

TINH BỘT BIẾN TÍNH NATRI GLYCOLAT TYP B

Tinh bột biến tính natri glycolat typ B là muối natri của tinh bột khoai tây đã được *O*-carboxymethylat hóa một phần liên kết chéo, phải chứa từ 2,0 % đến 3,4 % Na (N.t.l: 22,99) tính theo chế phẩm đã được rửa bằng ethanol 80 % và làm khô.

Tính chất

Bột mịn, trơn chảy, màu trắng hoặc gần như trắng, rất hút ẩm. Thực tế không tan trong methylen clorid. Tạo hỗn dịch trong mờ khi hòa với nước.

Dưới kính hiển vi thấy: Hạt tinh bột đơn, không đều, hình trứng hay hình quả lê (kích thước 30 μm đến 100 μm) hoặc hình tròn (kích thước 10 μm đến 35 μm); rón lệch và các vòng đồng tâm rõ. Đôi khi thấy hạt tinh bột kép 2 đến 4. Dưới kính hiển vi phân cực thấy: Hình chữ thập màu đen ở rón hạt, trên bề mặt có các tinh thể nhỏ. Khi tiếp xúc với nước bị phồng lên.

Định tính

A. Chế phẩm phải đáp ứng phép thử pH.

B. Lấy 4,0 g chế phẩm, thêm 20 ml nước không có carbon dioxide (TT), lắc đều không đun nóng. Hỗn hợp tạo thành ở dạng gel. Thêm 100 ml nước không có carbon dioxide (TT) và lắc đều. Hỗn dịch tạo thành sẽ lắng cặn sau khi để yên.

C. Dung dịch chế phẩm đã acid hóa phải chuyển màu xanh lam hoặc màu tím khi thêm dung dịch iod- iodid (TT₁).

D. Dung dịch S2 phải cho phản ứng của ion natri (Phụ lục 8.1).

Dung dịch S2: Lấy 2,5 g chế phẩm cho vào chén nung bằng sứ hoặc platin, thêm 2 ml dung dịch acid sulfuric 50 %. Đun nóng trên cách thủy, sau đó đốt trực tiếp trên bếp, nâng nhiệt độ từ từ và nung ở 600 °C \pm 25 °C cho đến khi không còn các tiểu phân màu đen. Để nguội, làm ẩm bằng vài giọt dung dịch acid sulfuric 1 M (TT), bốc hơi rồi đốt và nung lại như trên, sau đó để nguội. Thêm vài giọt dung dịch amoni carbonat (TT), bay hơi đến khô và nung lại cẩn thận. Để nguội rồi hòa tan cẩn thận trong 50 ml nước.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S1: Ly tâm hỗn dịch thu được trong phép thử định tính B với gia tốc 2500 g trong 10 min. Cẩn thận lấy lớp dịch ở trên.

Dung dịch S1 phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

pH

Từ 3,0 đến 5,0 (Phụ lục 6.2).

Phân tán 1,0 g chế phẩm trong 30 ml nước để đo.

Natri glycolat

Không được quá 2,0 %. Tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng.

Dung dịch thử: Lấy 0,20 g chế phẩm vào cốc có mỏ, thêm

5 ml acid acetic (TT) và 5 ml nước. Khuấy cho đến khi tan hoàn toàn (khoảng 10 min). Thêm 50 ml acetone (TT) và 1 g natri clorid (TT), trộn đều. Lọc qua giấy lọc đã thấm acetone (TT), rửa cốc và giấy lọc bằng acetone (TT). Gộp dịch lọc và dịch rửa rồi pha loãng thành 100,0 ml bằng acetone (TT). Để yên trong 24 h. Dùng lớp dung dịch trong. Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,310 g acid glycollic (TT) (đã được làm khô trước trong chân không bằng diphosphor pentoxyd (TT) ở nhiệt độ phòng qua đêm) trong nước rồi pha loãng thành 500,0 ml bằng cùng dung môi. Lấy 5,0 ml dung dịch thu được, thêm 5 ml acid acetic (TT) rồi để yên khoảng 30 min. Thêm 50 ml acetone (TT) và 1 g natri clorid (TT), trộn đều. Lọc qua giấy lọc đã thấm acetone (TT), rửa cốc và giấy lọc bằng acetone (TT). Gộp dịch lọc và dịch rửa rồi pha loãng thành 100,0 ml bằng acetone (TT). Để yên trong 24 h. Dùng lớp dung dịch trong. Lấy 2,0 ml dung dịch thử, đun nóng trên cách thủy trong 20 min. Để nguội tới nhiệt độ phòng rồi thêm 20,0 ml dung dịch 2,7-dihydroxynaphthalen (TT). Lắc kỹ rồi đun nóng trên cách thủy trong 20 min. Làm nguội dưới vòi nước, chuyển toàn bộ dịch thu được vào bình định mức và pha loãng thành 25,0 ml bằng acid sulfuric (TT) trong khi vẫn làm nguội bình định mức dưới vòi nước. Trong vòng 10 min phải tiến hành đo độ hấp thụ của dung dịch thu được ở bước sóng 540 nm (Phụ lục 4,1), dùng nước làm mẫu trắng. Độ hấp thụ của dung dịch được chuẩn bị từ dung dịch thử không được lớn hơn độ hấp thụ của dung dịch được chuẩn bị song song và cùng điều kiện từ 2,0 ml dung dịch đối chiếu.

