. Se requiere no más de 0,1 mL de ácido clorhídrico 1 N para cambiar el color de amarillo a rojo.

Procedimiento: A 100 mL de *Solución S1* agregar 0,15 mL de *Solución indicadora BRF*. Determinar el volumen consumido de hidróxido de sodio 0,01 N que se requiere para cambiar el color del indicador a azul. A una porción separada de 100 mL de *Solución S1* agregar 0,2 mL de *Solución de anaranjado de metilo*. Determinar el volumen consumido de ácido clorhídrico 0,01 N que se requiere para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Criterios de aceptación: Se requieren no más de 1,5 mL de hidróxido de sodio 0,01 N para cambiar el color del indicador a azul. Se requieren no más de 4,0 mL de ácido clorhídrico 0,01 N para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Carbono orgánico total

Procedimiento: El contenido de carbono orgánico total de la *Solución S1* se mide de acuerdo con las metodologías generales descritas en el capítulo (643). Sin embargo, aunque el capítulo (643) está diseñado para el análisis de agua de alta pureza con valores bajos de carbono orgánico total, los extractos de materiales pueden tener valores de carbono orgánico total superiores a los del *Agua Purificada* debido a las sustancias orgánicas extraídas. Por consiguiente, el método usado para realizar los análisis de carbono orgánico total debe tener un límite de detección de 0,2 mg/L (ppm) y debe tener un intervalo dinámico lineal demostrado de 0,2 a 20 mg/L (el cual abarca el límite de carbono orgánico total). Se puede usar un intervalo lineal con una concentración superior más alta siempre que se establezca la linealidad. Si los extractos de la muestra exceden este límite superior del intervalo lineal, se deben diluir apropiadamente para el análisis.

Criterios de aceptación: La diferencia entre las concentraciones de carbono orgánico total de la muestra y el blanco es no más de 5 mg/L. Si se excede la especificación del carbono orgánico total, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Bases Libres

Solución volumétrica (ácido perclórico en fenol): Disolver aproximadamente 0,72 g (entre 0,710 y 0,7250 g) de ácido perclórico en 50 mL de fenol (usar como líquido viscoso).

Extracción con fenol, Solución S7: Disolver 1,0 g del material de prueba en 50 mL de fenol (usar como líquido viscoso), calentando a 50° durante 4 horas y mezclando constantemente. Este proceso produce la *Solución S7*. Preparar una solución blanco.

Procedimiento: Valorar potenciométricamente 50 mL de *Solución S7* con la *Solución volumétrica*, determinando el punto de equivalencia. Valorar de manera similar 50 mL de fenol (usar como líquido viscoso) como blanco. La diferencia de solución volumétrica consumida es la cantidad usada para valorar la *Solución S7* menos la cantidad usada para valorar el blanco.

Criterios de aceptación: La diferencia entre los volúmenes consumidos por el extracto y el blanco de extracción no es más de 0,4 mL.

Sustancias Relacionadas

Caprolactama

Solución muestra: Pesar aproximadamente 1,0 g del material de prueba y colocarlo en un matraz volumétrico de 10 mL, disolver agregando ácido fórmico anhidro. Diluir con ácido fórmico anhidro a volumen.

Solución primaria de caprolactama: Colocar 125 mg de ER Caprolactama USP en un matraz volumétrico de 50 mL, disolver agregando ácido fórmico anhidro. Diluir con ácido fórmico anhidro a volumen. La concentración de caprolactama de esta solución primaria es aproximadamente 2500 mg/L.

Soluciones de referencia: Pipetear y transferir 0; 2; 4; 6; 8 y 10 mL de *Solución primaria de caprolactama* a seis matraces volumétricos de 20 mL. Diluir con ácido fórmico anhidro a volumen. Las 6 soluciones de referencia así obtenidas (el *Blanco de la solución de referencia* y *Solución de referencia WS1 a WS5*) contienen 0; 250; 500; 750; 1000 y 1250 mg/L de caprolactama, respectivamente.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía (621)*, *Procedimientos Generales*, *Cromatografía de Gases*.)

Columna: 30 m × 0,25 mm; fase G25 de 0,25 µm

Temperaturas

Inyector: 250°

Columna: Mantener a 160° durante 2 minutos, aumentar a 210° a 5°/min y mantener a 210° durante 10 minutos

Detector: Detector de ionización a la llama, 250°

Gas transportador: Helio

Velocidad de flujo: 1 mL/min

Volumen de inyección: 1 µL

Tipo de inyección: Dividida; relación de partición, 3:1

Análisis

Acondicionamiento: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* en el sistema cromatográfico 3 veces.

Aptitud del sistema: Inyectar la *Solución de referencia WS4* en el sistema cromatográfico 5 veces. La desviación estándar relativa porcentual de las áreas de los picos obtenidos para estas inyecciones debe ser no más de 5%. El factor de simetría del pico de caprolactama obtenido para la tercera inyección debe estar entre 0,8 y 1,3.

Enjuague: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* una vez.

Calibración al inicio: Inyectar cada una de las 5 *Soluciones de referencia* una vez. Construir una curva de calibración lineal de las áreas de los picos obtenidos para las *Soluciones de referencia* en función de sus concentraciones de caprolactama. El coeficiente de correlación (*r*) obtenido para la línea de mejor ajuste de regresión lineal debe ser no menos de 0,99.

Enjuague: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* una vez.

Muestra: Inyectar la *Solución muestra* una vez. Inyectar no más de 6 *Soluciones muestra*.

Enjuague: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* una vez.

Calibración al final: Inyectar cada una de las 5 *Soluciones de referencia* una vez.

Cálculos: Construir una curva de calibración lineal de las áreas de los picos obtenidos para las *Soluciones de referencia* en función de sus concentraciones de caprolactama (tanto de la calibración al inicio como de la

calibración al final). El coeficiente de correlación (r) obtenido para la línea de mejor ajuste de regresión lineal debe ser no menos de 0,99. Calcular la cantidad de caprolactama en la *Solución muestra*, interpolando el valor del área del pico obtenido para la *Solución muestra* en la curva de calibración. Calcular la cantidad de caprolactama en el material de prueba, multiplicando este resultado por un factor de 10 y dividiendo el producto por el peso del material de prueba en gramos, produciendo un resultado en % en peso.

Criterios de aceptación: No más de 1%.

POLICARBONATO

Identificación

[NOTA—Sólo se requiere cumplimiento con un procedimiento de prueba para establecer la identidad del policarbonato.]

A. ESPECTROFOTOMETRÍA EN EL INFRARROJO

Referirse al capítulo (854).

Aparato: Usar un espectrofotómetro infrarrojo que pueda corregir por el espectro del blanco y medir en modo de transmisión o que esté equipado con un accesorio de reflectancia interna y una placa de reflectancia interna apropiada.

Preparación de la muestra

Modo de transmisión: Preparar una muestra con un espesor apropiado sin defectos visibles (grietas u orificios). Las muestras pueden compactarse para formar una película delgada y uniforme mediante exposición a temperaturas y presiones elevadas (2000 psi o más). Las temperaturas que se usan para generar las películas delgadas representan un balance entre producir una fusión (lo que determina la temperatura mínima necesaria) y la degradación de la muestra (lo que determina la temperatura máxima permitida). En último caso, las temperaturas que se usan son apropiadas si la película producida favorece el análisis infrarrojo.

Modo de reflectancia interna: Preparar una sección plana y cortarla según sea necesario para obtener un segmento que se pueda montar en el accesorio de reflectancia interna. Limpiar la muestra con papel seco o, si fuera necesario, con una tela suave empapada con metanol, cuidando de no rayar las superficies, y permitir que estas se sequen. Posteriormente, montar firmemente la muestra sobre la placa de reflexión interna asegurando el contacto adecuado de la superficie.

Procedimiento: Preparar una película prensada en caliente. Como alternativa, disolver 0,5 g de material de prueba en 10 mL de cloruro de metileno, calentando a ebullición bajo un condensador de reflujo durante 15 minutos. Colocar unas pocas gotas de la solución resultante en una placa de cloruro de sodio y evaporar el disolvente en una estufa a 80°. Determinar el espectro infrarrojo desde 3800 cm^{-1} hasta 650 cm^{-1} (2,6–15 μm).

Criterios de aceptación: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Policarbonato USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

B. ANÁLISIS TÉRMICO

Referirse al capítulo (891).

Preparación de la muestra: Colocar una muestra de tamaño apropiado en la bandeja de muestra. [NOTA—El buen contacto entre la bandeja y el termopar es esencial para obtener resultados reproducibles.]

Procedimiento: Determinar la curva de análisis térmico bajo nitrógeno, usando las condiciones de calentamiento/enfriamiento especificadas para el tipo de polímero y usando un equipo capaz de realizar las determinaciones según se describen en el capítulo (891). Calentar la muestra desde -20° hasta 300° con una velocidad de calentamiento de aproximadamente $10^\circ/\text{min}$. Enfriar rápidamente la muestra hasta temperatura ambiente.

Criterios de aceptación: La curva de análisis térmico de la muestra es similar a la curva de análisis térmico del ER Policarbonato USP y la temperatura del pico de fusión obtenida de la curva de análisis térmico de la muestra no difiere de la del ER en más de $8,0^\circ$. Tener en cuenta que los resultados del análisis por calorimetría diferencial de barrido dependen en gran medida de la cantidad de plastificante en el artículo de prueba.

Pruebas Físicoquímicas

Extracción con agua, Solución S1: Colocar 25 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato con junta de vidrio esmerilado. Agregar 500 mL de *Agua Purificada* y calentar a ebullición en condiciones de reflujo durante 5 horas. Dejar que la solución de extracción se enfríe y pasarla a través de un filtro de vidrio sinterizado. Recolectar el filtrado en un matraz volumétrico de 500 mL y diluir con *Agua Purificada* a volumen; la solución diluida se denomina *Solución S1*. Usar la *Solución S1* dentro de las 4 horas de su preparación.

Absorbancia

Referirse al capítulo (857).

Procedimiento: Determinar el espectro entre 220 y 340 nm en la *Solución S1*.

Criterios de aceptación: No más de 0,20. Si se excede la especificación de la absorbancia, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Acidez o alcalinidad

Solución indicadora BRF: 1,0 mg/mL de azul de bromotimol, 0,2 mg/mL de rojo de metilo y 2,0 mg/mL de fenolftaleína en alcohol. Filtrar la solución resultante.

Solución de anaranjado de metilo: Disolver 100 mg de anaranjado de metilo en 80 mL de *Agua Purificada* y diluir con alcohol hasta 100 mL. Prueba de sensibilidad: Agregar 0,1 mL de *Solución de anaranjado de metilo* a 100 mL de *Agua Purificada* exenta de dióxido de carbono. Se requiere no más de 0,1 mL de ácido clorhídrico 1 N para cambiar el color de amarillo a rojo.

Carbono orgánico total

Procedimiento: El contenido de carbono orgánico total de la *Solución S1* se mide de acuerdo con las metodologías generales descritas en el capítulo <643>. Sin embargo, aunque el capítulo <643> está diseñado para el análisis de agua de alta pureza con valores bajos de carbono orgánico total, los extractos de materiales pueden tener valores de carbono orgánico total superiores a los del *Agua Purificada* debido a las sustancias orgánicas extraídas. Por consiguiente, el método usado para realizar los análisis de carbono orgánico total debe tener un límite de detección de 0,2 mg/L (ppm) y debe tener un intervalo dinámico lineal demostrado de 0,2 a 20 mg/L (el cual abarca el límite de carbono orgánico total). Se puede usar un intervalo lineal con una concentración superior más alta siempre que se establezca la linealidad. Si los extractos de la muestra exceden este límite superior del intervalo lineal, se deben diluir apropiadamente para el análisis.

Criterios de aceptación: La diferencia entre las concentraciones de carbono orgánico total de la muestra y el blanco es no más de 5 mg/L. Si se excede la especificación del carbono orgánico total, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Sustancias Relacionadas

Disolventes residuales

Solución muestra: Pesar aproximadamente 1,0 g del material de prueba y colocarlo en un vial para muestreo de fase gaseosa de 20 mL. Agregar 10 mL de *N,N'*-dimetilformamida, tapar el vial y someter a ultrasonido durante 4 horas. Enfriar hasta temperatura ambiente. Preparar un blanco de muestra de manera similar.

Solución primaria de disolventes residuales: Pesar con exactitud 500 mg de cloruro de metileno, de tolueno y de etilbenceno, y 1250 mg de clorobenceno en un matraz volumétrico de 50 mL; disolver y ajustar con *N,N'*-dimetilformamida a volumen.

Solución madre de disolventes residuales: Transferir 5 mL de la *Solución primaria de disolventes residuales* a un matraz volumétrico de 100 mL; ajustar con *N,N'*-dimetilformamida a volumen. Esta solución tiene concentraciones teóricas de 500 mg/L de cloruro de metileno, de tolueno y de etilbenceno, y 1250 mg/L de clorobenceno.

Soluciones de referencia: Pipetear y transferir 0; 2; 3; 4; 5 y 6 mL de *Solución madre de disolventes residuales* a distintos matraces volumétricos de 100 mL, diluir con *N,N'*-dimetilformamida a volumen y mezclar bien. Las 6 soluciones de referencia así obtenidas (el *Blanco de la solución de referencia* y *Solución de referencia WS1 a WS5*) contienen 0; 10; 15; 20; 25 y 30 mg/L de cloruro de metileno, de tolueno y de etilbenceno, y 0; 25; 37,5; 50; 62,5 y 75 mg/L de clorobenceno, respectivamente. Transferir 10 mL de cada una de las soluciones de referencia individuales a viales para muestreo de fase gaseosa de 20 mL y tapar los viales.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* <621>, *Procedimientos Generales*, *Cromatografía de Gases*.)

Muestreador automático de fase gaseosa

Temperaturas

Termostato: 115°

Aguja: 110°

Transferencia: 120°

Tiempos

Termostato: 60 min

Presurización: 0,5 min

Inyección: 0,1 min

Extracción: 0,2 min

Presión del gas transportador: 20 psi

Columna: Acero inoxidable, 0,32 mm × 30 m, que contenga fase estacionaria (0,5 µm) recubierta con 100% de polietilenglicol ligado y entrecruzado; fase G39.

