

DICH PHÂN TÁN 30 % CỦA ACID METHACRYLIC VÀ ETHYLACRYLAT ĐỒNG TRÙNG HỢP (1 : 1)

Hệ phân tán trong nước của acid methacrylic và ethyl acrylat đồng trùng hợp có khối lượng phân tử tương đối trung bình khoảng 250.000. Tỷ lệ nhóm carboxylic so với nhóm ester khoảng 1 : 1.

Hàm lượng

Từ 46,0 % đến 50,6 % đơn vị acid methacrylic tính theo cân sau khi bay hơi.

Có thể có chứa chất diện hoạt phù hợp như natri dodecyl sulfat và polysorbat 80.

Tính chất

Chất lỏng hơi sánh, đục, màu trắng hay gần như trắng. Trộn lẫn được với nước. Khi thêm các dung môi như acetone, ethanol tuyệt đối hay 2-propanol, tạo thành và tan khi tiếp tục thêm dư dung môi. Trộn lẫn được với dung dịch natri hydroxyd 4 %.

Định tính

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại đối chiếu của dịch phân tán 30 % của acid methacrylic và ethyl acrylat đồng trùng hợp (1 : 1).

B. Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu về giới hạn Hàm lượng.

Độ nhớt

Không được quá 15 mPa.s (Phụ lục 6.3, phương pháp III). Xác định độ nhớt ở 20 °C sử dụng nhớt kế quay với tốc độ trượt là 50 s⁻¹.

Tính chất của phim

Nhỏ 1 ml chế phẩm lên một đĩa thủy tinh và để khô. Một lớp phim giòn, trong suốt được hình thành.

Giới hạn tiểu phân

Lọc 100,0 g chế phẩm qua rây số 90 bằng thép không gỉ đã được xác định trước khối lượng. Rửa bằng nước đến khi dịch rửa trong rồi sấy khô ở 100 °C đến 105 °C. Khối lượng còn lại không quá 1,00 g.

Ethyl acrylat và acid methacrylic

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Methanol (TT₁) - nước dùng cho sắc ký đã được điều chỉnh đến pH 2,0 bằng acid phosphoric (20 : 80).

Dung dịch A: Hòa tan 3,5 g natri perclorat (TT) trong nước dùng cho sắc ký (TT) và pha loãng thành 100,0 ml bằng cùng dung môi.

Dung dịch mẫu trắng: Methanol (TT₁) - dung dịch A (2 : 1).

Dung dịch thử: Hòa tan 10,0 g chế phẩm trong methanol (TT₁) và pha loãng thành 50,0 ml bằng cùng dung môi.

Thêm từng giọt 10,0 ml dung dịch thử được vào 5,0 ml dung dịch A trong khi khuấy liên tục. Ly tâm hỗn hợp đến khi thu được dịch trong. Dùng lớp dịch trong ở phía trên làm dung dịch thử.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 50 mg acid methacrylic (TT) và 50 mg ethyl acrylat (TT) trong 5 ml butanol (TT) rồi pha loãng thành 50,0 ml bằng methanol (TT₁). Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng methanol (TT₁). Pha loãng 2,0 ml dung dịch thu được thành 10,0 ml bằng methanol (TT₁). Trộn 10,0 ml dung dịch thu được với 5,0 ml dung dịch A.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (12,5 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh *end-capped octadecylsilyl silica gel* dùng cho sắc ký (7 µm).

Detector quang phổ tử ngoại ở bước sóng 202 nm.

Tốc độ dòng: 2,0 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 µl.

Cách tiến hành:

Thời gian lưu của pic acid methacrylic khoảng 3 min, của pic ethyl acrylat khoảng 8 min.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu, độ phân giải giữa pic acid methacrylic và pic ethyl acrylat không nhỏ hơn 5,0. Trên sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng không được có các pic có thời gian lưu tương ứng với acid methacrylic và ethyl acrylat.

Tính hàm lượng phần trăm của ethyl acrylat và acid methacrylic từ diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch đối chiếu và nồng độ của các chất này trong dung dịch đối chiếu.

Giới hạn

Tổng hàm lượng ethyl acrylat và acid methacrylic không được quá 0,01 %.

Bỏ qua các tạp chất có hàm lượng từ 1 phần triệu trở xuống.

Cán sau khi bay hơi

28,5 % đến 31,5 %.

Sấy khô 1.000 g chế phẩm ở 110 °C trong 5 h. Cán còn lại phải từ 0,285 g đến 0,315 g.

Tro sulfat

Không được quá 0,2 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Giới hạn nhiễm vi sinh vật (Phụ lục 13.6)

Tổng số vi sinh vật hiếu khí: Không được quá 10³ CFU/g.

Tổng số nấm: Không được quá 10² CFU/g.

