

Hidroxietyl Celulosa

Cambio en la redacción:

▲ Las partes del texto de esta monografía que son texto USP nacional y, por lo tanto, no forman parte del texto armonizado, están indicadas con los símbolos (*,.) para especificar este hecho. ▲ (NF 1-Ago-2020)

Cellulose, 2-hydroxyethyl ether
Celulosa, 2-hidroxietyl éter [9004-62-0].

DEFINICIÓN

Cambio en la redacción:

▲ Celulosa parcialmente O-(2-hidroxietylada). Puede contener estabilizantes de pH adecuados como fosfatos. Contiene 30,0%–70,0% de grupos hidroxietoxi (–OC₂H₄OH) (sustancia seca). ▲ (NF 1-Ago-2020)

IDENTIFICACIÓN

Agregar lo siguiente:

▲ • **A. PRUEBAS ESPECTROSCÓPICAS DE IDENTIFICACIÓN** (197),
Espectroscopía en el Infrarrojo: 197A ▲ (NF 1-Ago-2020)

Cambio en la redacción:

• ▲ **B.** ▲ (NF 1-Ago-2020)

Solución muestra: ▲ Dispersar 1,0 g de la sustancia seca en 50 mL de agua exenta de dióxido de carbono. Después de 10 minutos, diluir con agua exenta de dióxido de carbono hasta 100 mL y mezclar hasta disolver completamente. ▲ (NF 1-Ago-2020)

Análisis: ▲ Calentar 10 mL de la *Solución muestra* a ebullición. ▲ (NF 1-Ago-2020)

Criterios de aceptación: ▲ La solución ▲ (NF 1-Ago-2020) permanece transparente. ▲ ▲ (NF 1-Ago-2020)

Eliminar lo siguiente:

▲ • **B.**

Muestra: 1 mL de la solución de la prueba de *Identificación A*

Análisis: Colocar la *Muestra* en una placa de vidrio y dejar que se evapore.

Criterios de aceptación: Se forma una película delgada que se mantiene por sí misma. ▲ (NF 1-Ago-2020)

Eliminar lo siguiente:

▲ • **C.**

Solución muestra: 1 en 2000

Análisis: Agregar 1 mL de solución de fenol (50 mg/mL) a 1 mL de la *Solución muestra*, luego agregar 5 mL de ácido sulfúrico, agitar y dejar que se enfríe.

Criterios de aceptación: El color de la solución se torna anaranjado. ▲ (NF 1-Ago-2020)

VALORACIÓN

Agregar lo siguiente:

▲ • **PROCEDIMIENTO**

[PRECAUCIÓN—El ácido yodhídrico y sus subproductos de reacción son altamente tóxicos. Realizar todos los pasos de la preparación de la *Solución estándar* y la *Solución muestra* en una campana que funcione correctamente. El analista que realice esta prueba debe

estar familiarizado con las prácticas de seguridad específicas que se aplican en este caso.]

[NOTA—Preparar las soluciones inmediatamente antes de usar.]

♦ **Aparato:** Como vial de reacción, usar un vial para suero de 5 mL con cierre a presión, con una altura de 50 mm, un diámetro externo de 20 mm y una boca de 13 mm de diámetro interno. El vial está equipado con un septo de cierre a presión de goma butílica recubierta de politetrafluoroetileno y un sello impermeable que utilice un precinto de aluminio o cualquier sistema de sellado que proporcione una hermeticidad adecuada. Usar un calentador con un módulo de calentamiento que tenga un bloque de aluminio de forma cuadrada con orificios de 20 mm de diámetro y 32 mm de profundidad, en el que se ajusta el vial de reacción. El módulo de calentamiento está provisto también de un agitador magnético capaz de mezclar el contenido del vial, o usar un agitador de vaivén que realice aproximadamente 100 oscilaciones por minuto. ♦

Ácido yodhídrico: Usar un reactivo con una concentración típica de yoduro de hidrógeno (HI) de aproximadamente 57%.

Solución de estándar interno: Agregar 0,5 mL de *n*-octano a 10 mL de *o*-xileno y diluir en *o*-xileno hasta 100,0 mL.