Temperaturas

Inyector: 140°

Columna: Iniciar a 50°, mantener durante 20 minutos. Calentar hasta 165° a 6°/min, mantener durante 20 minutos.

Detector: Detector de ionización a la llama, 250°

Gas transportador: Helio

Velocidad de flujo: Adecuada para mantener una presión constante de 10 psi

Volumen de inyección: 1 µL

Tipo de inyección: Dividida

Análisis

Acondicionamiento: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* en el sistema cromatográfico 2 veces.

Aptitud del sistema: Inyectar la *Solución de referencia WS3* en el sistema cromatográfico 5 veces. Tener en cuenta que se inyecta una inyección de cada vial del muestreador automático. La desviación estándar relativa porcentual de las áreas de los picos obtenidos para cada analito de estas inyecciones debe ser no más de 5%.

Calibración al inicio: Inyectar cada una de las 5 *Soluciones de referencia* una vez. Construir una curva de calibración lineal de las áreas de los picos obtenidos para las *Soluciones de referencia* en función de sus concentraciones de analito para cada analito. El coeficiente de correlación (*r*) obtenido para la línea de mejor ajuste de regresión lineal debe ser no menos de 0,99.

Enjuague: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* una vez.

Muestra: Inyectar la *Solución muestra* una vez, incluyendo el blanco de muestra. Inyectar no más de 6 *Soluciones muestra*.

Enjuague: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* una vez.

Calibración al final: Inyectar cada una de las 5 *Soluciones de referencia* una vez.

Cálculos: Construir una curva de calibración lineal de las áreas de los picos obtenidas para las *Soluciones de referencia* en función de sus concentraciones de analito (utilizando tanto de la calibración al inicio como de la calibración al final). El coeficiente de correlación (r) obtenido para la línea de mejor ajuste de regresión lineal debe ser no menos de 0,99. Calcular la cantidad de cada analito en la *Solución muestra*, interpolando el valor del área del pico obtenido para la *Solución muestra* en la curva de calibración.

Calcular la cantidad de cada analito en el material de prueba multiplicando este resultado por un factor de 10 y dividiendo el producto por el peso del material de prueba en gramos, produciendo un resultado en $\mu\text{g/g}$.

$$\text{Analito } (\mu\text{g/g}) = [\text{analito en la } \textit{Solución muestra} \text{ (mg/L)} \times 10] / \text{peso del material de prueba (g)}$$

Criterios de aceptación

Cloruro de metileno: No más de 200 $\mu\text{g/g}$

Tolueno: No más de 200 $\mu\text{g/g}$

Suma de tolueno y etilbenceno: No más de 200 $\mu\text{g/g}$

Clorobenceno: No más de 500 $\mu\text{g/g}$

Bisfenol A

[NOTA—Se monitorea el Bisfenol A aunque es un monómero residual y no un aditivo.]

Solución muestra: Pesar aproximadamente 1,0 g del material de prueba y colocarlo en un matraz de fondo redondo de 250 mL. Agregar 50 mL de cloruro de metileno y calentar ligeramente a aproximadamente 35° durante 1 hora bajo un condensador de reflujo para disolver el material de prueba. Enfriar la solución hasta temperatura ambiente y agregar lentamente 75 mL de metanol a la solución a temperatura ambiente, mezclando continuamente. Colocar en un refrigerador durante 2 horas para enfriar la solución resultante. Pasar la solución resultante a través de un filtro de vidrio sinterizado. Lavar el matraz de fondo redondo y el filtro dos veces con 15 mL de metanol. Evaporar el filtrado hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo en 5 mL de cloruro de metileno. Agregar 0,5 mL de esta solución y 0,5 mL de *N,O*-bis(trimetilsilil)trifluoroacetamida a un vial de 1,5 mL y cerrar el vial inmediatamente. Calentar el vial cerrado a 40° durante 2 horas y luego enfriar hasta temperatura ambiente. Preparar un blanco de muestra de manera similar.

Solución primaria de bisfenol A: Pesar con exactitud 20 mg de ER Bisfenol A USP en un matraz volumétrico de 200 mL; disolver y diluir con cloruro de metileno a volumen. La concentración de bisfenol A de esta solución primaria es aproximadamente 100 mg/L.

Soluciones de referencia: Pipetear y transferir 0; 5; 10; 20; 30 y 40 mL de *Solución primaria de bisfenol A* a seis matraces volumétricos de 100 mL. Diluir con cloruro de metileno a volumen y mezclar bien. Las 6 soluciones de referencia así obtenidas (el *Blanco de la solución de referencia* y *Solución de referencia WS1* a *WS5*) contienen 0; 5; 10; 20; 30 y 40 mg/L de bisfenol A, respectivamente.

Agregar 0,5 mL de cada una de las *Soluciones de referencia* y 0,5 mL de *N,O*-bis(trimetilsilil)trifluoroacetamida a viales distintos de 1,5 mL y cerrar los viales inmediatamente. Calentar los viales cerrados a 40° durante 2 horas y luego enfriar hasta temperatura ambiente.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales*, *Cromatografía de Gases*.)

Columna: Acero inoxidable, 25 m \times 0,25 mm, con fase estacionaria (0,25 μm) recubierta con 100% de dimetilpolisiloxano, fase G38

Temperaturas

Inyector: 300°

Columna: 250°

Detector: Detector de ionización a la llama, 300°

Gas transportador: Helio

Velocidad de flujo: Adecuada para mantener una presión constante de 13 psi

Volumen de inyección: 2 μL

Tipo de inyección: Dividida

Análisis

Acondicionamiento: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* en el sistema cromatográfico 3 veces.

Aptitud del sistema: Inyectar la *Solución de referencia WS3* en el sistema cromatográfico 5 veces. La desviación estándar relativa porcentual de las áreas de los picos obtenidos para estas inyecciones debe ser no más de 5%.

Enjuague: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* dos veces.

Calibración al inicio: Inyectar cada una de las 5 *Soluciones de referencia* una vez. Construir una curva de calibración lineal de las áreas de los picos obtenidos para las *Soluciones de referencia* en función de sus concentraciones de bisfenol A. El coeficiente de correlación (r) obtenido para la línea de mejor ajuste de regresión lineal debe ser no menos de 0,98.

Enjuague: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* una vez.

Muestra: Inyectar la *Solución muestra* una vez, incluyendo el blanco de muestra. Inyectar no más de 6 *Soluciones muestra*.

Enjuague: Inyectar el *Blanco de la solución de referencia* una vez.

Calibración al final: Inyectar cada una de las 5 *Soluciones de referencia* una vez.

Cálculos: Construir una curva de calibración lineal de las áreas de los picos obtenidas para las *Soluciones de referencia* en función de sus concentraciones de bisfenol A (tanto de la calibración al inicio como de la calibración al final). El coeficiente de correlación (r) obtenido para la línea de mejor ajuste de regresión lineal debe ser no menos de 0,99.

Calcular la cantidad de bisfenol A en la *Solución muestra*, interpolando el valor del área del pico obtenida para la *Solución muestra* en la curva de calibración.
Calcular la cantidad de bisfenol A en el material de prueba multiplicando este resultado por un factor de 5 y dividiendo el producto por el peso del material de prueba en gramos, produciendo un resultado en µg/g.

$$\text{Bisfenol A (µg/g)} = [\text{bisfenol A en la } \textit{Solución muestra} \text{ (mg/L)} \times 5] / \text{peso del material de prueba (g)}$$

Criterios de aceptación: No más de 100 µg/g

POLIETILENO

Identificación

[NOTA—Solo se requiere cumplimiento con un procedimiento de prueba para establecer la identidad del polietileno de baja densidad y el polietileno de alta densidad.]

• **A. ESPECTROFOTOMETRÍA EN EL INFRARROJO**

Referirse al capítulo (854).

Aparato: Usar un espectrofotómetro infrarrojo que pueda corregir por el espectro del blanco y medir en modo de transmisión o que esté equipado con un accesorio de reflectancia interna y una placa de reflectancia interna apropiada.

Preparación de la muestra

Modo de transmisión: Preparar una muestra con un espesor apropiado (aproximadamente 250 µm) sin defectos visibles (grietas u orificios). Las muestras pueden compactarse para formar una película delgada y uniforme mediante exposición a temperaturas y presiones elevadas (2000 psi o más). Las temperaturas que se usan para generar las películas delgadas representan un balance entre producir una fusión (lo que determina la temperatura mínima necesaria) y la degradación de la muestra (lo que determina la temperatura máxima permitida). En último caso, las temperaturas que se usan son apropiadas si la película producida favorece el análisis infrarrojo.

Modo de reflectancia interna: Preparar una sección plana y cortarla según sea necesario para obtener un segmento que se pueda montar en el accesorio de reflectancia interna. Limpiar la muestra con papel seco o, si fuera necesario, con una tela suave empapada con metanol, cuidando de no rayar las superficies, y permitir que estas se sequen. Posteriormente, montar firmemente la muestra sobre la placa de reflexión interna asegurando el contacto adecuado de la superficie.

Procedimiento: Colocar los cortes de muestra montados en el compartimiento de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo o en el accesorio de reflectancia interna y colocar el montaje en el haz de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo. Para reflectancia interna, ajustar la posición de la muestra y los espejos dentro del accesorio para permitir la máxima transmisión de luz del haz de referencia sin atenuar. (Para un instrumento de doble haz, atenuar el haz de referencia después de completar el ajuste en el accesorio para permitir la deflexión a escala completa durante el barrido de la muestra.) Determinar el espectro infrarrojo desde 3800 cm⁻¹ hasta 650 cm⁻¹ (2,6–15 µm).

Criterios de aceptación

Polietileno de baja densidad: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Polietileno de Baja Densidad USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

Polietileno de alta densidad: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Polietileno de Alta Densidad USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

• **B. ANÁLISIS TÉRMICO**

Referirse al capítulo (891).

Preparación de la muestra: Colocar una muestra de tamaño apropiado en la bandeja de muestra. [NOTA—El buen contacto entre la bandeja y el termopar es esencial para obtener resultados reproducibles.]

Procedimiento: Determinar la curva de análisis térmico bajo nitrógeno a temperaturas entre 40° y 200° con una velocidad de calentamiento entre 2° y 10°/min, seguido de enfriamiento con una velocidad entre 2° y 10°/min, hasta 40°. Usar un equipo capaz de realizar las determinaciones según se describen en el capítulo (891).

Criterios de aceptación

Polietileno de baja densidad: La curva de análisis térmico de la muestra es similar a la curva de análisis térmico del ER Polietileno de Baja Densidad USP y la temperatura del pico de fusión obtenida de la curva de análisis térmico de la muestra no difiere de la del ER en más de 8,0°.

Polietileno de alta densidad: La curva de análisis térmico de la muestra es similar a la curva de análisis térmico del ER Polietileno de Alta Densidad USP y la temperatura del pico de fusión obtenida de la curva de análisis térmico de la muestra no difiere de la del ER en más de 6,0°.

Pruebas Físicoquímicas

Extracción con agua, Solución S1: Colocar 25 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato con junta de vidrio esmerilado. Agregar 500 mL de *Agua Purificada* y calentar a ebullición en condiciones de reflujo durante 5 horas. Dejar que la solución de extracción se enfríe y pasarla a través de un filtro de vidrio sinterizado. Recolectar el filtrado en un matraz volumétrico de 500 mL y diluir con *Agua Purificada* a volumen; la solución diluida se denomina *Solución S1*. Usar la *Solución S1* dentro de las 4 horas de su preparación.

Absorbancia

Referirse al capítulo (857).

Procedimiento: Determinar el espectro entre 220 y 340 nm en la *Solución S1*.

Criterios de aceptación: No más de 0,2. Si se excede la especificación de la absorbancia, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Acidez o alcalinidad

Solución indicadora BRF: 1,0 mg/mL de azul de bromotimol, 0,2 mg/mL de rojo de metilo y 2,0 mg/mL de fenolftaleína en alcohol. Filtrar la solución resultante.

Solución de anaranjado de metilo: Disolver 100 mg de anaranjado de metilo en 80 mL de *Agua Purificada* y diluir con alcohol hasta 100 mL. Prueba de sensibilidad: Agregar 0,1 mL de *Solución de anaranjado de metilo* a 100 mL de *Agua Purificada* exenta de dióxido de carbono. Se requiere no más de 0,1 mL de ácido clorhídrico 1 N para cambiar el color de amarillo a rojo.

Procedimiento: A 100 mL de *Solución S1* agregar 0,15 mL de *Solución indicadora BRF*. Determinar el volumen consumido de hidróxido de sodio 0,01 N que se requiere para cambiar el color del indicador a azul. A una porción separada de 100 mL de *Solución S1* agregar 0,2 mL de *Solución de anaranjado de metilo*. Determinar el volumen consumido de ácido clorhídrico 0,01 N que se requiere para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Criterios de aceptación: Se requieren no más de 1,5 mL de hidróxido de sodio 0,01 N para cambiar el color del indicador a azul. Se requiere no más de 1,0 mL de ácido clorhídrico 0,01 N para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Carbono orgánico total

Procedimiento: El contenido de carbono orgánico total de la *Solución S1* se mide de acuerdo con las metodologías generales descritas en el capítulo (643). Sin embargo, aunque el capítulo (643) está diseñado para el análisis de agua de alta pureza con valores bajos de carbono orgánico total, los extractos de materiales pueden tener valores de carbono orgánico total superiores a los del *Agua Purificada* debido a las sustancias orgánicas extraídas. Por consiguiente, el método usado para realizar los análisis de carbono orgánico total debe tener un límite de detección de 0,2 mg/L (ppm) y debe tener un intervalo dinámico lineal demostrado de 0,2 a 20 mg/L (el cual abarca el límite de carbono orgánico total). Se puede usar un intervalo lineal con una concentración superior más alta siempre que se establezca la linealidad. Si los extractos de la muestra exceden este límite superior del intervalo lineal, se deben diluir apropiadamente para el análisis.

Criterios de aceptación: La diferencia entre las concentraciones de carbono orgánico total de la muestra y el blanco es no más de 5 mg/L. Si se excede la especificación del carbono orgánico total, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Aditivos para Plásticos

Se deben informar los resultados de prueba de estos análisis.

