

6.3.5. Metais pesados^a

6.3.5.1. Proceder conforme POP DIFIQ MG 013;

6.3.5.2. Adicionar 1 ml de ácido clorídrico R ao resíduo obtido em determinação de cinzas sulfatadas e evaporar em banho-maria. Dissolver o resíduo em 20 ml de água purificada. 12 ml da solução cumpre o teste. Seguir o método A (BP);

6.3.5.3. Preparar solução de referência usando solução padrão de chumbo (1 ppm Pb) R;

6.3.5.4. Critério de aceitação: No máximo 20 ppm.

6.4. Volume de sedimentação^b

6.4.1. Transferir 75 mL de água para uma proveta graduada de 100 ml de boca esmerilhada e adicionar 1,5 g da croscarmelose sódica em porções de 0,5 g, agitando vigorosamente após cada adição. Diluir para 100 mL com água e agitar até distribuição homogênea da substância. Deixar em repouso por 4 horas;

6.4.2. Critério de aceitação: O volume da massa sedimentada é entre 10 e 30 mL.

6.5. Cloreto de sódio e glicolato de sódio^b

6.5.1. Teste cloreto de sódio

6.5.1.1. Condições da análise

6.5.1.1.1. Eletrodo indicador: eletrodo de prata;

6.5.1.1.2. Eletrodo de referência: eletrodo de junção dupla contendo solução de nitrato de potássio 10% no eletrodo externo e uma solução padrão no eletrodo interno.

6.5.1.2. Procedimento

6.5.1.2.1. Pesar 5g de croscarmelose sódica e transferir para um frasco de 250mL;

6.5.1.2.2. Adicionar 50 mL de água e 5mL de peróxido de hidrogênio a 30%;

6.5.1.2.3. Aquecer a mistura por 20 minutos em banho-maria, mexendo constantemente para garantir a hidratação;

6.5.1.2.4. Esfriar e adicionar 100mL de água purificada e 10mL de ácido nítrico;

6.5.1.2.5. Titular potenciométricamente com nitrato de prata 0,05N VS;

6.5.2. Teste de Glicolato de sódio

6.5.2.1. Preparo da solução padrão

6.5.2.1.1. Pesar 100mg de ácido glicólico previamente seco em dessecador (deixar de um dia para o outro) e transferir para um balão volumétrico de 100 mL;

6.5.2.1.2. Dissolver, diluir com água purificada e completar o volume.

NOTA: Essa solução só é válida por 30 dias.

6.5.2.2. Preparo da solução padrão A

6.5.2.2.1. Transferir 1,0mL da solução padrão para balão volumétrico de 100mL;

6.5.2.2.2. Adicionar 4mL de água purificada e 5ml de ácido acético glacial;

6.5.2.2.3. Diluir e completar o volume com acetona.

6.5.2.3. Preparo da solução padrão B

6.5.2.3.1. Transferir 2,0 mL da solução padrão para um balão volumétrico de 100mL;

6.5.2.3.2. Adicionar 3 mL de água purificada e 5ml de ácido acético glacial;

6.5.2.3.3. Diluir e completar com acetona até o volume.

6.5.2.4. Preparo da solução padrão C

6.5.2.4.1. Transferir 3,0mL da solução padrão para um balão volumétrico de 100 mL;

6.5.2.4.2. Adicionar 2mL de água purificada e 5 mL de ácido acético glacial;

6.5.2.4.3. Diluir e completar e com acetona até o volume.

6.5.2.5. Preparo da solução padrão D

6.5.2.5.1. Transferir 4,0mL da solução padrão para um balão volumétrico de 100mL;

6.5.2.5.2. Adicionar 1mL de água purificada e 5mL de ácido acético glacial;

6.5.2.5.3. Diluir e completar com acetona até o volume.

6.5.2.6. Preparo da amostra

6.5.2.6.1. Pesar 0,5g de croscarmelose sódica e transferir para um Becker de 100mL;

6.5.2.6.2. Umedecer completamente com 5 mL de ácido acético glacial, adicionar 5ml de água purificada e agitar com um bastão de vidro por 15 minutos, para garantir hidratação adequada;

6.5.2.6.3. Adicionar lentamente 50 ml de acetona e 1g de cloreto de sódio;

6.5.2.6.4. Continuar a homogeneização por vários minutos, para garantir a precipitação completa da carboximetilcelulose;

6.5.2.6.5. Filtrar através de um papel de filtro macio, de textura aberta e previamente umedecida com uma pequena quantidade de acetona;

6.5.2.6.6. Coletar o filtrado em um balão volumétrico de 100 mL e lavar o filtro com 30mL de acetona para facilitar a transferência dos sólidos;

6.5.2.6.7. Em seguida, Diluir e completar com acetona o volume.

6.5.2.7. Preparo da solução 2,7-di-hidroxi-naftaleno TS

6.5.2.7.1. Dissolver 0,1g de 2,7-di-hidroxi-naftaleno em 1000 mL de ácido sulfúrico;

6.5.2.7.2. Deixar a solução em repouso até o desaparecimento da coloração amarela.

NOTA: Caso a solução apresente coloração muito escura, descarte-a e prepare uma nova com um suprimento diferente de ácido sulfúrico. Esta solução é estável por aproximadamente 1 mês, se armazenada em frasco âmbar.