Solución estándar: Transferir 60 mg de ácido adípico y 2,00 mL de *Solución de estándar interno* a un vial de reacción de 5 mL, agregar 1,0 mL de *Ácido yodhídrico* y cerrar inmediatamente con un septo. Pesar el vial con exactitud, luego inyectar 55 µL de yodoetano a través del septo del vial, pesar con exactitud nuevamente y mezclar. Después de la separación de las fases, perforar el septo del vial con una jeringa enfriada y retirar un volumen suficiente de la capa superior como la *Solución estándar*.

Solución muestra: Agregar 60 mg de ácido adípico a 30,0 mg de la sustancia a examinar (sustancia seca) en un vial de reacción de 5 mL con cierre a presión, equipado con un tapón de membrana de cierre a presión recubierto con politetrafluoroetileno y asegurado con una tapa de aluminio precintada o cualquier otro sistema de sellado que proporcione una hermeticidad adecuada. Agregar 2,00 mL de *Solución de estándar interno* y 1,0 mL de *Ácido yodhídrico* y cerrar inmediatamente. Pesar con exactitud el vial de reacción (masa total previa al calentamiento). No mezclar el contenido del vial a mano antes de colocarlo en el horno o el calentador. Colocar el vial en un horno o calentador en un calentador adecuado, con agitación mecánica continua, manteniendo la temperatura interna del vial a 165 ± 2° durante 2,5 horas. Dejar que se enfríe y pesar con exactitud el vial de reacción (masa total luego del calentamiento). Si la diferencia entre la masa total previa al calentamiento y la masa total posterior al calentamiento es más de 10 mg, preparar una solución de prueba nueva. Después de la separación de las fases, perforar el septo del vial con una jeringa enfriada y retirar un volumen suficiente de la capa superior como la *Solución muestra*.

Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Aptitud del Sistema*.)

Modo: Cromatografía de Gases

Detector: Ionización a la llama

Columna: Capilar, de sílice fundida, de 0,53 mm × 30 m; recubierta con una capa de fase G1 de 3 µm

Gas transportador: Helio

Temperaturas

Inyector: 250°

Detector: 280°

Columna: Ver la *Tabla 1*.

Tabla 1

Temperatura Inicial (°)	Rampa de Temperatura (°/min)	Temperatura Final (°)	Tiempo de Espera (Hold Time) a la Temperatura Final (min)
50	0	50	3
50	10	100	—
100	34,9	250	8

Velocidad de flujo: 4,2 mL/min

Volumen de inyección: 1 µL

Tipo de inyección: Dividida; relación de partición, 40:1

Tiempo de corrida: 20,3 min

Aptitud del sistema

Requisitos de aptitud

Muestra: Solución estándar

[NOTA—Los tiempos de retención relativos para yodoetano y *n*-octano son aproximadamente 0,6 y 1,0, respectivamente. El tiempo de retención del estándar interno (*n*-octano) es aproximadamente 10 minutos.]

Resolución: No menos de 5,0 entre los picos de yodoetano y *n*-octano

Desviación estándar relativa: No más de 2,0%, usando el factor de respuesta del pico principal, en 6 inyecciones de la Solución estándar

Análisis

Muestras: La capa superior de la Solución estándar y de la Solución muestra

Calcular el factor de respuesta (*F*):

$$\text{Resultado} = (r_{S1} \times W_1 \times C) / (r_{S2} \times 100)$$

r_{S1} = área del pico del estándar interno de la Solución estándar

W_1 = peso de yodoetano en la Solución estándar (mg)

C = contenido porcentual de yodoetano según el certificado del fabricante

r_{S2} = área del pico de yodoetano de la Solución estándar

Calcular el contenido porcentual (*m/m*) de los grupos hidroxietoxi:

$$\text{Resultado} = (r_{U1} \times F \times M_1 \times 100) / (r_{U2} \times W_2 \times M_2)$$

r_{U1} = área del pico de yodoetano de la Solución muestra

F = valor promedio de los factores de respuesta de la Solución estándar

M_1 = masa molar del grupo hidroxietoxi, 61,1

r_{U2} = área del pico del estándar interno de la Solución muestra

W_2 = peso de la muestra (sustancia seca) en la Solución muestra (mg)

M_2 = masa molar de yodoetano, 156,0

Criterios de aceptación: 30,0%–70,0% de grupos hidroxietoxi ($-\text{OC}_2\text{H}_4\text{OH}$) con respecto a la sustancia seca ▲ (NF 1-Ago-2020)

IMPUREZAS

Agregar lo siguiente:

▲• CLORUROS

Solución estándar de cloruro (5 ppm de cloruro): Disolver 0,824 g de USP Sodium Chloride RS en agua para obtener

1000,0 mL. Inmediatamente antes de usar, diluir 1,0 mL de la solución así obtenida con agua hasta 100,0 mL.