Antioxidantes fenólicos

Mezcla de disolventes: Acetonitrilo y tetrahidrofurano (50:50, v/v)

Extracción con tolueno, Solución S2: Colocar 2,0 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato de 250 mL con junta de vidrio esmerilado. Agregar 80 mL de tolueno y calentar a ebullición bajo un condensador de reflujo durante 1,5 horas, mezclando constantemente. Dejar que se enfríe hasta 60° y agregar, mezclando continuamente, 120 mL de metanol. Pasar la solución resultante a través de un filtro de vidrio sinterizado. Enjuagar el matraz y el filtro con 25 mL de una mezcla de 40 mL de tolueno y 60 mL de metanol, agregar los enjuagues al filtrado y diluir con la misma mezcla de disolventes hasta 250 mL para producir la *Solución S2*. Preparar una solución blanco.

Solución muestra S8: Evaporar 50 mL de *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo resultante con 5,0 mL de la *Mezcla de disolventes* para producir la *Solución muestra S8*. Preparar una solución blanco a partir de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2*.

Solución muestra S9: Evaporar 50 mL de *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo con 5,0 mL de cloruro de metileno para producir la *Solución muestra S9*. Preparar una solución blanco a partir de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2*.

Soluciones de referencia: De las siguientes soluciones de referencia, preparar únicamente aquellas que sean necesarias para el análisis de los antioxidantes fenólicos declarados en la composición de la sustancia a examinar.

Solución de referencia A: 0,1 mg/mL de ER Butil Hidroxitolueno USP y 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 1 USP preparados en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia B: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 2 USP y 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 3 USP preparados en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia C: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 4 USP y 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 5 USP preparados en cloruro de metileno.

Solución de referencia D: 0,1 mg/mL de ER Butil Hidroxitolueno USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia E: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 1 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia F: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 6 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia G: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 2 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia H: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 3 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia I: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 4 USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia J: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 5 USP preparado en cloruro de metileno.

- **PRUEBA A:** Si la sustancia a examinar contiene el aditivo butil hidroxitolueno y/o el aditivo bis[3,3-bis[3-(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]butanoato] de etileno (ER Aditivo para Plásticos 1 USP), realizar la *Prueba A*.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* <621>, *Procedimientos Generales, Cromatografía de Líquidos*.)

Fase móvil: Acetonitrilo y *Agua Purificada* (70:30, v/v)

Detector: UV 280 nm

Columna: 4,6 mm × 25 cm; relleno L1 de 5 µm

Velocidad de flujo: 2 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Tiempo de corrida: 30 min

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 5,0 entre los picos del aditivo ER Butil Hidroxitolueno USP y del ER Aditivo para Plásticos 1 USP (bis[3,3-bis[3-(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]butanoato] de etileno), *Solución de referencia A*

La *Solución muestra S8* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes declarados en la composición y picos menores que también corresponden a la solución blanco.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S8*, solución blanco correspondiente, *Solución de referencia A*, *Solución de referencia D*, *Solución de referencia E*, o ambas

Criterios de aceptación: Las áreas de los picos de la *Solución muestra S8* son menores que las áreas de los picos correspondientes de la *Solución de referencia D* o de la *Solución de referencia E*.

- **PRUEBA B:** Si la sustancia a examinar contiene uno o más de los siguientes antioxidantes: tetrakis[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato] de pentaeritritilo (ER Aditivo para Plásticos 2 USP); 2,2',2'',6,6',6''-hexa-*terc*-butil-4,4',4''-[(2,4,6-trimetil-1,3,5-benceno-triil)trismetil]trifenol (ER Aditivo para Plásticos 3 USP); 1,3,5-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)-s-triazina-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-triona (ER Aditivo para Plásticos 6 USP), realizar la *Prueba B*.

Fase móvil: Acetonitrilo, tetrahydrofurano y *Agua Purificada* (60:30:10, v/v/v)

Sistema cromatográfico: Realizar la prueba según se describe en la *Prueba A* con las siguientes modificaciones.

Detector: UV 280 nm

Velocidad de flujo: 1,5 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 2,0 entre los picos de ER Aditivo para Plásticos 2 USP (tetrakis[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato] de pentaeritritilo) y ER Aditivo para Plásticos 3 USP (2,2',2'',6,6',6''-hexa-*terc*-butil-4,4',4''-[(2,4,6-trimetil-1,3,5-benceno-triil)trismetil]trifenol), *Solución de referencia B*

La *Solución muestra S8* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes declarados en la composición y picos menores que también corresponden a la solución blanco.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S8*, solución blanco correspondiente, *Solución de referencia B*, y cualquiera de las *Soluciones de referencia* de los antioxidantes listados anteriormente que se declaran en la composición.

Criterios de aceptación: Las áreas de los picos de la *Solución muestra S8* son menores que las áreas correspondientes de las *Soluciones de referencia* de los antioxidantes listados anteriormente y que se declaran en la composición.

- **PRUEBA C:** Si la sustancia a examinar contiene ER Aditivo para Plásticos 4 USP (3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenilo)propionato de octadecilo) y/o ER Aditivo para Plásticos 5 USP (fosfito de tris(2,4-di-*terc*-butilfenilo)), realizar la *Prueba C*.

Fase móvil: Metanol, 2-propanol y *Agua Purificada* (50:45:5, v/v/v)

Sistema cromatográfico: Realizar la prueba según se describe en la *Prueba A* con las siguientes modificaciones.

Detector: UV 280 nm

Velocidad de flujo: 1,5 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 2,0 entre los picos de ER Aditivo para Plásticos 4 USP (3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo) y ER Aditivo para Plásticos 5 USP (fosfito de tris(2,4-di-*terc*-butilfenilo)), *Solución de referencia C*

La *Solución muestra S9* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes declarados en la composición y picos menores que también corresponden a la solución blanco.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S9*, solución blanco correspondiente, *Solución de referencia C*, y bien la *Solución de referencia I* o la *Solución de referencia J*

Criterios de aceptación: Las áreas de los picos de la *Solución muestra S9* son menores que las áreas de los picos correspondientes de la *Solución de referencia I* o de la *Solución de referencia J*.

Antioxidantes no fenólicos

Cloruro de metileno acidificado: Agregar 10 mL de ácido clorhídrico a 100 mL de cloruro de metileno, agitar, dejar en reposo y separar las dos capas. Usar la capa inferior.

Solución de yodo en etanol para detección: Disolver 10 g de yodo en 100 mL de alcohol absoluto. Almacenar protegida de la luz.

Solución muestra S10: Evaporar 100 mL de la *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo resultante con 2 mL de *Cloruro de metileno acidificado*.

Solución de referencia M: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 8 USP preparado en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Solución de referencia N: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 9 USP preparado en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Solución de referencia O: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 10 USP preparado en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Solución de referencia P: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 10 USP, y 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 9 USP preparados en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Fase móvil A: Hexano

Fase móvil B: Cloruro de metileno

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* <621>, *Procedimientos Generales, Cromatografía en Capa Delgada*.)

Placa: Gel de sílice para cromatografía en capa delgada GF₂₅₄

Volumen de aplicación: 20 µL

Desarrollo A: Recorrido de la *Fase móvil A* de 18 cm; secar al aire.

Desarrollo B: Recorrido de la *Fase móvil B* de 17 cm; secar al aire.

Detector: UV 254 nm; rociar con *Solución de yodo en etanol para detección* y examinar después de 10–15 minutos.

Aptitud del sistema

Resolución: El cromatograma presenta dos manchas claramente separadas, *Solución de referencia P*.

Análisis

Muestras: La *Solución muestra S10* y las soluciones de referencia correspondientes a todos los antioxidantes fenólicos y no fenólicos que se espera estén presentes en el material de prueba.

Criterios de aceptación: Ninguna mancha en el cromatograma de la *Solución muestra S10* es más intensa que las manchas en las mismas posiciones en los cromatogramas de las *Soluciones de referencia*.

Amidas y estearatos

Solución muestra: Usar la *Solución muestra S10* descrita en *Antioxidantes no fenólicos*.

Solución de referencia R: 2,0 mg/mL de ER Ácido Esteárico USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia S: 2,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 12 USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia T: 2,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 13 USP preparado en cloruro de metileno.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* <621>, *Procedimientos Generales, Cromatografía en Capa Delgada*.)

Placa: Gel de sílice para cromatografía en capa delgada GF₂₅₄

• **PRUEBA A**

Fase móvil: 2,2,4-trimetilpentano y etanol anhidro (75:25, v/v)

Volumen de aplicación: 10 µL

Desarrollo: Recorrido de la *Fase móvil* de 10 cm; secar al aire.

Detector: Rociar con una solución de 2 g/L de 2,6-diclorofenol-indofenol sódico en alcohol deshidratado y calentar en un horno a 120° durante unos pocos minutos para intensificar las manchas.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S10* y *Solución de referencia R*

Criterios de aceptación: Cualquier mancha correspondiente al aditivo ácido esteárico en la *Solución muestra S10* es idéntica en posición (R_f aproximadamente 0,5), pero no es más intensa que la mancha en la misma posición en la *Solución de referencia R*.

• **PRUEBA B**

Fase móvil A: Hexano

Fase móvil B: Cloruro de metileno y metanol (95:5, v/v)

Volumen de aplicación: 10 µL

Desarrollo A: Recorrido de la *Fase móvil A* de 13 cm; secar al aire.

Desarrollo B: Recorrido de la *Fase móvil B* de 10 cm; secar al aire.

Detector: Rociar con una solución de 40 g/L de ácido fosfomolíbico en alcohol deshidratado y calentar en un horno a 120° hasta que aparezcan manchas.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S10*, *Solución de referencia S*, y *Solución de referencia T*

Criterios de aceptación: Cualquier mancha correspondiente a los aditivos oleamida o erucamida en la *Solución muestra S10* es idéntica en posición (R_f aproximadamente 0,2), pero no es más intensa que las manchas correspondientes en la *Solución de referencia S* y la *Solución de referencia T*.

TEREFTALATO DE POLIETILENO Y TEREFTALATO DE POLIETILENO G

Identificación

[NOTA—Solo se requiere cumplimiento con un procedimiento de prueba para establecer la identidad del tereftalato de polietileno y tereftalato de polietileno G.]

• **A. ESPECTROFOTOMETRÍA EN EL INFRARROJO**

Referirse al capítulo <854>.

Aparato: Usar un espectrofotómetro infrarrojo que pueda corregir por el espectro del blanco y medir en modo de transmisión o que esté equipado con un accesorio de reflectancia interna y una placa de reflectancia interna apropiada.

Preparación de la muestra

Modo de transmisión: Preparar una muestra con un espesor apropiado sin defectos visibles (grietas u orificios). Las muestras pueden compactarse para formar una película delgada y uniforme mediante exposición a temperaturas y presiones elevadas (2000 psi o más). Las temperaturas que se usan para generar las películas delgadas representan un balance entre producir una fusión (lo que determina la temperatura mínima necesaria) y la degradación de la muestra (lo que determina la temperatura máxima permitida). En último caso, las temperaturas que se usan son apropiadas si la película producida favorece el análisis infrarrojo.

Modo de reflectancia interna: Preparar una sección plana y cortarla según sea necesario para obtener un segmento que se pueda montar en el accesorio de reflectancia interna. Limpiar la muestra con papel seco o, si fuera necesario,

con una tela suave empapada con metanol, cuidando de no rayar las superficies, y permitir que estas se sequen. Posteriormente, montar firmemente la muestra sobre la placa de reflexión interna asegurando el contacto adecuado de la superficie.

Procedimiento: Colocar los cortes de muestra montados en el compartimiento de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo o en el accesorio de reflectancia interna y colocar el montaje en el haz de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo. Para reflectancia interna, ajustar la posición de la muestra y los espejos dentro del accesorio para permitir la máxima transmisión de luz del haz de referencia sin atenuar. (Para un instrumento de doble haz, atenuar el haz de referencia después de completar el ajuste en el accesorio para permitir la deflexión a escala completa durante el barrido de la muestra.) Determinar el espectro infrarrojo desde 3800 cm^{-1} hasta 650 cm^{-1} ($2,6\text{--}15\text{ }\mu\text{m}$).

Criterios de aceptación: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Tereftalato de Polietileno USP o el ER Tereftalato de Polietileno G USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

• B. ANÁLISIS TÉRMICO

Referirse al capítulo (891).

Preparación de la muestra: Colocar una muestra de tamaño apropiado en la bandeja de muestra. [NOTA—El buen contacto entre la bandeja y el termopar es esencial para obtener resultados reproducibles.]

Procedimientos

Tereftalato de polietileno: Determinar la curva de análisis térmico bajo nitrógeno, usando las condiciones de calentamiento/enfriamiento especificadas para el tipo de polímero y usando un equipo capaz de realizar las determinaciones según se describen en el capítulo (891). Calentar la muestra de temperatura ambiente hasta 280° con una velocidad de calentamiento de aproximadamente $20^\circ/\text{min}$. Mantener la muestra a 280° durante 1 minuto. Enfriar rápidamente la muestra hasta temperatura ambiente y volver a calentarla hasta 280° con una velocidad de calentamiento de $5^\circ/\text{min}$.

Tereftalato de polietileno G: Determinar la curva de análisis térmico bajo nitrógeno, usando las condiciones de calentamiento/enfriamiento especificadas para el tipo de polímero y usando un equipo capaz de realizar las determinaciones según se describen en el capítulo (891). Calentar la muestra de temperatura ambiente hasta 120° con una velocidad de calentamiento de aproximadamente $20^\circ/\text{min}$. Mantener la muestra a 120° durante 1 minuto. Enfriar rápidamente la muestra hasta temperatura ambiente y volver a calentarla hasta 120° con una velocidad de calentamiento de $10^\circ/\text{min}$.

Criterios de aceptación

Tereftalato de polietileno: La curva de análisis térmico de la muestra es similar a la curva de análisis térmico del ER Tereftalato de Polietileno USP y la temperatura del pico de fusión obtenida de la curva de análisis térmico de la muestra no difiere de la del ER en más de $4,0^\circ$.

Tereftalato de polietileno G: La curva de análisis térmico de la muestra es similar a la curva de análisis térmico del ER Tereftalato de Polietileno G USP. La temperatura del pico de fusión obtenida de la curva de análisis térmico de la muestra no difiere de la del ER en más de $6,0^\circ$.