Định lượng

Hòa tan 1,500 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 40 ml nước và 60 ml 2-propanol (TT). Vừa khuấy vừa chuẩn độ chậm bằng dung dịch natri hydroxyd 0,5 N (CĐ), dùng dung dịch phenolphthalein (TT) làm chỉ thị.

1 ml dung dịch natri hydroxyd 0,5 N (CĐ) tương đương với 43,05 mg C₄H₆O₂ (đơn vị acid methacrylic).

Bảo quản

Ở nhiệt độ 5 °C đến 25 °C, tránh để đông băng.

Công dụng

Tá dược.

CÁC ĐẶC TÍNH LIÊN QUAN ĐẾN CÔNG DỤNG CỦA NGUYÊN LIỆU

Các đặc tính sau có thể liên quan đến việc sử dụng dịch phân tán 30 % của acid methacrylic và methyl methacrylat đồng trùng hợp (1 : 1) làm tá dược bao kháng dịch vị.

Độ nhớt

Xem phần trên.

Tính chất của phim

Xem phần trên.

Độ tan của phim

Lấy một mảnh phim thu được trong phép thử Tính chất của phim cho vào bình nón có chứa *dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT)* rồi khuấy. Mảnh phim không được hòa tan trong vòng 2 h. Lấy một mảnh phim khác cho vào bình nón có chứa *dung dịch đệm phosphat pH 6,0 (TT)* rồi khuấy. Mảnh phim hòa tan trong vòng 1 h.

ACID METHACRYLIC VÀ METHYL METHACRYLAT ĐỒNG TRÙNG HỢP (1 : 1)

Acid methacrylic và methyl methacrylat đồng trùng hợp có khối lượng phân tử tương đối trung bình khoảng 135.000. Tỷ lệ nhóm carboxylic so với nhóm ester khoảng 1 : 1.

Hàm lượng

Từ 46,0 % đến 50,6 % đơn vị acid methacrylic (tính theo chế phẩm đã làm khô).

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng, trơn chảy rất tốt.

Thực tế không tan trong nước và ethyl acetat, dễ tan trong ethanol tuyệt đối, 2-propanol và dung dịch natri hydroxyd 1 M.

Định tính

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại đối chiếu của acid methacrylic và methyl methacrylat đồng trùng hợp (1 : 1).

B. Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu về giới hạn Hàm lượng.

Độ nhớt

Từ 50 mPa.s đến 200 mPa.s (Phụ lục 6.3, phương pháp III). Hòa tan một lượng chế phẩm tương ứng với 37,5 g chế phẩm đã làm khô trong một hỗn hợp gồm 7,9 g nước và 254,6 g 2-propanol (TT). Xác định độ nhớt ở 20 °C sử dụng nhớt kế quay với tốc độ trượt là 10 s⁻¹.

Tính chất của phim

Nhỏ 1 ml dung dịch thu được trong phép thử Độ nhớt lên một đĩa thủy tinh và để khô. Một lớp phim giòn, trong suốt được hình thành.

Methyl methacrylat và acid methacrylic tự do

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Methanol - dung dịch đệm phosphat pH 2,0 (30 : 70).

Dung dịch mẫu trắng: Trộn đều 50,0 ml methanol (TT) và 25,0 ml pha động.

Dung dịch thử: Hòa tan 40 mg chế phẩm trong hỗn hợp gồm 50,0 ml methanol (TT) và 25,0 ml pha động.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 10 mg acid methacrylic chuẩn và 10 mg methyl methacrylat chuẩn trong methanol (TT) rồi pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 0,1 ml dung dịch này thành 50,0 ml với methanol (TT) rồi trộn với 25,0 ml pha động.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (10 cm × 4 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 µm).

Detector quang phổ tử ngoại ở bước sóng 202 nm.

Tốc độ dòng: 2,5 ml/min.

Thể tích tiêm: 50 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký với dung dịch mẫu trắng, dung dịch thử, dung dịch đối chiếu.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu, độ phân giải giữa pic acid methacrylic và pic methyl methacrylat không được nhỏ hơn 2,0. Sắc ký đồ của dung dịch mẫu trắng không được có các pic có thời gian lưu tương ứng với acid methacrylic và methyl methacrylat.

Giới hạn: Tổng hàm lượng methyl methacrylat và acid methacrylic tự do không được quá 0,1 %.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 5,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g, 105 °C, 6 h).

Tro sulfat

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,000 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan 1,000 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 40 ml nước và 60 ml 2-propanol (TT). Vừa khuấy vừa chuẩn độ chậm bằng dung dịch natri hydroxyd 0,5 N (CE), dùng dung dịch phenolphthalein (TT) làm chỉ thị.

1 ml dung dịch natri hydroxyd 0,5 N (CE) tương đương với 43,05 mg C₄H₆O₂ (đơn vị acid methacrylic).

Bảo quản

Trong bao bì kín, để nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Công dụng

Tá dược.