

Định tính

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Toluene - acid acetic băng (8 : 2).

Dung dịch thử: Đun nóng nhẹ 1,0 g chế phẩm với 10 ml *chloroform* (TT), để nguội, lọc.

Dung dịch đối chiếu: Dung dịch có chứa acid benzoic 0,6 % và acid salicylic 0,3 % trong *chloroform* (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 2 µl các dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, làm khô bản mỏng ở ngoài không khí và quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Các vết trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu phải giống nhau về giá trị R_f và màu sắc. Phép thử chỉ có giá trị khi trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu có 2 vết tách ra rõ ràng.

Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 365 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu đều cho một vết huỳnh quang xanh lơ có cùng giá trị R_f và màu sắc.

Phun dung dịch sắt (III) clorid 5,0 % (TT) lên bản mỏng. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu đều cho một vết màu tía, tương ứng với vị trí của vết huỳnh quang xanh lơ đã quan sát thấy dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 365 nm, có cùng giá trị R_f và màu sắc.

Định lượng

Acid benzoic: Lấy 2 g chế phẩm cho vào bình nón dung tích 300 ml, thêm 150 ml nước, đun nóng cho chảy rồi chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ), dùng dung dịch phenolphthalein (TT) làm chỉ thị. Giữ lại dung dịch này để định lượng acid salicylic.

Sau khi trừ 1 ml đối với mỗi lượng 13,81 mg của $C_7H_6O_3$ tìm thấy trong định lượng acid salicylic, mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ) tương ứng với 12,21 mg $C_7H_6O_2$.

Acid salicylic: Làm nguội dung dịch đã chuẩn độ xong ở phần định lượng acid benzoic. Lọc qua giấy lọc đã thấm nước vào bình định mức 250 ml, thêm khoảng 20 ml nước vào bình nón, tráng kỹ và lọc tiếp vào bình định mức trên, làm như vậy 2 lần nữa, tập trung dịch lọc vào bình định mức, thêm nước vừa đủ đến vạch, lắc đều. Lấy chính xác 5 ml dung dịch thu được vào bình định mức 50 ml, thêm dung dịch sắt (III) clorid 0,1 % trong dung dịch acid nitric 0,1 % vừa đủ đến vạch. Lọc (nếu cần) để loại khỏi mù trong bình, rồi đo độ hấp thụ của dung dịch này ở bước sóng cực đại 530 nm (Phụ lục 4.1), dùng dung dịch sắt (III) clorid 0,1 % trong dung dịch acid nitric 0,1 % làm mẫu trắng. Song song tiến hành đo độ hấp thụ của dung dịch chuẩn được pha như sau: Lấy chính xác 5 ml dung dịch acid salicylic 0,024 % cho vào bình định mức 50 ml, thêm dung dịch sắt (III) clorid 0,1 % trong dung dịch acid nitric 0,1 % vừa đủ đến vạch, lắc đều. Lọc (nếu cần) để loại bỏ khỏi mù trong bình.

Tính hàm lượng của acid salicylic, $C_7H_6O_3$, dựa theo độ hấp thụ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_7H_6O_3$ trong dung dịch chuẩn.

Bảo quản

Trong bao bì kín, ở nơi mát.

ACID BORIC



P.t.l: 61,8

Acid boric phải chứa từ 99,0 % đến 100,5 % H_3BO_3 .

Tính chất

Bột kết tinh trắng, mảnh, bóng, không màu, dính tay khi sờ hoặc tinh thể trắng. Tan trong nước và ethanol 96 %, dễ tan trong nước sôi và glycerin 85 %.

Định tính

A. Hòa tan 0,1 g chế phẩm bằng cách đun nóng nhẹ trong 5 ml *methanol* (TT), thêm 0,1 ml *acid sulfuric* (TT). Đốt, dung dịch cho ngọn lửa màu xanh lá.

B. Dung dịch S (xem Độ trong và màu sắc của dung dịch) có phản ứng acid.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 3,3 g chế phẩm trong 80 ml nước sôi, để nguội và pha loãng thành 100 ml bằng nước không có carbon dioxid (TT).

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

pH

pH của dung dịch S từ 3,8 đến 4,8 (Phụ lục 6.2).

Độ tan trong ethanol 96 %

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong 10 ml *ethanol* 96 % (TT) sôi. Dung dịch thu được không được đục hơn hỗn dịch đối chiếu II (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Tạp chất hữu cơ

Chế phẩm không được biến thành đen khi làm nóng liên tục tới đỏ.

Sulfat

Không được quá 0,045 % (Phụ lục 9.4.14).