Pruebas Físicoquímicas

Extracción con agua, Solución S1: Colocar 10 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato con junta de vidrio esmerilado. Agregar 200 mL de *Agua Purificada* y calentar a 50° durante 5 horas. Dejar que se enfríe, decantar la solución en un matraz volumétrico de 200 mL y diluir con *Agua Purificada* a volumen; la muestra diluida se denomina *Solución S1*. Usar la *Solución S1* dentro de las 4 horas de su preparación.

Extracción con alcohol, Solución S5: Colocar 10 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato con junta de vidrio esmerilado. Agregar 100 mL de alcohol absoluto y calentar a 50° durante 5 horas. Dejar que se enfríe y que los sólidos sedimenten, luego decantar la solución para producir la *Solución S5*. Usar la *Solución S5* dentro de las 4 horas de su preparación.

Absorbancia

Referirse al capítulo (857).

Procedimiento: Determinar el espectro entre 220 y 340 nm en la *Solución S1*. Para tereftalato de polietileno con color, determinar el espectro entre 400 y 800 nm en la *Solución S1*. Para tereftalato de polietileno con color y sin color, determinar el espectro entre 400 y 800 nm en la *Solución S5*.

Criterios de aceptación: No más de 0,2 para la *Solución S1* y 0,05 para la *Solución S5*. Adicionalmente, para el tereftalato de polietileno con color, la absorbancia máxima entre 400 y 800 nm es 0,05 para la *Solución S1*. Si se excede la especificación de la absorbancia, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Acidez o alcalinidad

Solución indicadora BRF: 1,0 mg/mL de azul de bromotimol, 0,2 mg/mL de rojo de metilo y 2,0 mg/mL de fenoltaleína en alcohol. Filtrar la solución resultante.

Solución de anaranjado de metilo: Disolver 100 mg de anaranjado de metilo en 80 mL de *Agua Purificada* y diluir con alcohol hasta 100 mL. Prueba de sensibilidad: Agregar 0,1 mL de *Solución de anaranjado de metilo* a 100 mL de *Agua Purificada* exenta de dióxido de carbono. Se requiere no más de 0,1 mL de ácido clorhídrico 1 N para cambiar el color de amarillo a rojo.

Procedimiento: A 50 mL de *Solución S1* agregar 0,15 mL de *Solución indicadora BRF*. Determinar el volumen consumido de hidróxido de sodio 0,01 N que se requiere para cambiar el color del indicador a azul. A una porción separada de 50 mL de *Solución S1* agregar 0,2 mL de *Solución de anaranjado de metilo*. Determinar el volumen consumido de

ácido clorhídrico 0,01 N que se requiere para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Criterios de aceptación: Se requieren no más de 0,5 mL de hidróxido de sodio 0,01 N para cambiar el color del indicador a azul. Se requieren no más de 0,5 mL de ácido clorhídrico 0,01 N para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Carbono orgánico total

Procedimiento: El contenido de carbono orgánico total de la *Solución S1* se mide de acuerdo con las metodologías generales descritas en el capítulo (643). Sin embargo, aunque el capítulo (643) está diseñado para el análisis de agua de alta pureza con valores bajos de carbono orgánico total, los extractos de materiales pueden tener valores de carbono orgánico total superiores a los del *Agua Purificada* debido a las sustancias orgánicas extraídas. Por consiguiente, el método usado para realizar los análisis de carbono orgánico total debe tener un límite de detección de 0,2 mg/L (ppm) y debe tener un intervalo dinámico lineal demostrado de 0,2 a 20 mg/L (el cual abarca el límite de carbono orgánico total). Se puede usar un intervalo lineal con una concentración superior más alta siempre que se establezca la linealidad. Si los extractos de la muestra exceden este límite superior del intervalo lineal, se deben diluir apropiadamente para el análisis.

Criterios de aceptación: La diferencia entre las concentraciones de carbono orgánico total de la muestra y el blanco es no más de 5 mg/L. Si se excede la especificación del carbono orgánico total, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

POLI(ETILEN-VINIL ACETATO)

Identificación

[NOTA—Solo se requiere cumplimiento con un procedimiento de prueba para establecer la identidad del poli(etilen-vinil acetato).]

• A. ESPECTROFOTOMETRÍA EN EL INFRARROJO

Referirse al capítulo (854).

Aparato: Usar un espectrofotómetro infrarrojo que pueda corregir por el espectro del blanco y medir en modo de transmisión o que esté equipado con un accesorio de reflectancia interna y una placa de reflectancia interna apropiada.

Preparación de la muestra

Modo de transmisión: Preparar una muestra con un espesor apropiado sin defectos visibles (grietas u orificios). Las muestras pueden compactarse para formar una película delgada y uniforme mediante exposición a temperaturas y presiones elevadas (2000 psi o más). Las temperaturas que se usan para generar las películas delgadas representan un balance entre producir una fusión (lo que determina la temperatura mínima necesaria) y la degradación de la muestra (lo que determina la temperatura máxima permitida). En último caso, las temperaturas que se usan son apropiadas si la película producida favorece el análisis infrarrojo.

Modo de reflectancia interna: Preparar una sección plana y cortarla según sea necesario para obtener un segmento que se pueda montar en el accesorio de reflectancia interna. Limpiar la muestra con papel seco o, si fuera necesario, con una tela suave empapada con metanol, cuidando de no rayar las superficies, y permitir que estas se sequen. Posteriormente, montar firmemente la muestra sobre la placa de reflexión interna asegurando el contacto adecuado de la superficie.

Procedimiento: Colocar los cortes de muestra montados en el compartimiento de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo o en el accesorio de reflectancia interna y colocar el montaje en el haz de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo. Para reflectancia interna, ajustar la posición de la muestra y los espejos dentro del accesorio para permitir la máxima transmisión de luz del haz de referencia sin atenuar. (Para un instrumento de doble haz, atenuar el haz de referencia después de completar el ajuste en el accesorio para permitir la deflexión a escala completa durante el barrido de la muestra.) Determinar el espectro infrarrojo desde 3800 cm^{-1} hasta 650 cm^{-1} (2,6–15 μm).

Criterios de aceptación: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Poli(etilen-vinil acetato) USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

• B. ANÁLISIS TÉRMICO

Referirse al capítulo (891).

Preparación de la muestra: Colocar una muestra de tamaño apropiado en la bandeja de muestra. [NOTA—El buen contacto entre la bandeja y el termopar es esencial para obtener resultados reproducibles.]

Procedimiento: Determinar la curva de análisis térmico bajo nitrógeno, usando las condiciones de calentamiento/enfriamiento especificadas para el tipo de polímero y usando un equipo capaz de realizar las determinaciones según se describen en el capítulo (891). Calentar la muestra desde -50° hasta 120° con una velocidad de calentamiento de aproximadamente $10^{\circ}/\text{min}$. Enfriar rápidamente la muestra hasta temperatura ambiente.

Criterios de aceptación: La curva de análisis térmico de la muestra es similar a la curva de análisis térmico del ER Poli(etilen-vinil acetato) USP, y la temperatura del punto de fusión obtenida de la curva de análisis térmico de la muestra no difiere de la del ER en más de $6,0^{\circ}$.

Pruebas Físicoquímicas

Extracción con agua, Solución S1: Colocar 25 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato con junta de vidrio esmerilado. Agregar 500 mL de *Agua Purificada* y calentar a ebullición en condiciones de reflujo durante 5 horas. Dejar que la solución de extracción se enfríe y pasarla a través de un filtro de vidrio sinterizado. Recolectar el filtrado en un matraz volumétrico de 500 mL y diluir con *Agua Purificada* a volumen; la solución diluida se denomina *Solución S1*. Usar la *Solución S1* dentro de las 4 horas de su preparación.

Absorbancia

Referirse al capítulo (857).

Procedimiento: Determinar el espectro entre 220 y 340 nm en la *Solución S1*.

Criterios de aceptación: No más de 0,2. Si se excede la especificación de la absorbancia, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Acidez o alcalinidad

Solución indicadora BRF: 1,0 mg/mL de azul de bromotimol, 0,2 mg/mL de rojo de metilo y 2,0 mg/mL de fenoltaleína en alcohol. Filtrar la solución resultante.

Solución de anaranjado de metilo: Disolver 100 mg de anaranjado de metilo en 80 mL de *Agua Purificada* y diluir con alcohol hasta 100 mL. Prueba de sensibilidad: Agregar 0,1 mL de *Solución de anaranjado de metilo* a 100 mL de *Agua Purificada* exenta de dióxido de carbono. Se requiere no más de 0,1 mL de ácido clorhídrico 1 N para cambiar el color de amarillo a rojo.

Procedimiento: A 100 mL de *Solución S1* agregar 0,15 mL de *Solución indicadora BRF*. Determinar el volumen consumido de hidróxido de sodio 0,01 N que se requiere para cambiar el color del indicador a azul. A una porción separada de 100 mL de *Solución S1* agregar 0,2 mL de *Solución de anaranjado de metilo*. Determinar el volumen consumido de ácido clorhídrico 0,01 N que se requiere para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Criterios de aceptación: Se requiere no más de 1,0 mL de ácido clorhídrico 0,01 N para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Carbono orgánico total

Procedimiento: El contenido de carbono orgánico total de la *Solución S1* se mide de acuerdo con las metodologías generales descritas en el capítulo (643). Sin embargo, aunque el capítulo (643) está diseñado para el análisis de agua de alta pureza con valores bajos de carbono orgánico total, los extractos de materiales pueden tener valores de carbono orgánico total superiores a los del *Agua Purificada* debido a las sustancias orgánicas extraídas. Por consiguiente, el método usado para realizar los análisis de carbono orgánico total debe tener un límite de detección de 0,2 mg/L (ppm) y debe tener un intervalo dinámico lineal demostrado de 0,2 a 20 mg/L (el cual abarca el límite de carbono orgánico total). Se puede usar un intervalo lineal con una concentración superior más alta siempre que se establezca la linealidad. Si los extractos de la muestra exceden este límite superior del intervalo lineal, se deben diluir apropiadamente para el análisis.

Criterios de aceptación: La diferencia entre las concentraciones de carbono orgánico total de la muestra y el blanco es no más de 5 mg/L. Si se excede la especificación del carbono orgánico total, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Aditivos para Plásticos

Se deben informar los resultados de prueba de estos análisis.

Antioxidantes fenólicos

Mezcla de disolventes: Acetonitrilo y tetrahidrofurano (50:50, v/v)

Extracción con tolueno, Solución S2: Colocar 2,0 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato de 250 mL con junta de vidrio esmerilado. Agregar 80 mL de tolueno y calentar a ebullición bajo un condensador de reflujo durante 1,5 horas, mezclando constantemente. Dejar que se enfríe hasta 60° y agregar, mezclando continuamente, 120 mL de metanol. Pasar la solución resultante a través de un filtro de vidrio sinterizado. Enjuagar el matraz y el filtro con 25 mL de una mezcla de 40 mL de tolueno y 60 mL de metanol, agregar los enjuagues al filtrado y diluir hasta 250 mL con la misma mezcla de disolventes para producir la *Solución S2*. Preparar una solución blanco.

Solución muestra S12: Evaporar 50 mL de *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo resultante con 5,0 mL de la *Mezcla de disolventes* para producir la *Solución muestra S12*. Preparar una solución blanco a partir de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2*.

Solución muestra S13: Evaporar 50 mL de *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo con 5,0 mL de cloruro de metileno para producir la *Solución muestra S13*. Preparar una solución blanco a partir de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2*.

Soluciones de referencia

De las siguientes soluciones de referencia, preparar únicamente aquellas que sean necesarias para el análisis de los antioxidantes fenólicos declarados en la composición de la sustancia a examinar.

Solución de referencia K: 0,1 mg/mL de ER Butil Hidroxitolueno USP, 0,16 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 2 USP, 0,16 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 3 USP, y 0,16 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 4 USP preparados en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia L: 0,16 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 4 USP y 0,16 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 5 USP preparados en cloruro de metileno.

• PRUEBA A

Fase móvil: Tetrahidrofurano, acetonitrilo y *Agua Purificada* (30:60:10, v/v)

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales*, *Cromatografía de Líquidos*.)

Detector: UV 280 nm

Columna: 4,6 mm × 25 cm; relleno L1 de 5 µm

Velocidad de flujo: 1,5 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Tiempo de corrida: 30 min

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 2,0 entre los picos de ER Aditivo para Plásticos 2 USP y ER Aditivo para Plásticos 3 USP, *Solución de referencia K*

Eficiencia de la columna: Mínimo 2500 platos teóricos, calculada para ER Butil Hidroxitolueno USP, *Solución de referencia K*

Análisis

Muestras: *Solución muestra S12*, solución blanco correspondiente, y *Solución de referencia K*

Criterios de aceptación: La *Solución muestra S12* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes presentes en la *Solución de referencia K* y picos menores que también corresponden a la solución blanco. Las áreas de los picos de la *Solución muestra S12* son menores que las áreas de los picos correspondientes de la *Solución de referencia K*.

- **PRUEBA B:** Si el cromatograma obtenido en la *Prueba A* para la *Solución muestra S12* presenta un pico con el mismo tiempo de retención que el último antioxidante que eluye en la *Solución de referencia K*, realizar la *Prueba B*.

Fase móvil: 2-propanol, metanol y *Agua Purificada* (45:50:5, v/v/v)

Sistema cromatográfico: Realizar la prueba según se describe en la *Prueba A* con las siguientes modificaciones.

Detector: UV 280 nm

Velocidad de flujo: 1,5 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 2,0 entre ER Aditivo para Plásticos 4 USP y ER Aditivo para Plásticos 5 USP, *Solución de referencia L*

Análisis

Muestras: *Solución muestra S13*, solución blanco correspondiente, y *Solución de referencia L*.

Criterios de aceptación: La *Solución muestra S13* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes presentes en la *Solución de referencia L* y picos menores que también corresponden a la solución blanco. Las áreas de los picos de la *Solución muestra S13* son menores que las áreas de los picos correspondientes de la *Solución de referencia L*.

Amidas y ácido esteárico

Solución muestra S14: Evaporar 100 mL de la *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo resultante con 2 mL de cloruro de metileno acidificado para producir la *Solución muestra S14*.

Solución de referencia R: 2,0 mg/mL de ER Ácido Esteárico USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia S: 0,8 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 12 USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia T: 0,8 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 13 USP preparado en cloruro de metileno.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales, Cromatografía en Capa Delgada*.)