Solución estándar: Mezclar 10 mL de Solución estándar de cloruro y 5 mL de agua inmediatamente antes de usar.

Solución muestra: Diluir 1 mL de la Solución muestra preparada en la Identificación B con agua hasta 30 mL.

Análisis: Agregar 1 mL de una solución de ácido nítrico diluido (200 g/L) a 15 mL de la Solución muestra y verter la mezcla como una adición única en un tubo de ensayo que contenga 1 mL de solución de nitrato de plata (17 g/L). Preparar un estándar de la misma manera. Observar los tubos lateralmente contra un fondo negro.

Criterios de aceptación: Después de dejar en reposo durante 5 minutos protegida de la luz, cualquier opalescencia en la Solución muestra no es más intensa que la de la Solución estándar (no más de 1,0%). ▲ (NF 1-Ago-2020)

Agregar lo siguiente:

▲• NITRATOS

[NOTA—Preparar todas las soluciones inmediatamente antes de usar.]

Solución amortiguadora: Agregar 135 g de fosfato monobásico de potasio a una mezcla de 50 mL de ácido sulfúrico 1 M y 800 mL de agua, y diluir con agua hasta 1000 mL.

Agua amortiguada: Diluir 80 mL de Solución amortiguadora con agua hasta 2000 mL.

Solución estándar de nitrato (500 ppm de nitrato): Disolver 0,8154 g de nitrato de potasio en 500 mL de Agua amortiguada y diluir con el mismo disolvente hasta 1000,0 mL.

Solución muestra: Disolver 0,50 g de la sustancia a examinar en Agua amortiguada y diluir con el mismo disolvente hasta 100,0 mL.

Soluciones de referencia: Si la hidroxietil celulosa tiene una viscosidad de 1000 mPa · s o menos, diluir 10,0; 20,0 y 40,0 mL de Solución estándar de nitrato con Agua amortiguada hasta 100,0 mL y mezclar. Si la hidroxietil celulosa tiene una viscosidad de más de 1000 mPa · s, diluir 1,0; 2,0 y 4,0 mL de Solución estándar de nitrato con Agua amortiguada hasta 100,0 mL y mezclar. Para determinar el límite aplicable, determinar la viscosidad usando el método descrito en la Nota en la prueba de Viscosidad—Métodos Rotatorios (912).

Análisis: Realizar las mediciones para cada solución, potenciométricamente (ver Volumetría (541)), usando un electrodo selectivo de nitrato como indicador y como referencia un electrodo de plata-cloruro de plata con sulfato de amonio 0,1 M como electrolito. Calcular la concentración de nitratos usando una curva de calibración.

Criterios de aceptación: No más de 3,0% (sustancia seca), si la hidroxietil celulosa tiene una viscosidad de 1000 mPa · s o menos; y no más de 0,2% (sustancia seca), si la hidroxietil celulosa tiene una viscosidad de más de 1000 mPa · s. ▲ (NF 1-Ago-2020)

Agregar lo siguiente:

▲• ALDEHIDOS

Solución madre del estándar (20 ppm de glioxal): En un matraz graduado de 100 mL, pesar una cantidad de solución de glioxal [40% (p/p)] correspondiente a 0,200 g de glioxal ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_2$) y diluir con etanol anhidro a volumen. Inmediatamente antes de usar, diluir la solución con el mismo disolvente hasta 100 veces su volumen.

Solución estándar (2 ppm de glioxal): Inmediatamente antes de usar, diluir la Solución madre del estándar con etanol anhidro hasta 10 veces su volumen.

Solución muestra: Transferir 1,0 g de Hidroxietyl Celulosa a un tubo de ensayo con tapón de vidrio esmerilado y agregar 10,0 mL de etanol anhidro. Tapar el tubo y mezclar mecánicamente durante 30 minutos. Centrifugar y reservar el sobrenadante.

