

Dung dịch đối chiếu: Lấy 0,40 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CĐ), thêm 6 ml dung dịch acid nitric loãng (TT) và pha loãng thành 50 ml bằng nước.

Thêm 1 ml dung dịch bạc nitrat 1,7 % (TT) vào dung dịch thử và dung dịch đối chiếu. Để tránh ánh sáng trong 5 min. Dung dịch thử không được đục hơn dung dịch đối chiếu.

Sulfat

Không được quá 0,72 %.

Lắc 0,40 g chế phẩm với 25 ml nước, thêm 5 ml dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT) lắc để hòa tan và thêm 20 ml nước. Thêm 2,5 ml acid hydrochloric (TT) vào dung dịch thu được và đun nóng trong cách thủy đến khi tủa bông được hình thành. Để nguội, ly tâm và gạn riêng lớp nước phía trên. Rửa tủa 3 lần, mỗi lần với 10 ml nước và ly tâm mỗi lần rửa. Gộp dịch rửa và lớp nước gạn ra ở trên và pha loãng thành 100 ml bằng nước. Lọc và bỏ 5 ml dịch lọc đầu. Thêm 1 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TT) vào 25 ml dịch lọc và pha loãng thành 50 ml bằng nước (dung dịch thử).

Dung dịch đối chiếu: Lấy 1,5 ml dung dịch acid sulfuric 0,01 N (CĐ), thêm 1 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TT) và pha loãng thành 50 ml bằng nước.

Thêm 2 ml dung dịch bari clorid 12 % (TT) vào dung dịch thử và dung dịch đối chiếu. Trộn đều và để yên 10 min. Dung dịch thử không được đục hơn dung dịch đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 8,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 105 °C; 4 h).

Tro sulfat

Không được quá 1,5 %, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Tá dược, thuốc nhuận tràng.

CARMELOSE CALCI

Carmelose calci là muối calci của cellulose được O-carboxymethylat hóa một phần.

Tính chất

Bột màu trắng hoặc trắng hơi vàng nhạt, dễ hút ẩm sau khi làm khô.

Thực tế không tan trong aceton, ethanol 96 % và toluen. Trương nở trong nước tạo thành hỗn dịch.

Định tính

A. Lắc kỹ 0,1 g chế phẩm với 10 ml nước. Thêm 2 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT) và để yên trong

10 min (dung dịch A). Pha loãng 1 ml dung dịch A thành 5 ml bằng nước. Lấy 0,05 ml dung dịch thu được, thêm vào 0,5 ml dung dịch muối natri của acid cromotropic (TT) 0,05 % trong dung dịch acid sulfuric (TT) 75 % (kl/kl) và đun nóng trên cách thủy trong 10 min. Xuất hiện màu tím đỏ.

B. Lắc 5 ml dung dịch A thu được trong phép thử A với 10 ml aceton (TT). Xuất hiện tủa bông màu trắng.

C. Lắc 5 ml dung dịch A thu được trong phép thử A với 1 ml dung dịch sắt (III) clorid 10,5 % (TT). Tủa bông màu nâu tạo thành.

D. Nung 1 g chế phẩm và hòa tan cẩn trọng trong hỗn hợp gồm 5 ml acid acetic (TT) và 10 ml nước. Lọc (nếu cần), đun sôi dịch lọc trong vài phút. Để nguội và trung hòa bằng dung dịch amoniac loãng (TT). Dung dịch thu được cho phản ứng (A) của ion calci (Phụ lục 8.1).

Giới hạn kiểm

Lắc kỹ 1,0 g chế phẩm với 50 ml nước không có carbon dioxyd (TT) và thêm 0,05 ml dung dịch phenolphthalein (TT). Không được xuất hiện màu đỏ.

Clorid

Không được quá 0,36 % (Phụ lục 9.4.5).

Dung dịch S: Lắc 1,0 g chế phẩm với 50 ml nước cất, thêm 5 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT) và pha loãng thành 100 ml bằng nước cất.

Đun trên cách thủy 28 ml dung dịch S với 10 ml dung dịch acid nitric loãng (TT) cho tới khi tủa bông được tạo thành. Để nguội, ly tâm tách lấy dịch ở trên. Rửa tủa 3 lần bằng cách ly tâm, mỗi lần với 10 ml nước. Gộp dịch ly tâm, dịch rửa và pha loãng thành 100 ml bằng nước. Lấy 25 ml dung dịch thu được, thêm 6 ml dung dịch acid nitric loãng (TT) và pha loãng thành 50 ml bằng nước. Pha loãng 10 ml dung dịch thu được thành 15 ml bằng nước để tiến hành thử.

Sulfat

Không được quá 1 % (Phụ lục 9.4.14).

Đun trên cách thủy 20 ml dung dịch S với 1 ml acid hydrochloric (TT) cho tới khi xuất hiện tủa bông. Để nguội, ly tâm tách lấy dịch ở trên. Rửa tủa 3 lần bằng cách ly tâm, mỗi lần với 10 ml nước. Gộp dịch ly tâm, dịch rửa và pha loãng thành 100 ml bằng nước cất. Lấy 25 ml dung dịch thu được, thêm 1 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TT) và pha loãng thành 50 ml bằng nước cất để tiến hành 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; 105 °C; 4 h).

Tro sulfat

Từ 10,0 % đến 20,0 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).
Dùng 1,0 g chế phẩm, nung trong chén platin.

Bảo quản

Trong bao bì kín.

Loại thuốc

Tá dược.