Placa: Gel de sílice para cromatografía en capa delgada GF₂₅₄

• **PRUEBA A**

Fase móvil: Etanol anhidro y trimetilpentano (25:75, v/v)

Volumen de aplicación: 10 µL

Desarrollo: Recorrido de la *Fase móvil* de 10 cm; secar al aire.

Detector: Rocíar con una solución de 2 g/L de 2,6-diclorofenol-indofenol sódico en alcohol deshidratado y calentar en un horno a 120° durante unos pocos minutos para intensificar las manchas.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S14* y *Solución de referencia R*

Criterios de aceptación: Cualquier mancha correspondiente al aditivo ácido esteárico en la *Solución muestra S14* es idéntica en posición, pero no es más intensa que la mancha en la misma posición en la *Solución de referencia R*.

• **PRUEBA B**

Sistema cromatográfico: (Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales, Cromatografía en Capa Delgada*.)

Placa: Gel de sílice para cromatografía en capa delgada GF₂₅₄

Fase móvil A: Hexano

Fase móvil B: Cloruro de metileno y metanol (95:5, v/v)

Aplicación: 10 µL

Desarrollo A: Recorrido de la *Fase móvil A* de 13 cm; secar al aire.

Desarrollo B: Recorrido de la *Fase móvil B* de 10 cm; secar al aire.

Detector: Rocíar con una solución de 40 g/L de ácido fosfomolibdico en alcohol deshidratado y calentar en un horno a 120° hasta que aparezcan manchas.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S14*, *Solución de referencia S*, y *Solución de referencia T*.

Criterios de aceptación: Cualquier mancha correspondiente a los aditivos oleamida o erucamida en la *Solución muestra S14* es idéntica en posición, pero no es más intensa que las manchas correspondientes en la *Solución de referencia S* y la *Solución de referencia T*.

Sustancias Relacionadas

Contenido de acetato de vinilo

Hidróxido de potasio alcohólico: Disolver 6,6 g de hidróxido de potasio en 50 mL de *Agua Purificada* y diluir con alcohol deshidratado hasta 1000 mL.

Solución muestra: Colocar 0,25–1,0 g del material de prueba en un matraz Erlenmeyer de 300 mL que contenga un agitador magnético. Preparar un blanco de extracción usando un matraz Erlenmeyer de 300 mL vacío. Agregar

40 mL de xileno y calentar a ebullición bajo un condensador de reflujo mezclando durante 4 horas. Después de calentar, seguir mezclando, de manera que la solución se enfríe al punto en que se inicie la precipitación. Agregar lentamente 25 mL de hidróxido de potasio alcohólico. Calentar a ebullición nuevamente bajo un condensador de reflujo durante 3 horas, mezclando continuamente. Mientras se mezcla, dejar que la solución se enfríe, enjuagar el condensador con 50 mL de agua y agregar 30 mL de ácido sulfúrico 0,05 M al matraz. Transferir el contenido del matraz a un vaso de precipitados de 400 mL, enjuagando el matraz con lo siguiente:

- 2 porciones, de 50 mL cada una, de una solución de 200 g/L de sulfato de sodio anhidro
- 3 porciones, de 20 mL cada una, de agua

Agregar los enjuagues al vaso de precipitados.

Procedimiento: Valorar el exceso de ácido sulfúrico en la *Solución muestra* con hidróxido de sodio 0,1 M, determinando potenciométricamente el punto final. Realizar una valoración volumétrica del blanco de extracción.

Cálculos: Determinar la cantidad de solución volumétrica (mL) requerida restando el volumen de solución volumétrica usado para el blanco de extracción (mL) del volumen usado para el extracto (mL). Determinar la cantidad de acetato de vinilo multiplicando el volumen de solución volumétrica requerido por el factor (8,609 mg/mL). El contenido de acetato de vinilo se calcula según se indica a continuación:

Contenido de acetato de vinilo (% en peso) = [cantidad de acetato de vinilo (mg)/peso del material extraído (g)]/10

Criterios de aceptación: No más de 25% en peso

POLIPROPILENO

Identificación

[NOTA—Solo se requiere cumplimiento con un procedimiento de prueba para establecer la identidad del polipropileno.]

• A. ESPECTROFOTOMETRÍA EN EL INFRARROJO

Referirse al capítulo (854).

Aparato: Usar un espectrofotómetro infrarrojo que pueda corregir por el espectro del blanco y medir en modo de transmisión o que esté equipado con un accesorio de reflectancia interna y una placa de reflectancia interna apropiada.

Preparación de la muestra

Modo de transmisión: Preparar una muestra con un espesor apropiado (aproximadamente 100 μm) sin defectos visibles (grietas u orificios). Las muestras pueden compactarse para formar una película delgada y uniforme mediante exposición a temperaturas y presiones elevadas (2000 psi o más). Las temperaturas que se usan para generar las películas delgadas representan un balance entre producir una fusión (lo que determina la temperatura mínima necesaria) y la degradación de la muestra (lo que determina la temperatura máxima permitida). En último caso, las temperaturas que se usan son apropiadas si la película producida favorece el análisis infrarrojo.

Modo de reflectancia interna: Preparar una sección plana y cortarla según sea necesario para obtener un segmento que se pueda montar en el accesorio de reflectancia interna. Limpiar la muestra con papel seco o, si fuera necesario, con una tela suave empapada con metanol, cuidando de no rayar las superficies, y permitir que estas se sequen. Posteriormente, montar firmemente la muestra sobre la placa de reflexión interna asegurando el contacto adecuado de la superficie.

Procedimiento: Colocar los cortes de muestra montados en el compartimiento de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo o en el accesorio de reflectancia interna y colocar el montaje en el haz de la muestra del espectrofotómetro infrarrojo. Para reflectancia interna, ajustar la posición de la muestra y los espejos dentro del accesorio para permitir la máxima transmisión de luz del haz de referencia sin atenuar. (Para un instrumento de doble haz, atenuar el haz de referencia después de completar el ajuste en el accesorio para permitir la deflexión a escala completa durante el barrido de la muestra.) Determinar el espectro infrarrojo desde 3800 cm^{-1} hasta 650 cm^{-1} (2,6–15 μm).

Criterios de aceptación: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Homopolímero de Polipropileno USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

• B. ANÁLISIS TÉRMICO

Referirse al capítulo (891).

Preparación de la muestra: Colocar una muestra de tamaño apropiado en la bandeja de muestra. [NOTA—El buen contacto entre la bandeja y el termopar es esencial para obtener resultados reproducibles.]

Procedimiento: Determinar la curva de análisis térmico bajo nitrógeno, usando las condiciones de calentamiento/enfriamiento especificadas para el tipo de polímero y usando un equipo capaz de realizar las determinaciones según se describen en el capítulo (891). Calentar la muestra desde temperatura ambiente hasta 30° por encima del punto de fusión. Mantener la temperatura durante 10 minutos, luego enfriar hasta 50° por debajo de la temperatura del pico de cristalización con una velocidad de 10° a $20^\circ/\text{minuto}$.

Criterios de aceptación: La temperatura del pico de fusión en la curva de análisis térmico no difiere de la del ER Homopolímero de Polipropileno USP en más de $12,0^\circ$.

Pruebas Físicoquímicas

Extracción con agua, Solución S1: Colocar 25 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato con junta de vidrio esmerilado. Agregar 500 mL de *Agua Purificada* y calentar a ebullición en condiciones de reflujo durante 5 horas. Dejar que la solución de extracción se enfríe y pasarla a través de un filtro de vidrio sinterizado. Recolectar el filtrado en un matraz volumétrico de 500 mL y diluir con *Agua Purificada* a volumen; la solución diluida se denomina *Solución S1*. Usar la *Solución S1* dentro de las 4 horas de su preparación.

Absorbancia

Referirse al capítulo (857).

Procedimiento: Determinar el espectro entre 220 y 340 nm en la *Solución S1*.

Criterios de aceptación: No más de 0,2. Si se excede la especificación de la absorbancia, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Acidez o alcalinidad

Solución indicadora BRF: 1,0 mg/mL de azul de bromotimol, 0,2 mg/mL de rojo de metilo y 2,0 mg/mL de fenolftaleína en alcohol. Filtrar la solución resultante.

Solución de anaranjado de metilo: Disolver 100 mg de anaranjado de metilo en 80 mL de *Agua Purificada* y diluir con alcohol hasta 100 mL. Prueba de sensibilidad: Agregar 0,1 mL de *Solución de anaranjado de metilo* a 100 mL de *Agua Purificada* exenta de dióxido de carbono. Se requiere no más de 0,1 mL de ácido clorhídrico 1 N para cambiar el color de amarillo a rojo.

Procedimiento: A 100 mL de *Solución S1* agregar 0,15 mL de *Solución indicadora BRF*. Determinar el volumen consumido de hidróxido de sodio 0,01 N que se requiere para cambiar el color del indicador a azul. A una porción separada de 100 mL de *Solución S1* agregar 0,2 mL de *Solución de anaranjado de metilo*. Determinar el volumen consumido de ácido clorhídrico 0,01 N que se requiere para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Criterios de aceptación: Se requieren no más de 1,5 mL de hidróxido de sodio 0,01 N para cambiar el color del indicador a azul. Se requiere no más de 1,0 mL de ácido clorhídrico 0,01 N para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Carbono orgánico total

Procedimiento: El contenido de carbono orgánico total de la *Solución S1* se mide de acuerdo con las metodologías generales descritas en el capítulo (643). Sin embargo, aunque el capítulo (643) está diseñado para el análisis de agua de alta pureza con valores bajos de carbono orgánico total, los extractos de materiales pueden tener valores de carbono orgánico total superiores a los del *Agua Purificada* debido a las sustancias orgánicas extraídas. Por consiguiente, el método usado para realizar los análisis de carbono orgánico total debe tener un límite de detección de 0,2 mg/L (ppm) y debe tener un intervalo dinámico lineal demostrado de 0,2 a 20 mg/L (el cual abarca el límite de carbono orgánico total). Se puede usar un intervalo lineal con una concentración superior más alta siempre que se establezca la linealidad. Si los extractos de la muestra exceden este límite superior del intervalo lineal, se deben diluir apropiadamente para el análisis.

Criterios de aceptación: La diferencia entre las concentraciones de carbono orgánico total de la muestra y el blanco es no más de 5 mg/L. Si se excede la especificación del carbono orgánico total, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Aditivos para Plásticos

Se deben informar los resultados de prueba de estos análisis.

Antioxidantes fenólicos

Mezcla de disolventes: Acetonitrilo y tetrahidrofurano (50:50, v/v)

Extracción con tolueno, Solución S2: Colocar 2,0 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato de 250 mL con junta de vidrio esmerilado. Agregar 80 mL de tolueno y calentar a ebullición bajo un condensador de reflujo durante 1,5 horas, mezclando constantemente. Dejar que se enfríe hasta 60° y agregar, mezclando continuamente, 120 mL de metanol. Pasar la solución resultante a través de un filtro de vidrio sinterizado. Enjuagar el matraz y el filtro con 25 mL de una mezcla de 40 mL de tolueno y 60 mL de metanol, agregar los enjuagues al filtrado y diluir con la misma mezcla de disolventes hasta 250 mL para producir la *Solución S2*. Preparar una solución blanco.

Solución muestra S8: Evaporar 50 mL de *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo resultante con 5,0 mL de la *Mezcla de disolventes* para producir la *Solución muestra S8*. Preparar una solución blanco a partir de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2*.

Solución muestra S9: Evaporar 50 mL de *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo con 5,0 mL de cloruro de metileno para producir la *Solución muestra S9*. Preparar una solución blanco a partir de la solución blanco correspondiente a la *Solución S2*.

Soluciones de referencia: De las siguientes soluciones de referencia, preparar únicamente aquellas que sean necesarias para el análisis de los antioxidantes fenólicos declarados en la composición de la sustancia a examinar.

Solución de referencia A: 0,1 mg/mL de ER Butil Hidroxitolueno USP y 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 1 USP preparados en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia B: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 2 USP y 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 3 USP preparados en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia C: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 4 USP y 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 5 USP preparados en cloruro de metileno.

Solución de referencia D: 0,1 mg/mL de ER Butil Hidroxitolueno USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia E: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 1 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia F: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 6 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia G: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 2 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia H: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 3 USP preparado en la *Mezcla de disolventes*.

Solución de referencia I: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 4 USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia J: 0,24 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 5 USP preparado en cloruro de metileno.

- **PRUEBA A:** Si la sustancia a examinar contiene el aditivo butil hidroxitolueno y/o el aditivo bis[3,3-bis[3-(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]butanoato] de etileno (ER Aditivo para Plásticos 1 USP), realizar la *Prueba A*.

Fase móvil: Acetonitrilo y *Agua Purificada* (70:30, v/v)

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales, Cromatografía de Líquidos*.)

Detector: UV 280 nm

Columna: 4,6 mm × 25 cm; relleno L1 de 5 µm

Velocidad de flujo: 2 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Tiempo de corrida: 30 min

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 5,0 entre los picos del aditivo butil hidroxitolueno y el ER Aditivo para Plásticos 1 USP (bis[3,3-bis[3-(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]butanoato] de etileno), *Solución de referencia A*

La *Solución muestra S8* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes declarados en la composición y picos menores que también corresponden a la solución blanco.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S8*, solución blanco correspondiente, *Solución de referencia A*, y *Solución de referencia D*, *Solución de referencia E*, o ambas

Criterios de aceptación: Las áreas de los picos de la *Solución muestra S8* son menores que las áreas de los picos correspondientes de la *Solución de referencia D* o de la *Solución de referencia E*.

- **PRUEBA B:** Si la sustancia a examinar contiene uno o más de los siguientes antioxidantes: tetrakis[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato] de pentaeritritilo (ER Aditivo para Plásticos 2 USP); 2,2',2'',6,6',6''-hexa-*terc*-butil-4,4',4''-[(2,4,6-trimetil-1,3,5-benceno-triil)trismetil]trifenol (ER Aditivo para Plásticos 3 USP); 1,3,5-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)-s-triazina-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-triona (ER Aditivo para Plásticos 6 USP), realizar la *Prueba B*.

Fase móvil: Acetonitrilo, tetrahidrofurano y *Agua Purificada* (60:30:10, v/v/v)

Sistema cromatográfico: Realizar la prueba según se describe en la *Prueba A* con las siguientes modificaciones.

