POLYAMIDE 11 (P) POUR FEUILLES

Polyamidum 11 (P) per folium

$$-[NH\text{-}CO\text{-}(CH_2)_{10}-]_n$$

Le polyamide 11 (P) pour feuilles est le poly[imino(oxo-1 undécaméthylène)] obtenu par polycondensation de l'acide amino-11 undécanoïque en milieu phosphorique.

CARACTÈRES

Granulés, feuilles, gaines ou fils de diamètre supérieur à 1 mm, translucides. Le polyamide 11 (P) pour feuilles est soluble dans l'acide formique, dans une solution de phénol à 90 pour cent *m/m,* pratiquement insoluble dans l'acétone, dans l'éthanol à 96 pour cent et dans l'hexane ; il est soluble dans l'alcool benzylique à une température voisine de celle de l'ébullition, la solution formant un gel par refroidissement. Le polyamide 11 (P) pour feuilles se ramollit vers 190 °C. Il brûle avec une flamme bleue à extrémité jaune avec formation de gouttes. Le polyamide 11 (P) pour feuilles est attaqué à chaud par les acides minéraux dilués et par l'acide formique à 80 pour cent *m/V.*

IDENTIFICATION

Dans un tube de verre scellé, chauffez à 120 °C pendant 10 h un mélange de 0,1 g de polyamide 11 (P) pour feuilles et de 2 mL d'*acide chlorhydrique R1*. Après refroidissement, transférez le contenu du tube dans un cristallisoir et évaporez à siccité.

L'identification A peut être omise quand l'identification B est effectuée.
L'identification B peut être omise quand l'identification A est effectuée.

A. Opérez par chromatographie sur couche mince (*2.2.27*) en utilisant une plaque recouverte de gel de silice *G* R

Solution à examiner. Dissolvez le résidu précédemment obtenu dans 2 mL de *méthanol R* et filtrez.

Solution témoin. Dissolvez 0,55 g d'*acide amino-11 undécanoïque R* dans du *méthanol R* et complétez à 10 mL avec le même solvant.

Déposez séparément sur la plaque 5 µL de chaque solution. Développez sur un parcours de 15 cm avec un mélange de 9,5 volumes d'*eau R*, de 12,5 volumes d'*ammoniaque R* et de 78 volumes d'*éthanol* à 96 *pour cent R*. Laissez sécher la plaque à l'air. Pulvérisez une solution de *vert de bromocrésol R* à 0,1 pour cent *m/V* dans l'*éthanol* à *96 pour cent R.* La tache principale du chromatogramme obtenu avec la solution à examiner est semblable quant à sa position, sa coloration et ses dimensions à la tache principale du chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

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

B. Opérez par chromatographie en phase gazeuse (*2.2.28*).

Solution à examiner. Dissolvez le résidu précédemment obtenu dans de l'*acétonitrile R* et complétez à 5 mL avec le même solvant. Transvasez la solution dans un tube de verre borosilicaté à bouchon rodé. Faites passer un courant d'*azote R*, puis ajoutez 0,1 mL de *triéthylamine R* et 0,3 mL de *N,O-bis(triméthylsilyl) acétamide R*. Fermez le tube en assujettissant convenablement le bouchon et chauffez à 90 °C pendant 30 min.

Solution témoin. Dans un tube de verre borosilicaté à bouchon rodé, introduisez 0,12 g d'*acide amino-11 undécanoïque R* puis 5 mL d'*acétonitrile R*. Après dissolution, faites passer un courant d'*azote R* puis ajoutez 0,1 mL de *triéthylamine R* et 0,3 mL de *N,O-bis(triméthylsilyl) acétamide R*. Fermez le tube en assujettissant convenablement le bouchon et chauffez à 90 °C pendant 30 min.

La chromatographie peut être réalisée à l'aide de :

– une colonne d'acier inoxydable d'une longueur de 1,8 m à 2 m et d'un diamètre intérieur de 3 mm, remplie de *terre d'infusoires silanisée pour chromatographie en phase gazeuse R*, imprégnée de *polyéthylèneglycol 20 000 R* à 10 pour cent *m/m ;*

– *azote pour chromatographie R* comme gaz vecteur à un débit de 25 mL par minute ;

– un détecteur à ionisation de flamme.

Maintenez la température de la chambre à injection à 250 °C et celle du détecteur à 270 °C. Maintenez la température de la colonne à 120 °C pendant 10 min puis augmentez-la de 6 °C par minute jusqu'à 220 °C et maintenez-la à 220 °C. Injectez 0,5 µL de la solution à examiner et 0,5 µL de la solution témoin. La distance t_R du pic principal du chromatogramme obtenu avec la solution à examiner est la même que celle du pic principal du chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

ESSAI

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

Solution S. Dans un ballon de verre borosilicaté à col rodé, introduisez 25,0 g de polyamide 11 (P) pour feuilles. Ajoutez 500 mL d'*eau R* et chauffez à reflux pendant 5 h. Laissez refroidir puis décantez la solution. Filtrez sur verre fritté (16).