Natri clorid

Không được quá 7,0 %.

Lấy 0,500 g chế phẩm vào cốc có mỏ, tạo hỗn dịch với 100 ml nước. Thêm 1 ml acid nitric (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ), xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). Sử dụng điện cực chỉ thị là điện cực bạc.

1 ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ) tương đương với 5,844 mg NaCl.

Sắt

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Dùng 10 ml dung dịch S2 để thử.

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Lấy 1,0 g chế phẩm, tiến hành thử theo phương pháp 4. Dùng 2 ml dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 10,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 130 °C; 1,5 h).

Giới hạn nhiễm vi sinh vật

Chế phẩm phải đáp ứng yêu cầu phép thử *Escherichia coli* và *Salmonella* (Phụ lục 13.6).

Định lượng

Lắc 1,000 g chế phẩm với 20 ml *ethanol 80 % (TT)*, khuấy trong 10 min và lọc. Lặp lại quy trình trên cho đến khi ion clorid được rửa hết (xác định bằng dung dịch *bạc nitrat (TT) 1,7 %*). Sấy khô cắn ở 105 °C đến khối lượng không đổi. Lấy 0,700 g cắn khô, thêm 80 ml *acid acetic băng (TT)* và đun hồi lưu trong 2 h. Để nguội dung dịch thu được đến nhiệt độ phòng. Chuẩn độ bằng *dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ)*, xác định điểm kết thúc bằng phương pháp đo điện thế (Phụ lục 10.2). Song song tiến hành một mẫu trắng.

1 ml *dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ)* tương đương với 2,299 mg Na.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Tá dược.

TINH BỘT BIẾN TÍNH NATRI GLYCOLAT TYP C

Tinh bột biến tính natri glycolat typ C là muối natri của tinh bột đã được *O*-carboxymethylat hóa một phần, liên kết chéo bởi sự mất nước bằng phương pháp vật lý, phải chứa từ 2,8 % đến 5,0 % Na (N.t.l: 22,99) tính theo chế phẩm đã được rửa bằng *ethanol 80 %* và làm khô.

Tính chất

Bột mịn, trơn chảy, màu trắng hoặc gần như trắng, rất hút ẩm. Tan trong nước, thực tế không tan trong methylen clorid. Tạo hỗn dịch trong mờ giống gel khi hòa với nước. Dưới kính hiển vi thấy: Hạt tinh bột đơn, không đều, hình trứng hay hình quả lê (kích thước 30 µm đến 100 µm) hoặc hình tròn (kích thước 10 µm đến 35 µm); rốn lệch và các vòng đồng tâm rõ. Đôi khi thấy hạt tinh bột kép 2 đến 4. Dưới kính hiển vi phân cực thấy: Hình chữ thập màu đen ở rốn hạt, trên bề mặt có các tinh thể nhỏ. Khi tiếp xúc với nước bị phồng lên.

Định tính

A. Chế phẩm phải đáp ứng phép thử pH.

B. Lấy 4,0 g chế phẩm, thêm 20 ml *nước không có carbon dioxyd (TT)*, lắc đều không đun nóng. Hỗn hợp tạo thành ở dạng gel. Thêm 100 ml *nước không có carbon dioxyd (TT)* và lắc đều: dạng gel của hỗn dịch vẫn bền vững (phân biệt với tinh bột biến tính typ A và B). Giữ hỗn dịch thu được để tiến hành phép thử pH và Độ trong và màu sắc của gel.

