

	Thời gian (min)	Nhiệt độ (°C)
Cột	0 - 6	60
	6 - 16	60 → 110
	16 - 31	110 → 230
	31 - 36	230
Buồng tiêm		150
Detector		250

Detector ion hóa ngọn lửa.

Thể tích tiêm: 2 ml.

Cách tiến hành:

Thời gian lưu của 2-chloroethanol khoảng 7,8 min.

Giới hạn:

Diện tích pic 2-chloroethanol trên sắc ký đồ của dung dịch thử không được lớn hơn 0,5 lần diện tích pic của 2-chloroethanol trên sắc ký đồ dung dịch đối chiếu (2).

Kim loại nặng

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

Lấy 1,0 g chế phẩm thử theo phương pháp 3. Dùng 2 ml dung dịch chỉ 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, 3 h).

Tro sulfat

Không được quá 4,0 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Nhãn

Trên nhãn quy định độ nhớt biểu kiến tính theo milipascal.giây (mPa.s) cho dung dịch 2 % (kl/kl).

Công dụng

Tá dược.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

HYDROXYETHYLMETHYLCELULOSE

Hydroxyethylmethylcellulose là cellulose được O-methyl hóa và O-(2-hydroxyethyl) hóa từng phần.

Tính chất

Hạt hay bột trắng, trắng hơi vàng hoặc trắng xám, dễ hút ẩm sau khi sấy khô. Thực tế không tan trong nước nóng, acetone, ethanol, ether, toluen. Tan trong nước lạnh tạo dung dịch keo.

Định tính

Dung dịch S: Vừa khuấy vừa cho một lượng bột tương đương với 1,0 g chế phẩm đã làm khô vào 50 g nước không

có carbon dioxyl (TT) đã được đun nóng đến 90 °C. Để nguội, thêm nước không có carbon dioxyl (TT) đến 100 g và khuấy cho đến khi tan hoàn toàn

A. Vừa khuấy vừa đun trong cách thủy 10 ml dung dịch S. Ở nhiệt độ trên 50 °C, dung dịch đục hoặc xuất hiện tủa bông. Dung dịch trong trở lại khi làm lạnh.

B. Lấy 10 ml dung dịch S, thêm 0,3 ml dung dịch acid acetic loãng (TT) và 2,5 ml dung dịch acid tannic 10 % (TT). Xuất hiện tủa bông màu trắng vàng, tủa này tan trong dung dịch amoniac loãng (TT).

C. Trộn đều 1 g chế phẩm với 2 g bột mịn mangan sulfat (TT) trong ống nghiệm dài 160 mm. Đặt mẫu giấy lọc được tẩm hỗn hợp vừa được chuẩn bị gồm 1 thể tích dung dịch diethanolamin 20 % (tt/tt) và 11 thể tích dung dịch natri nitroprusiat 5 % (TT) đã được điều chỉnh pH đến khoảng 9,8 bằng dung dịch acid hydrochloric 1 M (TT) vào phần trên của ống nghiệm sâu khoảng 2 cm. Đun cách dầu silicon ở 190 °C đến 200 °C sao cho ống nghiệm ngập trong dầu khoảng 8 cm. Giấy lọc phải có màu xanh lam trong vòng 10 min. Song song tiến hành mẫu trắng.

D. Hòa tan hoàn toàn 0,2 g chế phẩm (không đun nóng) trong 15 ml dung dịch acid sulfuric 70 % (kl/kl). Vừa đổ dung dịch vừa khuấy đều, vào 100 ml nước đá và pha loãng đến 250 ml với nước đá. Lấy 1 ml dung dịch trên cho vào ống nghiệm, làm lạnh trong nước đá và thêm 8 ml acid sulfuric (TT) bằng cách nhỏ giọt. Đun trong cách thủy chính xác trong 3 min, sau đó làm lạnh ngay trong nước đá. Khi hỗn hợp lạnh, thêm từ từ 0,6 ml dung dịch ninhydrin (TT), trộn đều. Để yên ở 25 °C, xuất hiện ngay màu hồng và không chuyển sang tím trong vòng 100 min.

E. Trải 1 ml dung dịch S lên mặt kính. Sau khi bốc hơi nước, một lớp film được tạo thành trên mặt kính.

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 phải từ 5,5 đến 8,0 (Phụ lục 6.2).

Độ nhớt biểu kiến

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

Vừa khuấy vừa cho một lượng bột tương ứng với 6,0 g chế phẩm đã làm khô vào 150 g nước đã được làm nóng đến 90 °C. Khuấy bằng máy khuấy chân vịt 10 min, làm lạnh trong nước đá và tiếp tục khuấy trong 40 min để hòa tan hoàn toàn. Điều chỉnh khối lượng đến 300 g, ly tâm dung dịch để đuổi hết khí. Điều chỉnh nhiệt độ dung dịch khoảng (20 ± 0,1) °C. Xác định độ nhớt bằng nhớt kế quay ở 20 °C với tốc độ trượt là 10 s⁻¹.

Clorid

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.4.5).

Pha loãng 1 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

HYDROXYPROPYLCELULOSE

Kim loại nặng

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

Lấy 1,0 g chế phẩm và tiến hành thử theo phương pháp 3. Dùng 2 ml *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu (TT)* để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 10 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g, 100 °C đến 105 °C).