Detector: UV 280 nm

Velocidad de flujo: 1,5 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 2,0 entre los picos de ER Aditivo para Plásticos 2 USP (tetrakis[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato] de pentaeritritilo) y ER Aditivo para Plásticos 3 USP (2,2',2'',6,6',6''-hexa-*terc*-butil-4,4',4''-[(2,4,6-trimetil-1,3,5-benceno-triil)trismetil]trifenol), *Solución de referencia B*

La *Solución muestra S8* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes declarados en la composición y picos menores que también corresponden a la solución blanco.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S8*, solución blanco correspondiente, *Solución de referencia B*, y cualquiera de las *Soluciones de referencia* de los antioxidantes listados anteriormente que se declaran en la composición.

Criterios de aceptación: Las áreas de los picos de la *Solución muestra S8* son menores que las áreas correspondientes de las *Soluciones de referencia* de los antioxidantes listados anteriormente y que se declaran en la composición.

- **PRUEBA C:** Si la sustancia a examinar contiene ER Aditivo para Plásticos 4 USP (3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenilo)propionato de octadecilo) y/o ER Aditivo para Plásticos 5 USP (fosfito de tris(2,4-di-*terc*-butilfenilo)), realizar la *Prueba C*.

Fase móvil: Metanol, 2-propanol y *Agua Purificada* (50:45:5, v/v/v)

Sistema cromatográfico: Realizar la prueba según se describe en la *Prueba A* con las siguientes modificaciones.

Detector: UV 280 nm

Velocidad de flujo: 1,5 mL/min

Volumen de inyección: 20 µL

Aptitud del sistema

Resolución: Mínimo 2,0 entre los picos de ER Aditivo para Plásticos 4 USP (3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo) y ER Aditivo para Plásticos 5 USP (fosfito de tris(2,4-di-*terc*-butilfenilo)), *Solución de referencia C*

La *Solución muestra S9* solo presenta picos principales ocasionados por los antioxidantes declarados en la composición y picos menores que también corresponden a la solución blanco.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S9*, solución blanco correspondiente, *Solución de referencia C*, y bien la *Solución de referencia I* o la *Solución de referencia J*

Criterios de aceptación: Las áreas de los picos de la *Solución muestra S9* son menores que las áreas de los picos correspondientes de la *Solución de referencia I* o de la *Solución de referencia J*.

Antioxidantes no fenólicos

Cloruro de metileno acidificado: Agregar 10 mL de ácido clorhídrico a 100 mL de cloruro de metileno, agitar, dejar en reposo y separar las dos capas. Usar la capa inferior.

Solución de yodo en etanol para detección: Disolver 10 g de yodo en 100 mL de alcohol absoluto. Almacenar protegida de la luz.

Solución muestra S10: Evaporar 100 mL de la *Solución S2* hasta sequedad empleando vacío y a 45°. Disolver el residuo resultante con 2 mL de *Cloruro de metileno acidificado*.

Solución de referencia M: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 8 USP preparado en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Solución de referencia N: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 9 USP preparado en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Solución de referencia O: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 10 USP preparado en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Solución de referencia P: 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 10 USP, y 6,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 9 USP preparados en cloruro de metileno. Diluir 2 mL de la solución con *Cloruro de metileno acidificado* hasta 10 mL.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales, Cromatografía en Capa Delgada*.)

Placa: Gel de sílice para cromatografía en capa delgada GF₂₅₄

Fase móvil A: Hexano

Fase móvil B: Cloruro de metileno

Volumen de aplicación: 20 µL

Desarrollo A: Recorrido de la *Fase móvil A* de 18 cm; secar al aire.

Desarrollo B: Recorrido de la *Fase móvil B* de 17 cm; secar al aire.

Detector: UV 254 nm. Rociar con una *Solución de yodo en etanol para detección* y observar después de 10–15 minutos.

Aptitud del sistema

Resolución: El cromatograma presenta dos manchas claramente separadas, *Solución de referencia P*.

Análisis

Muestras: La *Solución muestra S10* y las soluciones de referencia correspondientes a todos los antioxidantes fenólicos y no fenólicos que se espera estén presentes en el material de prueba.

Criterios de aceptación: Ninguna mancha en el cromatograma de la *Solución muestra S10* es más intensa que las manchas en las mismas posiciones en los cromatogramas de las *Soluciones de referencia*.

Amidas y estearatos

Solución muestra: Usar la *Solución muestra S10* descrita en *Antioxidantes no fenólicos*.

Solución de referencia R: 2,0 mg/mL de ER Ácido Estearico USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia S: 2,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 12 USP preparado en cloruro de metileno.

Solución de referencia T: 2,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 13 USP preparado en cloruro de metileno.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales, Cromatografía en Capa Delgada*.)

Placa: Gel de sílice para cromatografía en capa delgada GF₂₅₄

• **PRUEBA A**

Fase móvil: 2,2,4-trimetilpentano y etanol anhidro (75:25, v/v)

Volumen de aplicación: 10 µL

Desarrollo: Recorrido de la *Fase móvil* de 10 cm; secar al aire.

Detector: Rociar con una solución de 2 g/L de 2,6-diclorofenol-indofenol sódico en alcohol deshidratado y calentar en un horno a 120° durante unos pocos minutos para intensificar las manchas.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S10* y *Solución de referencia R*

Criterios de aceptación: Cualquier mancha correspondiente al aditivo ácido esteárico en la *Solución muestra S10* es idéntica en posición (R_f aproximadamente 0,5), pero no es más intensa que la mancha en la misma posición en la *Solución de referencia R*.

• **PRUEBA B**

Fase móvil A: Hexano

Fase móvil B: Cloruro de metileno y metanol (95:5, v/v)

Volumen de aplicación: 10 µL

Desarrollo A: Recorrido de la *Fase móvil A* de 13 cm; secar al aire.

Desarrollo B: Recorrido de la *Fase móvil B* de 10 cm; secar al aire.

Detector: Rociar con una solución de 40 g/L de ácido fosfomolibdico en alcohol deshidratado y calentar en un horno a 120° hasta que aparezcan manchas.

Análisis

Muestras: *Solución muestra S10*, *Solución de referencia S*, y *Solución de referencia T*

Criterios de aceptación: Cualquier mancha correspondiente a los aditivos oleamida o erucamida en la *Solución muestra S10* es idéntica en posición (R_f aproximadamente 0,2), pero no es más intensa que las manchas correspondientes en la *Solución de referencia S* y la *Solución de referencia T*.

CLORURO DE POLIVINILO

Identificación

[NOTA—Solo se requiere cumplimiento con un procedimiento de prueba para establecer la identidad del cloruro de polivinilo.]

• **A. ESPECTROFOTOMETRÍA EN EL INFRARROJO**

Referirse al capítulo (854).

Aparato: Usar un espectrofotómetro infrarrojo que pueda corregir por el espectro del blanco y medir en modo de transmisión o que esté equipado con un accesorio de reflectancia interna y una placa de reflectancia interna apropiada.

Preparación de la muestra

Modo de transmisión: Preparar una muestra con un espesor apropiado sin defectos visibles (grietas u orificios). Las muestras pueden compactarse para formar una película delgada y uniforme mediante exposición a temperaturas y presiones elevadas (2000 psi o más). Las temperaturas que se usan para generar las películas delgadas representan un balance entre producir una fusión (lo que determina la temperatura mínima necesaria) y la degradación de la muestra (lo que determina la temperatura máxima permitida). En último caso, las temperaturas que se usan son apropiadas si la película producida favorece el análisis infrarrojo.

Modo de reflectancia interna: Preparar una sección plana y cortarla según sea necesario para obtener un segmento que se pueda montar en el accesorio de reflectancia interna. Limpiar la muestra con papel seco o, si fuera necesario, con una tela suave empapada con metanol, cuidando de no rayar las superficies, y permitir que estas se sequen. Posteriormente, montar firmemente la muestra sobre la placa de reflexión interna asegurando el contacto adecuado de la superficie.

Extracción con tetrahidrofurano, Solución S6: Disolver 5,0 g del material de prueba en 80 mL de tetrahidrofurano y diluir a un volumen de 100 mL con el mismo disolvente. Filtrar, si fuera necesario; la solución puede permanecer opaca. Agregar, lentamente y gota a gota, 70 mL de etanol a 20 mL de esta solución. Enfriar la mezcla en hielo durante 1 hora. Filtrar o centrifugar la mezcla, recogiendo el residuo A. Lavar el residuo A con etanol. Recoger los lavados y agregarlos a la solución remanente después de la filtración o centrifugación. Transferir la solución a un matraz volumétrico de 100 mL y diluir a volumen con etanol. Este proceso produce la *Solución S6*. Preparar una solución blanco.

Procedimiento: Disolver el residuo A de la *Solución S6* en 5 mL de tetrahidrofurano. Aplicar unas cuantas gotas de esta solución a una placa de cloruro de sodio y evaporar hasta sequedad en un horno a 100°–105°. Determinar el espectro infrarrojo desde 3800 cm⁻¹ hasta 650 cm⁻¹ (2,6–15 μm).

Criterios de aceptación: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Cloruro de Polivinilo USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

• B. ANÁLISIS TÉRMICO

Referirse al capítulo (891).

Preparación de la muestra: Colocar una muestra de tamaño apropiado en la bandeja de muestra. [NOTA—El buen contacto entre la bandeja y el termopar es esencial para obtener resultados reproducibles.]

Procedimiento: Determinar la curva de análisis térmico bajo nitrógeno, usando las condiciones de calentamiento/enfriamiento especificadas para el tipo de polímero y usando un equipo capaz de realizar las determinaciones según se describen en el capítulo (891). Calentar la muestra desde -20° hasta 120° con una velocidad de calentamiento de aproximadamente 10°/min. Enfriar rápidamente la muestra hasta temperatura ambiente.

Criterios de aceptación: La curva de análisis térmico de la muestra es similar a la curva de análisis térmico del ER Cloruro de Polivinilo USP y la temperatura del pico de fusión obtenida de la curva de análisis térmico de la muestra no difiere de la del ER en más de 8,0°. Tener en cuenta que los resultados del análisis por calorimetría diferencial de barrido dependen en gran medida de la cantidad de plastificante en el artículo de prueba.

Pruebas Físicoquímicas

Extracción con agua, Solución S1: Colocar 25 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato. Agregar 500 mL de *Agua Purificada*, cubrir la boca del matraz con papel aluminio o un vaso de precipitados de borosilicato y calentar en un autoclave a 121 ± 2° durante 20 minutos. Dejar que la solución se enfríe y que los sólidos sedimenten, decantar la solución en un matraz volumétrico de 500 mL y diluir con *Agua Purificada* a volumen; la solución diluida se denomina *Solución S1*. ▲Usar la *Solución S1* dentro de las 4 horas de su preparación. ▲ (BR 1-mar-2021)

Absorbancia

Referirse al capítulo (857).

Procedimientos

Solución S1: Evaporar 100 mL de la *Solución S1* hasta sequedad. Disolver el residuo en 5 mL de hexano. Si fuera necesario, pasar a través de un filtro previamente enjuagado con hexano. Determinar el espectro entre 250 y 330 nm en el residuo disuelto.

Solución S6: Si el cloruro de polivinilo contiene 1-fenileicosano-1,3-diona y se usa en un envase para formas farmacéuticas secas para administración oral, diluir la *Solución S6* (1 en 10) con etanol antes de la medición. En todos los otros casos, analizar la *Solución S6* sin preparación adicional. Determinar el espectro entre 250 y 330 nm en el residuo disuelto.

Criterios de aceptación

Solución S1: No más de 0,25 para envases para soluciones acuosas no inyectables. No más de 0,30 para envases para formas farmacéuticas secas para administración oral.

Solución S6: No más de 0,2 para materiales estabilizados con estaño usados como envases para soluciones acuosas no inyectables. No más de 0,4 para otros materiales usados como envases para soluciones acuosas no inyectables. No más de 1,0 para materiales que no contienen 1-fenileicosano-1,3-diona usados como envases para formas farmacéuticas secas para administración oral. No más de 0,4 para materiales que contengan 1-fenileicosano-1,3-diona usados como envases para formas farmacéuticas secas para administración oral.

Carbono orgánico total

Procedimiento: El contenido de carbono orgánico total de la *Solución S1* se mide de acuerdo con las metodologías generales descritas en el capítulo (643). Sin embargo, aunque el capítulo (643) está diseñado para el análisis de agua de alta pureza con valores bajos de carbono orgánico total, los extractos de materiales pueden tener valores de carbono orgánico total superiores a los del *Agua Purificada* debido a las sustancias orgánicas extraídas. Por consiguiente, el método usado para realizar los análisis de carbono orgánico total debe tener un límite de detección de 0,2 mg/L (ppm) y debe tener un intervalo dinámico lineal demostrado de 0,2 a 20 mg/L (el cual abarca el límite de carbono orgánico total). Se puede usar un intervalo lineal con una concentración superior más alta siempre que se establezca la linealidad. Si los extractos de la muestra exceden este límite superior del intervalo lineal, se deben diluir apropiadamente para el análisis.

Criterios de aceptación: No más de 5 mg/L. Si se excede la especificación del carbono orgánico total, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para

establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Aditivos para Plásticos y Estabilizantes: El proveedor del material debe ser capaz de dar suficiente información sobre su composición para establecer si el material cumple con los criterios de aceptación para aditivos y estabilizantes.

Aditivos para plásticos

Aceite de soja epoxidado con un contenido de oxígeno de oxirano de 6%–8% y con un índice de yodo de no más de 6: Para materiales estabilizados con estaño, no más de 2%. Para materiales no estabilizados con estaño, no más de 3%.

Sales de calcio, magnesio o cinc para ácidos grasos alifáticos con más de siete átomos de carbono: No más de 1,5% de una sal o no más de 1,5% de una mezcla de sales.

Lubricantes: Para lubricantes individuales: ceras, no más de 4%; parafina líquida, no más de 1,5%; aceites hidrogenados o ésteres de ácidos grasos alifáticos, no más de 2%. Lubricantes totales: No más de 4%.

Ésteres de macrogol: No más de 1,5%.

Sorbitol: No más de 1,5%.

