POLYAMIDE 6

Polyamidum 6

$$-[NH\text{-}CO\text{-}(CH_2)_5-]_n$$

Le polyamide 6 est le poly[imino(oxo-1 hexaméthylène)] obtenu par polymérisation de l'ε-caprolactame (ou hexahydro 2*H*-azépinone-2).

CARACTÈRES

Granulés, objets moulés ou fils de diamètre supérieur à 1 mm, translucides. Le polyamide 6 est soluble dans l'acide formique, dans une solution de phénol à 90 pour cent *m/m,* dans l'alcool benzylique à une température voisine de celle de l'ébullition, pratiquement insoluble dans l'acétone, dans l'éthanol à 96 pour cent et dans l'hexane. Le polyamide 6 se ramollit vers 210 °C. Il brûle avec une flamme bleue à extrémité jaune et avec formation de gouttes.

Le polyamide 6 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 6 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 du *méthanol R* et complétez à 2 mL avec le même solvant. Filtrez.

Solution témoin. Dissolvez 0,6 g d'*acide 6-aminohexanoïque 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 10 volumes d'*acide acétique R*, de 25 volumes d'*eau R* et de 65 volumes de *butanol R*. Laissez sécher la plaque à l'air. Pulvérisez une solution de *ninhydrine R* à 0,2 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.

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

Solution à examiner. Dissolvez le résidu précédemment obtenu dans de l'*acétonitrile R* et

---

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

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 6-aminohexanoïque 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 *mlm ;*

– *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 6. 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*.

ε-Caprolactame. Opérez par chromatographie en phase gazeuse (*2.2.28*).

Solution à examiner. Dissolvez 1,0 g de polyamide 6 dans de l'*acide formique anhydre R* et complétez à 10 mL avec le même solvant.

Solutions témoins. Dissolvez respectivement 0,000 g, 0,002 5 g, 0,005 g, 0,0075 g et 0,010 g d'*ε-caprolactame R* dans de l'*acide formique anhydre R* et complétez à 10 mL avec le même solvant.

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

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 colonne à 170 °C, celle de la chambre à injection à 250°C et celle du détecteur à 250 °C. Injectez 1µL de la solution à examiner et 1 µL de chacune des solutions témoins. Le polyamide 6 ne contient pas plus de 1,0 pour cent d'ε-caprolactame.

Fonctions basiques libres. Dissolvez 1,0 g de polyamide 6 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 0,4 mL.

Substances solubles dans l'eau. Evaporez 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 6. 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 20 mg (2 pour cent).

Substances réductrices. À 20 mL de la solution S, ajoutez 2 mL d'*acide sulfurique 0,5 M* et 20 mL de *permanganate de potassium 0,002 M.* 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 0,01 M* 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 5,0 mL.

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