6.5.2.8. Procedimento

6.5.2.8.1. Em balões volumétricos diferentes transferir 2mL da solução padrão A, 2ml solução padrão B, 2mL solução padrão C e 2mL solução padrão D;

6.5.2.8.2. Adicionar em cada balão volumétrico 2 mL da solução amostra;

6.5.2.8.3. Para a obtenção do branco, adicionar 2,0 mL de uma solução contendo 5% de ácido acético glacial em acetona;

- 6.5.2.8.4. Coloque os balões descobertos em um banho-maria fervendo por 20 minutos para remover a acetona;
- 6.5.2.8.5. Retirar e deixar esfriar;
- 6.5.2.8.6. Adicionar em cada balão 5,0 mL de 2,7-di-hidroxinaftaleno TS, misturar e adicionar 15 ml novamente;
- 6.5.2.8.7. Cubra a boca de cada frasco com papel alumínio e leve-os novamente para banho-maria fervente por 20 minutos;
- 6.5.2.8.8. Em seguida, retire do banho, esfrie, dilua e complete o volume com ácido sulfúrico;
- 6.5.2.8.9. Determinar a absorvância de cada solução a 540nm em espectrofotômetro adequado, e preparar uma curva padrão usando as absorvâncias obtidas nas soluções padrão;
- 6.5.2.8.10. Calcular a porcentagem de glicolato de sódio: (Critério de aceitação: A soma das porcentagens de cloreto de sódio e glicolato de sódio não é maior que 0,5%).

$$\text{Glicolato de sódio} = \frac{(F \times P1)}{[(100 - b) \times P2]}$$

Onde: F: fator que converte ácido glicólico em glicolato de sódio F= 12,9

P1: peso de ácido glicólico na amostra, determinado a partir da curva padrão e da absorvância da solução amostra (mg);

P2: peso da amostra(g);

b: porcentagem da perda por dessecação

6.6. Grau de Substituição^b

6.6.1. Preparo de solução

6.6.1.1. Solução de Púrpura m-cresol TS

6.6.1.1.1. Dissolver 0,1g de metacresol púrpura em 13 mL de hidróxido de sódio 0,01 N;

6.6.1.1.2. Misturar e diluir com água purificada para balão volumétrico de 100 mL.

6.6.2. Procedimento

6.6.2.1. Pesar 1g de croscarmelose sódica e transferir para um balão volumétrico de 500mL;

6.6.2.2. Adicionar 300 mL de solução de cloreto de sódio (1:10) e em seguida, adicionar 25mL de hidróxido de sódio 0,1N. Tampar e deixar em repouso por 5minutos em constante agitação;

6.6.2.3. Adicionar 5 gotas de púrpura m-cresol TS e 15mL de ácido clorídrico 0,1N;

6.6.2.4. Tampar e agitar;

6.6.2.5. Caso a solução apresente coloração violeta, adicionar ácido clorídrico 0,1N em porções de 1mL, até a mesma ficar amarela, agitando após cada adição;

6.6.2.6. Titular com hidróxido de sódio 0,1N até o aparecimento da cor violeta.

NOTA: Proceder ao preparo da solução de ácido clorídrico 0,1N e hidróxido de sódio 0,1N conforme POP DIFIQ MG 023.

6.6.2.7. Calcular o número de líquido de miliequivalentes M, de base necessários para neutralização de 1g de croscarmelose sódica, na base seca;

6.6.2.8. Calcular o grau de substituição ácida de carboximetil;

$$A = \frac{1150 \times M}{[7102 - (412 \times M) - (80 \times C)]}$$

Onde: M = miliequivalente da base;

C= porcentagem de resíduo na ignição da croscarmelose sódica, conforme determinado no teste para resíduo na ignição.

6.6.2.9. Calcular o grau de substituição de carboximetil sódio;

$$S = \frac{[162 + (58 \times A)] \times C}{[7102 - (80 \times C)]}$$

Onde: A= grau de substituição ácida de carboximetil, conforme determinado acima.

C= porcentagem de resíduo na ignição da croscarmelose sódica, conforme determinado no teste para resíduo na ignição.

6.6.2.10. O grau de substituição é a soma de A + S;

6.6.2.11. Critério de aceitação: Grau de substituição é de 0,60 a 0,85 na base seca.