Acidité ou alcalinité. À 100 mL de solution S, ajoutez 0,2 mL de *solution d'indicateurs BRP R*. La solution est colorée en jaune. Le virage de l'indicateur au bleu ne nécessite pas plus de 1,5 mL d'*hydroxyde de sodium 0,01 M*. À 100 mL de solution S, ajoutez 0,2 mL de *solution de méthylorange R*. La solution est colorée en jaune. Le début du virage de l'indicateur du jaune à l'orangé ne nécessite pas plus de 4,0 mL d'*acide chlorhydrique 0,01 M*.

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

Fonctions basiques libres. Dissolvez 1,0 g de polyamide 11 (P) pour feuilles dans 50 mL d'une solution de *phénol R* à 90 pour cent *m/m,* en chauffant légèrement. Titrez par l'*acide perchlorique 0,1 M* dans une solution de *phénol R* à 90 pour cent *m/m.* Déterminez le point d'équivalence par potentiométrie (*2.2.20*). Effectuez un essai à blanc en utilisant 50 mL de solution de *phénol R* à 90 pour cent *m/m*. La différence entre les volumes utilisés dans les 2 titrages n'est pas supérieure à 0,5 mL.

Substances solubles dans l'eau. Évaporez à siccité 100 mL de solution S et desséchez à l'étuve à 100-105 °C pendant 3 h. La masse du résidu n'est pas supérieure à 20 mg (0,4 pour cent).

Substances solubles dans le méthanol. Dans un ballon de verre borosilicaté à col rodé, introduisez 1,0 g de polyamide 11 (P) pour feuilles. Ajoutez 30 mL de *méthanol R* et chauffez à reflux pendant 4 h en agitant. Laissez refroidir et filtrez dans un récipient préalablement taré. Lavez le ballon et le résidu avec quelques millilitres de *méthanol R*. Joignez le liquide de rinçage au filtrat. Eliminez le méthanol par distillation au bain-marie et séchez à 110 °C pendant 15 min. La masse du résidu n'est pas supérieure à 5 mg (0,5 pour cent).

Substances réductrices. À 20 mL de la solution S, ajoutez 2 mL d'acide sulfurique 1 M et 20 mL de permanganate de potassium 0,01N. Chauffez au bain-marie pendant 3 min et refroidissez immédiatement à température ambiante. Ajoutez aussitôt 1 g d'*iodure de potassium R* et titrez immédiatement par le thiosulfate de sodium 0,01N en présence de 0,5 mL de solution d'*amidon R*. Effectuez un essai à blanc en utilisant 20 mL d'*eau R*. La différence entre les volumes utilisés dans les 2 titrages n'est pas supérieure à 4,0 mL.

Phosphore total. Dans un creuset de platine, calcinez 0,165 g de polyamide 11 (P) pour feuilles en présence de 0,2 g de *carbonate de sodium anhydre R* et de 50 mg de *nitrate de potassium R*. Après refroidissement, reprenez le résidu par de l'*eau R* et transvasez la solution dans une fiole jaugée de 100 mL. Rincez le creuset avec de l'*eau R* et joignez les eaux de lavage à la solution. Acidifiez avec une solution d'*acide sulfurique R* à 60 pour cent *m/m* jusqu'à cessation de l'effervescence puis complétez à 100,0 mL avec de l'*eau R*. À 10 mL de solution, ajoutez 25 mL de *réactif molybdovanadique R* et complétez à 50,0 mL avec de l'*eau R*. Préparez le témoin à partir de 1 mL d'une solution de *phosphate monopotassique R* à 0,021 9 pour cent *m/V ;* ajoutez 10 mL d'*eau R*, 25 mL de *réactif molybdovanadique R*, puis complétez à 50,0 mL avec de l'*eau R*. La coloration jaune éventuelle de la solution obtenue à partir du matériau à examiner n'est pas plus intense que celle du témoin (0,3 pour cent).

Potassium : au maximum 1 ppm.

Spectrométrie d'émission atomique (*2.2.22, Procédé I*).

Solution à examiner. Effectuez l'essai des cendres sulfuriques (*2.4.14*) dans un creuset de platine sur 1,0 g de polyamide 11 (P) pour feuilles. Dissolvez le résidu obtenu dans de l'*acide nitrique dilué R* et complétez à 5 mL avec le même solvant.

Solutions de référence. Préparez les solutions de référence à partir de la *solution à 20 ppm de potassium (K) R* diluée si nécessaire avec de l'*eau R*.

Longueur d'onde : 766 nm.

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