

COPOLYMÈRE (ÉTHYLÈNE/ACIDE MÉTHACRYLIQUE)-ZINC

Copolymerum (ethylenum/methacrylicum acidum)-zincum

Le copolymère (éthylène/acide méthacrylique)-zinc est un copolymère d'acide méthacrylique et d'éthylène dans lequel une partie des groupes fonctionnels carboxyliques est salifiée par des ions zinc. Il contient au minimum 0,2 pour cent et au maximum 1,0 pour cent de Zn (A_r 65,4). Le copolymère peut contenir en outre au maximum 0,5 pour cent de stéarate de calcium ou de stéaramide.

CARACTÈRES

Billes, granulés, feuilles ou objets manufacturés transparents, d'épaisseur variable. Le copolymère est pratiquement insoluble dans l'eau et dans la plupart des solvants organiques ; il est très peu soluble dans le mélange xylène-hexanol.

La densité est voisine de 0,945.

Le copolymère se ramollit à partir de 80 °C; il fond vers 95 °C et se décompose à partir de 300 °C.

IDENTIFICATION

A. Examinez une feuille fine de matériau à examiner par spectrophotométrie d'absorption dans l'infrarouge (2.2.24). Le spectre obtenu présente 3 maximums d'absorption respectivement à 725 cm^{-1} , 1 550 cm^{-1} et 1 700 cm^{-1} .

B. Immergez un fragment de matériau à examiner dans 10 mL d'une *solution de dithizone R* à 10 g/L dans l'*éthanol anhydre R* ; le fragment se colore en rouge.

ESSAI

Découpez préalablement, s'il y a lieu, les échantillons du matériau à examiner en morceaux de 1 cm de côté au maximum.

Solution S1. Dans un ballon de verre borosilicaté à col rodé, introduisez 1,0 g de matériau à examiner. Ajoutez 20 mL de *chlorure de méthylène R* et chauffez à ébullition à reflux pendant 1 h en agitant. Laissez refroidir et décantez la solution.

Solution S2. Dans un ballon de verre borosilicaté à col rodé, introduisez 25,0 g de matériau à examiner. Ajoutez 500 mL d'*eau R* et chauffez à ébullition à reflux pendant 5 h. Laissez refroidir et décantez la solution.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Aspect de la solution S2. La solution S2 est limpide (2.2.1) et incolore (2.2.2, *Procédé I*).

Acidité ou alcalinité. À 100 mL de la solution S2, ajoutez 0,15 mL de *solution d'indicateurs BRP R*. Le virage au bleu de l'indicateur ne nécessite pas plus de 1,0 mL d'*hydroxyde de sodium 0,01 M*. À 100 mL de la solution S2, ajoutez 0,2 mL de *solution de méthylorange R*. Le virage de l'indicateur du jaune au rose ne nécessite pas plus de 1 mL d'*acide chlorhydrique 0,01 M*.

Absorbance (2.2.25). À aucune longueur d'onde de 250 nm à 350 nm, l'absorbance de la solution S1 n'est supérieure à 0,1.

Sodium. Déterminez la teneur en sodium par spectrophotométrie d'absorption atomique (2.2.23, *Procédé I*).

Solution à examiner. Solution A (voir Dosage).

Solutions de référence. Préparez les solutions de référence à partir de la *solution à 200 ppm de sodium (Na) R*.

Mesurez l'absorbance à 589,0 nm en utilisant une lampe à cathode creuse de sodium comme source de radiation et une flamme air-acétylène. Le matériau à examiner ne contient pas plus de 0,1 pour cent de sodium (Na).

Acide méthacrylique. Opérez par chromatographie en phase gazeuse (2.2.28) en utilisant l'*acide isovalérique R* comme étalon interne.

Solution d'étalon interne. Dissolvez 10,0 mg d'*acide isovalérique R* dans du *chlorure de méthylène R* et complétez à 10,0 mL avec le même solvant. Prélevez 1,0 mL de cette solution et complétez à 100,0 mL avec du *chlorure de méthylène R*.