Fosfito de 2,4-dinonilfenilo o fosfito de di(4-nonilfenilo), o fosfito de tris(nonilfenilo): No más de 1%.

Carbonato de calcio: Para materiales usados para envases para formas farmacéuticas secas para administración oral, no más de 1%.

Sílice: Para materiales usados para envases para formas farmacéuticas secas para administración oral, no más de 1%.

Colorantes: Pueden contener un colorante o pigmento, o se pueden opacar con dióxido de titanio.

Estabilizantes

Pueden contener uno de los siguientes grupos de estabilizantes (donde el isooctilo es, por ejemplo, 2-etilhexilo).

Estaño como 2,2'-[(dioctilestannilen)bis(tio)]diacetato de di(isooctilo) con un contenido de aproximadamente 27% de 2,2',2''-[(monooctilestannilidin)tris(tio)]triacetato de tri(isooctilo): No más de 0,25%.

Estaño como una mezcla con un contenido de no más de 76% de 2,2'-[(dioctilestannilen)bis(tio)]diacetato de di(isooctilo) y no más de 85% de 2,2',2''-[(monooctilestannilidin)tris(tio)]triacetato de tri(isooctilo): No más de 0,25%.

1-Fenileicosano-1,3-diona (benzoilestearoilmetano): No más de 1%.

Estaño en materiales estabilizados con estaño

Solución de referencia U: 0,81 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 18 USP preparado en tetrahidrofurano es diluido de 20 a 100 mL con etanol.

Solución estándar: Agregar 0,1 mL de *Solución de referencia U* a un tubo de ensayo. Agregar 0,05 mL de ácido clorhídrico 1 M; 0,5 mL de solución de yoduro de potasio, y 5 mL de etanol al tubo de ensayo. Mezclar minuciosamente y esperar durante 5 minutos. Agregar 9 mL de agua y 0,1 mL de una solución de 5 g/L de sulfito de sodio, y mezclar minuciosamente. Agregar 1,5 mL de solución de ditizona recientemente diluida 100 veces con cloruro de metileno, agitar durante 15 segundos y dejar en reposo durante 2 minutos.

Solución muestra: Tomar 0,1 mL de *Solución S6* empleando el mismo procedimiento que se usó para el 0,1 mL de *Solución de referencia U*.

Análisis

Muestras: *Solución estándar* y *Solución muestra* Comparar el color violeta en la capa inferior de la *Solución muestra* con el color violeta en la capa inferior de la *Solución estándar*.

Criterios de aceptación: No más de 0,25 % en peso. El color en la *Solución muestra* debe ser menos intenso que el color en la *Solución estándar*.

Estaño en materiales no estabilizados con estaño

Solución estándar: Tomar 0,05 mL de *Solución de referencia U* empleando el mismo procedimiento que se usó para el 0,1 mL de *Solución S6*.

Solución muestra: Agregar 5 mL de *Solución S6* a un tubo de ensayo. Agregar 0,05 mL de ácido clorhídrico 1 M; 0,5 mL de solución de yoduro de potasio, y 5 mL de etanol al tubo de ensayo. Mezclar minuciosamente y esperar durante 5 minutos. Agregar 9 mL de agua y 0,1 mL de una solución de 5 g/L de sulfito de sodio, y mezclar minuciosamente. Si la solución no es incolora, agregar el sulfito de sodio en fracciones de 0,05 mL. Agregar 1,5 mL de solución de ditizona recientemente diluida 100 veces con cloruro de metileno, agitar durante 15 segundos y dejar en reposo durante 2 minutos.

Análisis

Muestras: *Solución estándar* y *Solución muestra*
Comparar el color violeta en la capa inferior de la *Solución muestra* con el color violeta en la capa inferior de la *Solución estándar*.

Criterios de aceptación: No más de 25 µg/g (ppm). El color en la *Solución muestra* debe ser menos intenso que el color en la *Solución estándar*.

Sustancias Relacionadas

Cloruro de vinilo

Solución de estándar interno: Usando una microjeringa, inyectar 10 µL de éter en 20,0 mL de *N,N*-dimetilacetamida, sumergiendo la punta de la aguja en el disolvente. Inmediatamente antes de usar, diluir la solución con *N,N*-dimetilacetamida hasta 1000 veces su volumen.

Solución muestra: Colocar 1,0 g del material de prueba en un vial de 50 mL y agregar 10,0 mL de la *Solución de estándar interno*. Cerrar el vial y asegurar con un tapón. Agitar, evitando el contacto entre el tapón y el líquido. Colocar el vial en un baño de agua a 60 ± 1° durante 2 horas.

Solución primaria de cloruro de vinilo: [NOTA—Preparar bajo una campana ventilada.] Colocar 50,0 mL de *N,N*-dimetilacetamida en un vial de 50 mL, tapar el vial, asegurar el tapón y pesar con una aproximación de 0,1 mg. Llenar una jeringa de polietileno o polipropileno de 50 mL con cloruro de vinilo gaseoso, dejar que el gas permanezca en contacto con la jeringa durante aproximadamente 3 minutos, vaciar la jeringa y llenar nuevamente con 50 mL

de cloruro de vinilo gaseoso. Adosar una aguja hipodérmica a la jeringa y reducir el volumen de gas en la jeringa de 50 a 25 mL. Inyectar lentamente los 25 mL remanentes de cloruro de vinilo en el vial, agitando suavemente y evitando el contacto entre el líquido y la aguja. Pesar el vial nuevamente; el aumento en la masa es de aproximadamente 60 mg (1 µL de la solución obtenida contiene aproximadamente 1,2 µg de cloruro de vinilo). Dejar en reposo durante 2 horas. Almacenar la solución primaria en un refrigerador.

Solución estándar de cloruro de vinilo: A 1 volumen de *Solución primaria de cloruro de vinilo* agregar 3 volúmenes de *N,N*-dimetilacetamida.

Soluciones de referencia: Colocar 10,0 mL de *Solución de estándar interno* en cada uno de seis viales de 50 mL. Cerrar los viales y asegurar los tapones. Inyectar 1; 2; 3; 5 y 10 µL, respectivamente, de *Solución estándar de cloruro de vinilo* en 5 de los viales. Por consiguiente, las 6 soluciones obtenidas contienen, respectivamente, 0; 0,3; 0,6; 0,9; 1,5 y 3 µg de cloruro de vinilo. Agitar, evitando el contacto entre el tapón y el líquido. Colocar los viales en un baño de agua a $60 \pm 1^\circ$ durante 2 horas.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales, Cromatografía de Gases*.)

Columna: Acero inoxidable de 3 mm x 3 m, rellena con tierra de diatomeas silanizada para cromatografía de gases, impregnada con 5% m/m de dimetilestearilamida y 5% m/m de polietilenglicol 400

Temperaturas

Inyector: 100°

Columna: 45°

Detector: 150°

Gas transportador: Nitrógeno

Velocidad de flujo: 30 mL/min

Análisis

Muestras: *Solución muestra* y *Soluciones de referencia*

Inyectar 1 mL de la fase gaseosa de cada vial que contenga la *Solución muestra* y las *Soluciones de referencia*. Calcular la cantidad de cloruro de vinilo en la *Solución muestra* comparando el resultado de prueba de la *Solución muestra* con los resultados de las pruebas de las *Soluciones de referencia*. Calcular la cantidad de cloruro de vinilo en el material de prueba, dividiendo la cantidad de cloruro de vinilo en la *Solución muestra* por 1,0 g, produciendo un resultado en µg/g o ppm.

Criterios de aceptación: No más de 1 ppm. Tener en cuenta que el cloruro de vinilo no es un aditivo, pero se monitorea como un monómero residual.

Contenido de cloro

Preparación: Preparar la muestra usando *Combustión en Matraz con Oxígeno* (471). Realizar la combustión con 50,0 mg del material de prueba. Absorber los productos de combustión con 20 mL de hidróxido de sodio 1 M.

Análisis: Agregar 2,5 mL de ácido nítrico; 10 mL de solución de nitrato de plata 0,1 M; 5 mL de solución de sulfato férrico amónico, y 1 mL de ftalato de dibutilo a la solución de *Preparación*. Valorar con solución de tiocianato de amonio 0,005 M hasta obtener un color amarillo rojizo. Realizar una valoración con un blanco.

Cálculos: Calcular el volumen de valoración restando el volumen de solución volumétrica usado en la Δ Preparación Δ (BR 1-mar-2021) del volumen de solución volumétrica usado en el Δ blanco Δ (BR 1-mar-2021). Cada mililitro de solución volumétrica equivale a Δ 0,3125 Δ (BR 1-mar-2021) mg de cloruro de polivinilo. El contenido de cloro, en % en peso, se calcula según se indica a continuación:

$$\text{Contenido de cloro (\% en peso)} = \left\{ \left[\Delta(V_b - V_p) \Delta \text{ (BR 1-mar-2021)} \times \Delta 0,3125 \Delta \text{ (BR 1-mar-2021)} \text{ mg/mL} \right] / \text{peso de la muestra (mg)} \right\} \times 100\%$$

ΔV_b = volumen de solución volumétrica usado en el blanco (mL)

V_p = volumen de solución volumétrica usado en la *Preparación* (mL) Δ (BR 1-mar-2021)

Criterios de aceptación: No menos de 80% en peso, expresado como cloruro de polivinilo

CLORURO DE POLIVINILO PLASTIFICADO

Identificación

[NOTA—Solo se requiere cumplimiento con un procedimiento de prueba para establecer la identidad del cloruro de polivinilo plastificado.]

• A. ESPECTROFOTOMETRÍA EN EL INFRARROJO

Referirse al capítulo (854).

Aparato: Usar un espectrofotómetro infrarrojo que pueda corregir por el espectro del blanco y medir en modo de transmisión o que esté equipado con un accesorio de reflectancia interna y una placa de reflectancia interna apropiada.

Preparación de la muestra

Modo de transmisión: Preparar una muestra con un espesor apropiado sin defectos visibles (grietas u orificios). Las muestras pueden compactarse para formar una película delgada y uniforme mediante exposición a temperaturas y presiones elevadas (2000 psi o más). Las temperaturas que se usan para generar las películas delgadas representan un balance entre producir una fusión (lo que determina la temperatura mínima necesaria) y la degradación de la muestra (lo que determina la temperatura máxima permitida). En último caso, las temperaturas que se usan son apropiadas si la película producida favorece el análisis infrarrojo.

Modo de reflectancia interna: Preparar una sección plana y cortarla según sea necesario para obtener un segmento que se pueda montar en el accesorio de reflectancia interna. Limpiar la muestra con papel seco o, si fuera necesario, con una tela suave empapada con metanol, cuidando de no rayar las superficies, y permitir que estas se sequen. Posteriormente, montar firmemente la muestra sobre la placa de reflexión interna asegurando el contacto adecuado de la superficie.

Extracción con tetrahidrofurano, Solución S6: Disolver 5,0 g del material de prueba en 80 mL de tetrahidrofurano y diluir con el mismo disolvente a un volumen de 100 mL. Filtrar, si fuera necesario; la solución puede permanecer opaca. Agregar, lentamente y gota a gota, 70 mL de etanol a 20 mL de esta solución. Enfriar la mezcla en hielo durante 1 hora. Filtrar o centrifugar la mezcla, recogiendo el residuo A. Lavar el residuo A con etanol. Recoger los lavados y agregarlos a la solución remanente después de la filtración o centrifugación. Transferir la solución a un matraz volumétrico de 100 mL y diluir con etanol a volumen. Este proceso produce la *Solución S6*. Preparar una solución blanco.

Procedimiento: Disolver el residuo A de la *Solución S6* en 5 mL de tetrahidrofurano. Aplicar unas cuantas gotas de esta solución a una placa de cloruro de sodio y evaporar hasta sequedad en un horno a 100°–105°. Determinar el espectro infrarrojo desde 3800 cm⁻¹ hasta 650 cm⁻¹ (2,6–15 mm).

Criterios de aceptación: La muestra presenta un espectro de absorción que es sustancialmente equivalente al del ER Cloruro de Polivinilo Plastificado USP. La equivalencia sustancial, al contrario de la exacta, permite pequeñas diferencias espectrales que surgen de la variación natural en la composición y/o variación física entre polímeros de esta clase. La equivalencia sustancial se logra cuando todas las diferencias entre los espectros de la muestra y del ER pueden ser explicadas en el contexto de dichas variaciones naturales en la composición y/o variaciones físicas.

• B. ANÁLISIS TÉRMICO

Referirse al capítulo (891).

Preparación de la muestra: Colocar una muestra de tamaño apropiado en la bandeja de muestra. [NOTA—El buen contacto entre la bandeja y el termopar es esencial para obtener resultados reproducibles.]

Procedimiento: Determinar la curva de análisis térmico bajo nitrógeno, usando las condiciones de calentamiento/enfriamiento especificadas para el tipo de polímero y usando un equipo capaz de realizar las determinaciones según se describen en el capítulo (891). Calentar la muestra desde -20° hasta 120° con una velocidad de calentamiento de aproximadamente 10°/min. Enfriar rápidamente la muestra hasta temperatura ambiente.

Criterios de aceptación: La curva de análisis térmico de la muestra es similar a la curva de análisis térmico del ER Cloruro de Polivinilo Plastificado USP, y la temperatura de transición vítrea obtenida de la curva de análisis térmico de la muestra no difiere de la del ER. Debido a la naturaleza de estos polímeros y a la variedad en su composición, se pueden anticipar variaciones en la temperatura del pico de fusión entre materiales. [NOTA—Tener en cuenta que los resultados del análisis por calorimetría diferencial de barrido dependen en gran medida de la cantidad de plastificante en el artículo de prueba.]

Pruebas Físicoquímicas

Extracción con agua, Solución S1: Colocar 25 g del material de prueba en un matraz de vidrio de borosilicato. Agregar 500 mL de *Agua Purificada*, cubrir la boca del matraz con papel aluminio o un vaso de precipitados de borosilicato y calentar en un autoclave a 121 ± 2° durante 20 minutos. Dejar que la solución se enfríe y que los sólidos sedimenten, decantar la solución en un matraz volumétrico de 500 mL y diluir con *Agua Purificada* a volumen; la solución diluida se denomina *Solución S1*. ▲Usar la *Solución S1* dentro de las 4 horas de su preparación.▲ (BR 1-mar-2021)

Absorbancia

Referirse al capítulo (857).