Tro sulfat

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

Dùng 1,0 g chế phẩm đã làm khô.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

Nhãn

Trên nhãn quy định độ nhớt tính theo milipascal giây (mPa·s) của dung dịch 2 % (kl/kl).

Loại thuốc

Tá dược.

HYDROXYPROPYLCELULOSE

Hydroxypropylcellulose là cellulose được O-2-hydroxypropyl hóa một phần phải chứa từ 53,4% đến 80,5% nhóm hydroxypropoxy, tính theo chế phẩm đã làm khô. Chế phẩm có thể chứa các chất chống đông bánh như silica (silic dioxyd SiO₂).

Tính chất

Hạt hay bột màu trắng hay trắng ngà, hơi hút ẩm. Tan trong nước lạnh, ethanol (96 %) và propylen glycol tạo dung dịch keo. Thực tế không tan trong nước nóng.

Định tính

A. Hòa tan 1 g chế phẩm trong *nước* và pha loãng thành 100 ml với cùng dung môi. Trải 1 ml dung dịch thu được lên mặt kính. Sau khi bốc hơi nước, một lớp phim mỏng được tạo thành trên mặt kính.

B. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của hydroxypropylcellulose chuẩn, bỏ qua pic ở 1719 cm⁻¹.

C. Phân tán đều 1,0 g chế phẩm trong 100 ml nước sôi, khuấy hỗn hợp bằng máy khuấy từ có thanh khuấy dài 25 mm. Thêm 50 ml dung dịch thu được vào 50 ml *nước* trong cốc thủy tinh. Đặt nhiệt kế vào trong dung dịch. Khuấy dung dịch bằng máy khuấy từ có gia nhiệt, đun nóng với tốc độ 2 - 5 °C/min. Ở nhiệt độ trên 40 °C, dung dịch trở nên đục hoặc hình thành kết tủa bông. Dung dịch trong trở lại khi làm lạnh.

pH

Phân tán đều 1,0 g chế phẩm trong 100 ml *nước không có carbon dioxyd (TT)* sôi, khuấy hỗn hợp bằng máy khuấy

từ. pH của dung dịch thu được phải từ 5,0 đến 8,0 (Phụ lục 6.2).

Độ nhớt

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

Vừa khuấy vừa cho một lượng chế phẩm tương đương với 6,00 g chế phẩm đã được làm khô vào 150 g *nước* đã được làm nóng đến 90 °C. Khuấy bằng máy khuấy chân vịt trong 10 min, làm lạnh trong nước đá và tiếp tục khuấy trong 40 min để hòa tan hoàn toàn. Điều chỉnh khối lượng đến 300 g, ly tâm dung dịch để đuổi hết khí. Điều chỉnh nhiệt độ dung dịch đến khoảng (20 ± 0,1) °C. Xác định độ nhớt bằng nhớt kế quay ở 20 °C với tốc độ trượt là 10 s⁻¹. Với chế phẩm có độ nhớt thấp, dùng lượng chế phẩm đủ để chuẩn bị dung dịch có nồng độ quy định trên nhãn.

Silica

Không được quá 0,6 %.

Nếu trên nhãn ghi có thêm silica và nếu lượng cần được tìm thấy trong phép thử Tro sulfat lớn hơn 0,2 %, làm ẩm lượng cần thu được ở phép thử Tro sulfat bằng *nước* và thêm từ từ 5 ml *acid hydrofluoric (TT)*. Bốc hơi đến khô ở nhiệt độ 95 °C đến 105 °C, tiến hành cẩn thận để tránh mất mẫu. Làm lạnh và tráng thành chén platin bằng 5 ml *acid hydrofluoric (TT)*. Thêm 0,5 ml *acid sulfuric (TT)* và bốc hơi đến khô. Nâng dần nhiệt độ đến khi bay hơi toàn bộ acid và nung ở 1000 ± 25 °C. Để nguội trong bình hút ẩm và cân. Lượng silica trong chế phẩm được tính bằng chênh lệch khối lượng của cần thu được trong mục Tro sulfat và khối lượng cần cuối cùng thu được.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 5,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g, 105 °C, 4h).

Tro sulfat

Không được quá 0,8 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm và chén platin.

Định lượng

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2).

Dung dịch chuẩn nội: Hòa 1,0 ml *methylcyclohexan (TT)* trong 10 ml *o-xylen (TT)*, pha loãng vừa đủ 50,0 ml bằng *o-xylen (TT)*.

Dung dịch thử: Cân 30,0 mg chế phẩm đã được làm khô và 60 mg *acid adipic (TT)* vào lọ phản ứng 5,0 ml. Thêm 2,00 ml dung dịch chuẩn nội và 1,0 ml dung dịch *acid hydriodic (TT)*. Đậy kín bằng nắp kiểu septum chịu áp suất và cân chính xác khối lượng lọ phản ứng (khối lượng trước khi đun). Đặt lọ phản ứng vào trong lò hoặc dụng cụ làm nóng phù hợp có thể duy trì nhiệt độ bên trong ở 115 ± 2 °C trong 70 min và khuấy liên tục. Để nguội lọ phản ứng và cân lại (khối lượng sau khi đun). Nếu chênh lệch khối lượng trước và sau khi đun quá 10 mg, thì làm lại một dung dịch thử mới. Để tách lớp, dùng bơm tiêm đã được làm lạnh xuyên qua nắp lọ và lấy một thể tích lớp trên vừa đủ làm dung dịch thử.