Solution à examiner. A 10,0 mL de solution S1, ajoutez 1,0 mL de solution d'étalon interne et complétez à 50,0 mL avec du *chlorure d'éthylène R*.

Solution témoin. Dissolvez 10,0 mg d'*acide méthacrylique R* dans du *chlorure de méthylène R* et complétez à 10,0 mL avec le même solvant.

Prélevez 1,0 mL de cette solution et complétez à 100,0 mL avec du *chlorure de méthylène R*. A 1,0 mL de cette solution, ajoutez 1,0 mL de la solution d'étalon interne et complétez à 50,0 mL avec du *chlorure de méthylène R*.

La chromatographie peut être réalisée à l'aide de :

- une colonne de verre d'une longueur de 2 m et d'un diamètre intérieur de 6 mm, remplie de *copolymère styrène-divinylbenzène R*,
- *azote pour chromatographie R* comme gaz vecteur ⁽¹⁾ à un débit de 50 mL/min,
- un détecteur à ionisation de flamme.

⁽¹⁾ Pour éviter une légère rétention des acides méthacrylique et isovalérique, il peut être souhaitable de saturer le gaz vecteur avec de l'acide formique.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Injectez 1 µL des solutions au sommet de la colonne ou à l'aide d'un injecteur. Maintenez la température de la colonne à 150 °C, celle de la chambre à injection à 150 °C et celle du détecteur à 200 °C. Le matériau à examiner ne contient pas plus de 20 ppm d'acide méthacrylique.

Peroxydes. Dans un ballon de verre borosilicaté à col rodé, introduisez 1,0 g de matériau à examiner, 25 mL d'une solution d'*acide acétique R* à 500 g/L et chauffez à ébullition à reflux pendant 1 h. Après refroidissement à température ambiante, ajoutez 1 g d'*iodure de potassium R* et titrez l'iode libéré par le *thiosulfate de sodium 0,01M*. Effectuez un titrage à blanc en utilisant 25 mL d'une solution d'*acide acétique R* à 500 g/L. La différence entre les volumes utilisés dans les 2 titrages n'est pas supérieure à 0,2 mL.

Substances réductrices. A 20 mL de la solution S2, ajoutez 1 mL d'*acide sulfurique 0,5 M* et 20 mL de *permanganate de potassium 0,002 M*. Portez à l'ébullition pendant 3 min. Refroidissez immédiatement à température ambiante. Ajoutez aussitôt 1 g d'*iodure de potassium R* et titrez immédiatement par le *thiosulfate de sodium 0,01 M* en présence de 1 mL de *solution d'amidon R*. Effectuez un titrage à blanc en utilisant 20 mL d'*eau R*. La différence entre les volumes utilisés dans les 2 titrages n'est pas supérieure à 1,0 mL.

Substances solubles dans l'heptane. Dans un ballon de verre borosilicaté à col rodé, introduisez 2,0 g de matériau à examiner et 20 mL d'*heptane R*. Chauffez à ébullition à reflux pendant 30 min. Refroidissez à température ambiante et filtrez rapidement. Evaporez le filtrat à siccité. La masse du résidu n'est pas supérieure à 10 mg (0,5 pour cent).

DOSAGE

Dans un creuset de silice, introduisez 5,000 g de matériau à examiner, ajoutez 1 mL d'*acide sulfurique R* et calcinez avec précaution jusqu'à l'obtention de cendres blanches. Reprenez le résidu par 5 mL d'*acide chlorhydrique R* à 500 g/L et complétez à 50 mL avec de l'*eau R* (solution A). Prélevez 40 mL de cette solution, neutralisez par l'*ammoniaque R* et ajoutez 5 mL de *solution tampon ammoniacal R*. Complétez à 100,0 mL avec de l'*eau R*. Ajoutez 50 mg environ de *mordant noir 11 R* et titrez par l'*édétate de sodium 0,05 M*.

1 mL d'*édétate de sodium 0,05M* correspond à 3,268 mg de zinc.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.