Procedimiento: Evaporar 100 mL de la *Solución S1* hasta sequedad. Disolver el residuo resultante en 5 mL de hexano para producir la muestra en hexano. Pasar la muestra en hexano, si fuera necesario, a través de un filtro previamente enjuagado con hexano. Determinar el espectro entre 250 y 310 nm en la muestra en hexano.

Criterios de aceptación: No más de 0,25. Si se excede la especificación de la absorbancia, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Acidez o alcalinidad

Solución indicadora BRF: 1,0 mg/mL de azul de bromotimol, 0,2 mg/mL de rojo de metilo y 2,0 mg/mL de fenoltaleína en alcohol. Filtrar la solución resultante.

Solución de anaranjado de metilo: Disolver 100 mg de anaranjado de metilo en 80 mL de *Agua Purificada* y diluir con alcohol hasta 100 mL. Prueba de sensibilidad: Agregar 0,1 mL de *Solución de anaranjado de metilo* a 100 mL de *Agua Purificada* exenta de dióxido de carbono. Se requiere no más de 0,1 mL de ácido clorhídrico 1 N para cambiar el color de amarillo a rojo.

Procedimiento: A 100 mL de *Solución S1* agregar 0,15 mL de *Solución indicadora BRF*. Determinar el volumen consumido de hidróxido de sodio 0,01 N que se requiere para cambiar el color del indicador a azul. A 100 mL de *Solución S1* agregar 0,2 mL de *Solución de anaranjado de metilo*. Determinar el volumen consumido de ácido clorhídrico 0,01 N que se requiere para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Criterios de aceptación: Se requieren no más de 1,5 mL de hidróxido de sodio 0,01 N para cambiar el color del indicador a azul. Se requiere no más de 1,0 mL de ácido clorhídrico 0,01 N para alcanzar el inicio del cambio de color del indicador de amarillo a anaranjado.

Carbono orgánico total

Procedimiento: El contenido de carbono orgánico total de la *Solución S1* se mide de acuerdo con las metodologías generales descritas en el capítulo (643). Sin embargo, aunque el capítulo (643) está diseñado para el análisis de agua de alta pureza con valores bajos de carbono orgánico total, los extractos de materiales pueden tener valores de carbono orgánico total superiores a los del *Agua Purificada* debido a las sustancias orgánicas extraídas. Por consiguiente, el método usado para realizar los análisis de carbono orgánico total debe tener un límite de detección de 0,2 mg/L (ppm) y debe tener un intervalo dinámico lineal demostrado de 0,2 a 20 mg/L (el cual abarca el límite de carbono orgánico total). Se puede usar un intervalo lineal con una concentración superior más alta siempre que se establezca la linealidad. Si los extractos de la muestra exceden este límite superior del intervalo lineal, se deben diluir apropiadamente para el análisis.

Criterios de aceptación: La diferencia entre las concentraciones de carbono orgánico total de la muestra y el blanco es no más de 5 mg/L. Si se excede la especificación del carbono orgánico total, el material todavía se puede considerar en cumplimiento con este capítulo siempre y cuando se puedan establecer las sustancias químicas responsables de los resultados de las pruebas (identidad y concentración) y estas se caractericen para establecer que el riesgo probable representado por todas las sustancias químicas, consideradas de manera individual, está dentro de los parámetros aceptables.

Aditivos para Plásticos

Los aditivos son ftalato de di(2-etilhexilo), *N,N'*-diaciletilendiaminas, aceite de soja epoxidado, y aceite de semilla de lino epoxidado. También se monitorea el monómero de cloruro de vinilo (VCM, por sus siglas en inglés) aunque es un monómero residual y no un aditivo.

Solución A1: Agregar 2,0 g del material de prueba a 200 mL de éter exento de peróxidos y calentar bajo un condensador de reflujo durante 8 horas. Separar el residuo resultante B y la solución de extracción A mediante filtración. Evaporar la solución de extracción A hasta sequedad bajo presión reducida en un baño de agua a 30° para producir el residuo C. Disolver el residuo C en 10 mL de tolueno para producir la *Solución A1*.

Precipitado B2: Disolver el residuo B en 60 mL de cloruro de etileno, calentando en un baño de agua bajo un condensador de reflujo para producir la solución D. Filtrar la solución D resultante. Agregar la solución D filtrada, gota a gota y agitando vigorosamente, a 600 mL de heptanos calentados casi hasta ebullición. Separar el coágulo B1 y la solución orgánica E mediante filtración en caliente. Dejar que la solución E se enfríe; separar el precipitado B2 que se forma al enfriarse y pasarlo a través de un filtro de vidrio sinterizado tarado (tamaño de poro de 16–40 µm).

Soluciones de referencia U, V, W: Soluciones de 10,0 mg/mL de ER Aditivo para Plásticos 14 USP, ER Aditivo para Plásticos 15 USP, y ER Aditivo para Plásticos 16 USP, respectivamente, en tolueno

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales, Cromatografía en Capa Delgada*.)

Placa: Gel de sílice para cromatografía en capa delgada GF₂₅₄ (1 mm de espesor)

Procedimiento: Aplicar 0,5 mL de *Solución A1* a la placa como una banda de 30 mm × 3 mm. Aplicar 5 µL de las *Soluciones de referencia U, V, y W* a la placa. Desarrollar la placa con tolueno con un recorrido de 15 cm. Secar la placa con cuidado.

Aditivo ftalato de di(2-etilhexilo): UV 254 nm. Localizar la zona correspondiente al aditivo ftalato de di(2-etilhexilo), ER Aditivo para Plásticos 14 USP (*R_F* aproximadamente 0,4). Retirar el área del gel de sílice correspondiente a esta zona, mezclar con 40 mL de éter etílico y agitar durante 1 minuto. Filtrar, enjuagar el filtro con dos porciones de éter etílico, cada una de 10 mL, agregar los enjuagues al filtrado y evaporar hasta sequedad.

Aditivo aceite de soja epoxidado y aditivo aceite de semilla de lino epoxidado: Exponer la placa a vapor de yodo durante 5 minutos. Observar el cromatograma y localizar la banda correspondiente al aditivo aceite de soja epoxidado, ER Aditivo para Plásticos 15 USP y al aditivo aceite de semilla de lino epoxidado, ER Aditivo para Plásticos 16 USP (*R_F* = 0). Retirar el área del gel de sílice correspondiente a esta banda. De manera similar, retirar un área correspondiente del gel de sílice como blanco de referencia. Mezclar por separado ambas muestras con porciones separadas de 40 mL de metanol, agitando durante 15 minutos. Filtrar, enjuagar el filtro con dos porciones de 10 mL de metanol, agregar los enjuagues al filtrado y evaporar hasta sequedad.

Aditivo *N,N'*-diaciletilendiaminas: Lavar el precipitado B2 con alcohol absoluto. Secar hasta masa constante sobre pentóxido de difósforo y pesar el filtro.

Criterios de aceptación

Ftalato de di(2-etilhexilo): El residuo es no más de 40 mg.

Aceite de soja epoxidado: La diferencia entre las masas de ambos residuos es no más de 10 mg.

Aceite de semilla de lino epoxidado: La diferencia entre las masas de ambos residuos es no más de 10 mg.

***N,N'*-Diaciletilendiaminas:** El residuo es no más de 20 mg.

Sustancias Relacionadas

Cloruro de vinilo

Solución de estándar interno: Usando una microjeringa, inyectar 10 µL de éter en 20,0 mL de *N,N*-dimetilacetamida, sumergiendo la punta de la aguja en el disolvente. Inmediatamente antes de usar, diluir la solución con *N,N*-dimetilacetamida hasta 1000 veces su volumen.

Solución muestra: Colocar 1,0 g del material de prueba en un vial de 50 mL y agregar 10,0 mL de la *Solución de estándar interno*. Cerrar el vial y asegurar con un tapón. Agitar, evitando el contacto entre el tapón y el líquido. Colocar el vial en un baño de agua a 60 ± 1° durante 2 horas.

Solución primaria de cloruro de vinilo: [NOTA—Preparar bajo una campana ventilada.] Colocar 50,0 mL de *N,N*-dimetilacetamida en un vial de 50 mL, tapar el vial, asegurar el tapón y pesar con una aproximación de 0,1 mg. Llenar una jeringa de polietileno o polipropileno de 50 mL con cloruro de vinilo gaseoso, dejar que el gas permanezca en contacto con la jeringa durante aproximadamente 3 minutos, vaciar la jeringa y llenar nuevamente con 50 mL de cloruro de vinilo gaseoso. Adosar una aguja hipodérmica a la jeringa y reducir el volumen de gas en la jeringa de 50 a 25 mL. Inyectar lentamente los 25 mL remanentes de cloruro de vinilo en el vial, agitando suavemente y evitando el contacto entre el líquido y la aguja. Pesar el vial nuevamente; el aumento en la masa es de aproximadamente 60 mg (1 µL de la solución obtenida contiene aproximadamente 1,2 µg de cloruro de vinilo). Dejar en reposo durante 2 horas. Almacenar la solución primaria en un refrigerador.

Solución estándar de cloruro de vinilo: A 1 volumen de *Solución primaria de cloruro de vinilo* agregar 3 volúmenes de *N,N*-dimetilacetamida.

Soluciones de referencia: Colocar 10,0 mL de *Solución de estándar interno* en cada uno de seis viales de 50 mL. Cerrar los viales y asegurar los tapones. Inyectar 1; 2; 3; 5 y 10 µL, respectivamente, de *Solución estándar de cloruro de vinilo* en 5 de los viales. Por consiguiente, las 6 soluciones obtenidas contienen, respectivamente, 0; 0,3; 0,6; 0,9; 1,5 y 3 µg de cloruro de vinilo. Agitar, evitando el contacto entre el tapón y el líquido. Colocar los viales en un baño de agua a 60 ± 1° durante 2 horas.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Procedimientos Generales, Cromatografía de Gases*.)

Columna: Acero inoxidable de 3 mm x 3 m, rellena con tierra de diatomeas silanizada para cromatografía de gases, impregnada con 5% m/m de dimetilestearilamida y 5% m/m de polietilenglicol 400

Temperaturas

Inyector: 100°

Columna: 45°

Detector: Detector de ionización a la llama, 150°

Gas transportador: Nitrógeno

Velocidad de flujo: 30 mL/min

Análisis

Muestras: *Solución muestra y Soluciones de referencia*

Inyectar 1 mL de la fase gaseosa de cada vial que contenga la *Solución muestra* y las *Soluciones de referencia*. Calcular la cantidad de cloruro de vinilo en la *Solución muestra* comparando el resultado de prueba de la *Solución muestra* con los resultados de las pruebas de las *Soluciones de referencia*. Calcular la cantidad de cloruro de vinilo en el material de prueba, dividiendo la cantidad de cloruro de vinilo en la *Solución muestra* por 1,0 g, produciendo un resultado en µg/g o ppm.

Criterios de aceptación: No más de 1 ppm. Tener en cuenta que el cloruro de vinilo no es un aditivo, pero se monitorea como un monómero residual.

REQUISITOS ADICIONALES

• ESTÁNDARES DE REFERENCIA USP (11)

Estándares de polímeros

ER Copolímero de Olefina Cíclica USP

ER Polímero de Olefina Cíclica USP

ER Poliamida 6 USP

ER Policarbonato USP

ER Polietileno de Alta Densidad USP

ER Homopolímero de Polipropileno USP

ER Polietileno de Baja Densidad USP

ER Tereftalato de Polietileno USP

ER Tereftalato de Polietileno G USP

ER Poli(etilen-vinil acetato) USP

ER Cloruro de Polivinilo USP

ER Cloruro de Polivinilo Plastificado USP

Estándares de aditivos para plásticos

ER Aditivo para Plásticos 1 USP

Bis[3,3-bis[3-(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]butanoato] de etileno.

[CAS-32509-66-3]

ER Aditivo para Plásticos 2 USP

Tetrakis[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato] de pentaeritritilo.

[CAS-6683-19-8]

ER Aditivo para Plásticos 3 USP

2,2',2'',6,6',6''-Hexa-*terc*-butil-4,4',4''-[(2,4,6-trimetil-1,3,5-bencenotriil)trimetilen]trifenol.

[CAS-1709-70-2]

ER Aditivo para Plásticos 4 USP

3-(3,5-Di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo.

[CAS-2082-79-3]

ER Aditivo para Plásticos 5 USP

Fosfito de tris(2,4-di-*terc*-butilfenilo).

[CAS-31570-04-4]

ER Aditivo para Plásticos 6 USP

1,3,5-Tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)-*s*-triazina-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-triona.

[CAS-27676-62-6]

ER Aditivo para Plásticos 8 USP

Disulfuro de dioctadecilo.

[CAS-2500-88-1]

ER Aditivo para Plásticos 9 USP

3,3'-Tiodipropionato de didodecilo.

[CAS-123-28-4]

ER Aditivo para Plásticos 10 USP

3,3'-Tiodipropionato de dioctadecilo.

[CAS-693-36-7]

ER Aditivo para Plásticos 11 USP

Copolímero de succinato de dimetilo y (4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-il)etanol.

[CAS-65447-77-0]

ER Aditivo para Plásticos 12 USP

Oleamida.

[CAS-301-02-0]

ER Aditivo para Plásticos 13 USP

Erucamida.

[CAS-112-84-5]

ER Aditivo para Plásticos 14 USP

Ftalato de di(2-etilhexilo).

[CAS-117-81-7]

ER Aditivo para Plásticos 15 USP

Aceite de soja epoxidado.

[CAS-8013-07-8]

ER Aditivo para Plásticos 16 USP

Aceite de semilla de lino epoxidado.

[CAS-8016-11-3]

ER Aditivo para Plásticos 18 USP

Mezcla de 2,2'-[(dioctilestannilen)-bis(tio)]diacetato de di(isooctilo) y 2,2',2''-[(monoctilestannilidin)tris(tio)]triacetato de tri(isooctilo).

[CAS-26401-97-8; CAS-26401-86-5]

Estándares de sustancias relacionadas

ER Bisfenol A USP

[CAS-80-05-07]

ER Butil Hidroxitolueno USP

[CAS-128-37-0]

ER Caprolactama USP

[CAS-105-60-2]

ER Ácido Esteárico USP

[CAS-57-11-4▲ (Oficial 1-dic-2025)]