Análisis: A 2,0 mL de la *Solución muestra*, agregar 5,0 mL de una solución de 4 g/L de clorhidrato de hidrazona de metilbenzotiazolona en una solución de ácido acético glacial al 80% (v/v) en agua. Agitar para homogeneizar. Después de 2 horas, la solución no tiene un color más intenso que un estándar que se prepara al mismo tiempo y de la misma manera usando 2,0 mL de la *Solución estándar* en lugar de 2,0 mL de la *Solución muestra*.

Criterios de aceptación: No más de 20 ppm, expresado como glioxal ▲ (NF 1-Ago-2020)

Cambio en la redacción:

- **RESIDUO DE INCINERACIÓN** <281>: No más de ▲4,0% si la hidroxietyl celulosa tiene una viscosidad de 1000 mPa · s o menos y no más de 1,0% si la hidroxietyl celulosa tiene una viscosidad de más de 1000 mPa · s, determinado en 1,0 g. Para determinar el límite aplicable, determinar la viscosidad usando el método descrito en la *Nota* en la prueba de *Viscosidad—Métodos Rotatorios* <912>. ▲ (NF 1-Ago-2020)

Cambio en la redacción:

- ▲▲ (NF 1-Ago-2020) **PLOMO** <251>: No más de 10 µg/g ▲▲ (NF 1-Ago-2020)

PRUEBAS ESPECÍFICAS

Cambio en la redacción:

- **pH** <791>
Solución muestra: ▲Usar la *Solución muestra* preparada en la *Identificación B* (10 mg/mL). ▲ (NF 1-Ago-2020)
Criterios de aceptación: ▲5,5–8,5 ▲ (NF 1-Ago-2020)

Cambio en la redacción:

- **PÉRDIDA POR SECADO** <731>
▲Muestra: 1,000 g ▲ (NF 1-Ago-2020)
Análisis: Secar la *Muestra* a 105° durante 3 horas.
Criterios de aceptación: No más de 10,0%

Cambio en la redacción:

- ▲▲ (NF 1-Ago-2020) ▲▲ (NF 1-Ago-2020) **VISCOSIDAD—MÉTODOS ROTATORIOS** <912>: Cuando se determina a la

concentración y en las condiciones especificadas en el etiquetado, su viscosidad es 50%–150% de la viscosidad declarada cuando se declara como un solo valor, o está entre los valores máximo y mínimo cuando se declara como un intervalo de viscosidades. ▲▲ (NF 1-Ago-2020)

▲[NOTA—Para determinar el límite aplicable para las pruebas de *Nitratos* y de *Residuo de Incineración* <281>, determinar la viscosidad usando el siguiente procedimiento.]

Mientras se mezcla, transferir una cantidad de la sustancia a examinar, equivalente a 2,00 g de la sustancia seca, a 50 g de agua. Diluir con agua hasta 100,0 g y mezclar hasta disolver completamente. Determinar la viscosidad usando un viscosímetro rotatorio a 25° y a una velocidad de corte de 100 s⁻¹ para sustancias con una viscosidad esperada de hasta 100 mPa · s, a una velocidad de corte de 10 s⁻¹ para sustancias con una viscosidad esperada entre 100 mPa · s y 20 000 mPa · s y a una velocidad de corte de 1 s⁻¹ para sustancias con una viscosidad esperada superior a 20 000 mPa · s. Si resulta imposible obtener una velocidad de corte de exactamente 10 s⁻¹ o 100 s⁻¹, respectivamente, usar una velocidad ligeramente superior y una velocidad ligeramente inferior, e intercalar. ▲ (NF 1-Ago-2020)

REQUISITOS ADICIONALES

Cambio en la redacción:

- ▲▲ (NF 1-Ago-2020) **ENVASADO Y ALMACENAMIENTO:** Conservar en envases bien cerrados. ▲▲ (NF 1-Ago-2020)

Cambio en la redacción:

- ▲▲ (NF 1-Ago-2020) **ETIQUETADO:** El etiquetado indica su viscosidad, en condiciones especificadas, en solución acuosa. La viscosidad indicada puede expresarse en forma de intervalo, entre 50%–150% del valor ▲declarado ▲ (NF 1-Ago-2020). ▲La etiqueta indica el nombre y la concentración de cualquier estabilizante de pH agregado. ▲▲ (NF 1-Ago-2020)

Agregar lo siguiente:

- ▲ **ESTÁNDARES DE REFERENCIA USP** <11>
USP Hydroxyethyl Cellulose RS
USP Sodium Chloride RS ▲ (NF 1-Ago-2020)