Thuốc nhuận tràng.

CARMELOSE NATRI

Carmelose natri (natri carboxymethylcellulose) là muối natri của cellulose được *O*-carboxymethylat hóa một phần, có chứa từ 6,5 % đến 10,8 % natri (Na), tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột hoặc hạt màu trắng hoặc gần như trắng, dễ hút ẩm sau khi làm khô.

Thực tế không tan trong aceton, ethanol và toluen. Dễ phân tán trong nước tạo thành dung dịch keo.

Định tính

Dung dịch S: Cân chính xác khoảng 1,0 g chế phẩm đã làm khô, rắc từ từ vào 90 ml *nước không có carbon dioxyd* (TT) ở nhiệt độ từ 40 °C đến 50 °C, khuấy mạnh. Tiếp tục khuấy cho tới khi thu được dung dịch keo, để nguội và pha loãng thành 100 ml bằng *nước không có carbon dioxyd* (TT).

A. Lấy 10 ml dung dịch S, thêm 1 ml *dung dịch đồng sulfat 10 %* (TT). Xuất hiện tủa bông màu xanh.

B. Đun sôi 5 ml dung dịch S trong vài phút. Không được có tủa tạo thành.

C. Dung dịch thu được trong phép thử Kim loại nặng cho các phản ứng của ion natri (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S không được đục hơn hỗn dịch đối chiếu III (Phụ lục 9.2) và không được đậm màu hơn màu mẫu V₆ (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

pH

pH của dung dịch S từ 6,0 đến 8,0 (Phụ lục 6.2).

Độ nhớt biểu kiến

Từ 75 % đến 140 % giá trị ghi trên nhãn (Phụ lục 6.3)

Vừa khuấy vừa cho một lượng chính xác bột tương ứng với 2,00 g chế phẩm đã làm khô vào 50 ml *nước* đã được làm nóng đến 90 °C. Để nguội, pha loãng thành 100,0 ml bằng *nước*, khuấy cho đến khi hòa tan hoàn toàn. Xác định độ nhớt bằng nhớt kế quay ở 20 °C và tốc độ trượt là 10 s⁻¹. Nếu không thể đạt được tốc độ trượt chính xác là 10 s⁻¹ thì dùng một tốc độ hơi lớn hơn, một tốc độ hơi nhỏ hơn và dùng phép nội suy. Đối với sản phẩm có độ nhớt thấp, dùng một lượng chế phẩm cần thiết để chuẩn bị dung dịch có nồng độ ghi trên nhãn.

Natri glycolat

Không được quá 0,4 %.

Dung dịch thử: Cân chính xác một lượng chế phẩm tương ứng với 0,500 g chế phẩm đã làm khô vào một cốc thủy tinh, thêm 5 ml *acid acetic* (TT) và 5 ml *nước*. Khuấy cho đến khi hòa tan hoàn toàn (khoảng 30 min). Thêm 80 ml *aceton* (TT) và 2 g *natri clorid* (TT). Lọc qua giấy lọc đã thấm ướt bằng *aceton* (TT), rửa cốc và giấy lọc với *aceton* (TT), pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Để yên 24 h không được lắc. Dùng lớp chất lỏng trong ở trên.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,310 g *acid glycolic* (TT) (đã được làm khan trước bằng phosphor pentoxyd trong chân không) vào *nước* trong bình định mức, thêm *nước* vừa đủ 1000,0 ml. Lấy 5,0 ml dung dịch thu được, thêm 5 ml *acid acetic* (TT) và để yên trong 30 min. Thêm 80 ml *aceton* (TT) và 2 g *natri clorid* (TT), pha loãng thành 100,0 ml bằng *aceton* (TT).

Lấy riêng biệt 2,0 ml dung dịch thử và dung dịch đối chiếu, cho vào bình định mức dung tích 25 ml. Đun nóng trên cách thủy để loại *aceton*. Để nguội tới nhiệt độ phòng và thêm 5,0 ml *dung dịch 2,7-dihydroxynaphthalen* (TT) vào mỗi bình. Lắc và thêm 15,0 ml *dung dịch 2,7-dihydroxynaphthalen* (TT). Đậy bình bằng giấy nhôm và đun nóng trên cách thủy trong 20 min. Làm nguội dưới vòi nước và pha loãng thành 25,0 ml với *acid sulfuric* (TT). Trong vòng 10 min, lấy 10,0 ml mỗi dung dịch vào ống nghiệm có đáy bằng. Khi so màu, quan sát dọc theo trục ống nghiệm. Màu của dung dịch thử không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.

Clorid

Không được quá 0,25 % (Phụ lục 9.4.5)

Lấy 2 ml dung dịch S, pha loãng thành 15 ml bằng *nước* và tiến hành thử.

Kim loại nặng

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

Lấy cân thu được từ phép thử tro sulfat, thêm 1 ml *acid hydrocloric* (TT) và bốc hơi trên cách thủy.

Hòa cân trong 20 ml *nước*. Lấy 12 ml dung dịch thu được và tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng *dung dịch chỉ mẫu 1 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; 105 °C).

Tro sulfat

Từ 20,0 % đến 33,3 %, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 9.9, phương pháp 2). Giới hạn này tương ứng với hàm lượng natri (Na) từ 6,5 % đến 10,8 %.

Dùng 1,0 g chế phẩm tính theo chế phẩm đã làm khô, trộn với một hỗn hợp đồng thể tích *acid sulfuric* (TT) và *nước*.

Bảo quản

Trong bao bì kín.