C. Lấy 5 ml gel thu được trong phép thử B, thêm 0,05 ml *dung dịch iod-iodid (TT)*. Màu xanh lam đậm được tạo thành.

D. Dung dịch S phải cho phản ứng của ion natri (Phụ lục 8.1).
Dung dịch S: Lấy 2,5 g chế phẩm cho vào chén nung bằng sứ hoặc platin, thêm 2 ml *dung dịch acid sulfuric 50 %*. Đun nóng trên cách thủy, sau đó đốt trên bếp hồ, nâng nhiệt độ từ từ và nung ở 600 °C ± 25 °C cho đến khi không

còn các tiểu phân màu đen. Để nguội, làm ẩm bằng vài giọt *acid sulfuric (TT)*, bốc hơi rồi đốt và nung lại như trên, sau đó để nguội. Thêm vài giọt *dung dịch amoni carbonat (TT)*, bay hơi đến khô và nung lại cẩn thận. Để nguội rồi hòa tan cắn thu được trong 50 ml *nước*.

Độ trong và màu sắc của gel

Gel thu được trong phép Định tính B phải không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

pH

Từ 5,5 đến 7,5 (Phụ lục 6.2).

Dùng gel thu được trong phép thử Định tính B để đo.

Natri glycolat

Không được quá 2,0 %. Tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng.

Dung dịch thử: Lấy 0,20 g chế phẩm vào cốc có mỏ, thêm 5 ml *acid acetic (TT)* và 5 ml *nước*. Khuấy cho đến khi tan hoàn toàn (khoảng 10 min). Thêm 50 ml *aceton (TT)* và 1 g *natri clorid (TT)*, trộn đều. Lọc qua giấy lọc đã thấm *aceton (TT)*, rửa cốc và giấy lọc bằng *aceton (TT)*. Gộp dịch lọc và dịch rửa rồi pha loãng thành 100,0 ml bằng *aceton (TT)*. Để yên trong 24 h. Dùng lớp dung dịch trong.
Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,310 g *acid glycollic (TT)* (đã được làm khô trước trong chân không bằng *diphosphor pentoxyd (TT)*) trong *nước* rồi pha loãng thành 500,0 ml bằng cùng dung môi. Lấy 5,0 ml dung dịch thu được, thêm 5 ml *acid acetic (TT)* rồi để yên khoảng 30 min. Thêm 50 ml *aceton (TT)* và 1 g *natri clorid (TT)*, rồi pha loãng thành 100,0 ml bằng *aceton (TT)*.

Lấy 2,0 ml dung dịch thử, đun nóng trên cách thủy trong 20 min. Để nguội tới nhiệt độ phòng rồi thêm 20,0 ml *dung dịch 2,7-dihydroxynaphthalen (TT)*. Lắc kỹ rồi đun nóng trên cách thủy trong 20 min. Làm nguội dưới vòi nước, chuyển toàn bộ dịch thu được vào bình định mức và pha loãng thành 25,0 ml bằng *acid sulfuric (TT)* trong khi vẫn làm nguội bình định mức dưới vòi nước. Trong vòng 10 min phải tiến hành đo độ hấp thụ của dung dịch thu được ở bước sóng 540 nm (Phụ lục 4,1), dùng *nước* làm mẫu trắng. Độ hấp thụ của dung dịch được chuẩn bị từ dung dịch thử không được lớn hơn độ hấp thụ của dung dịch được chuẩn bị song song và cùng điều kiện từ 2,0 ml dung dịch đối chiếu.

Natri clorid

Không được quá 1 %.

Lắc 1,00 g chế phẩm với 20 ml *ethanol 80 % (TT)* trong 10 min, lọc. Lặp lại quy trình trên 4 lần. Sấy khô cắn đến khối lượng không đổi ở 100 °C để dùng cho phép thử Định lượng. Gộp dịch lọc. Bốc hơi đến khô, hòa tan cắn bằng *nước* và pha loãng thành 25,0 ml với cùng dung môi. Lấy 10,0 ml dung dịch thu được, thêm 30 ml *nước* và 5 ml *dung dịch acid nitric loãng (TT)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ)*, xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ điện thế (Phụ lục 10.2). Sử dụng điện cực chỉ thị là điện cực bạc.