Pha loãng 10 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Kim loại nặng

Không được quá 15 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Lấy 12 ml dung dịch S và tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng hỗn hợp gồm 2,5 ml dung dịch chì mẫu 2 phần triệu Pb (TT) và 7,5 ml nước để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Định lượng

Hòa tan 1,000 g chế phẩm bằng cách làm nóng trong 100 ml nước có chứa 15 g *manitol* (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch *natri hydroxyd* 1 N (CĐ) cho tới khi xuất hiện màu hồng, dùng 0,5 ml dung dịch *phenolphthalein* (TT) làm chỉ thị.

1 ml dung dịch *natri hydroxyd* 1 N (CĐ) tương đương với 61,80 mg H_3BO_3 .

DUNG DỊCH ACID BORIC 3 %

Là dung dịch dùng tại chỗ của acid boric trong nước.

Công thức điều chế

Acid boric 3 g

Nước tinh khiết vđ 100 ml

Hòa tan acid boric trong nước sôi, để nguội, thêm nước vừa đủ 100 ml. Lọc.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận "Dung dịch thuốc" (Phụ lục 1.3) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng acid boric, H_3BO_3 , từ 95,0 % đến 105,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Tính chất

Dung dịch trong, không màu, không mùi, có phản ứng hơi acid.

Định tính

A. Lấy 3 ml chế phẩm vào một bát sứ nhỏ, đun trong cách thủy đến cạn. Thêm vào cạn 5 ml *methanol* (TT), khuấy cho tan (có thể đun trên cách thủy nếu cần). Thêm 0,1 ml *acid sulfuric* (TT) và đốt. Ngọn lửa thu được có viền màu xanh lá.

B. Lấy 5 ml chế phẩm, thêm 1 giọt dung dịch *da cam methyl* (TT), dung dịch có màu vàng. Thêm 5 ml *glycerin* (TT), màu chuyển sang đỏ cam.

Định lượng

Lấy chính xác 5 ml chế phẩm, thêm 20 ml *glycerin* (TT) đã được trung tính trước [dùng dung dịch *phenolphthalein* (TT) làm chỉ thị] và chuẩn độ bằng dung dịch *natri hydroxyd* 0,1 N (CĐ) cho tới khi xuất hiện màu hồng. Thêm 5 ml *glycerin* (TT) đã trung tính trước với dung dịch *phenolphthalein* (TT), nếu màu hồng biến mất thì tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch *natri hydroxyd* 0,1 N (CĐ) cho tới khi xuất hiện màu hồng bền vững.

1 ml dung dịch *natri hydroxyd* 0,1 N (CĐ) tương ứng với 6,18 mg H_3BO_3 .

Giới hạn nhiễm vi sinh vật

Chế phẩm phải đạt yêu cầu về giới hạn nhiễm vi sinh vật (Phụ lục 13.6).

Nếu dùng để rửa mắt, chế phẩm phải vô khuẩn (Phụ lục 13.7).

Bảo quản

Đựng trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Sát khuẩn tại chỗ.

THUỐC MỠ ACID BORIC 10 %

Là thuốc mỡ dùng ngoài da có chứa acid boric.

Acid boric phải được tán thành bột mịn qua rây số 125 trước khi pha chế.

Công thức

Acid boric (tán rất mịn) 10 g

Tá dược nhũ hóa vừa đủ 100 g

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận "Thuốc mỡ dùng trên da và niêm mạc" (Phụ lục 1.12) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng acid boric, H_3BO_3 , từ 9,0 % đến 11,0 %.

Tính chất

Thuốc mỡ màu trắng hoặc vàng nhạt.

Định tính

Lấy 1 g chế phẩm cho vào một bát sứ, thêm 4 ml *ethanol* (TT) và 1 giọt *acid sulfuric đậm đặc* (TT). Châm lửa đốt (vừa đốt vừa khuấy bằng một đũa thủy tinh). Ngọn lửa có viền màu xanh lá.

Định lượng

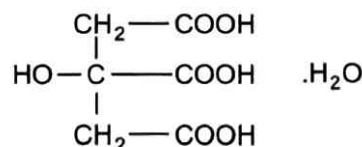
Cân chính xác khoảng 1,0 g chế phẩm cho vào cốc có mỏ, thêm 20 ml nước và 20 ml *glycerin* (TT) đã được trung tính trước với dung dịch *phenolphthalein* (TT) làm chỉ thị. Đun cách thủy cho tan, lắc đều. Chuẩn độ bằng dung dịch *natri hydroxyd* 0,1 N (CĐ) đến khi xuất hiện màu hồng bền vững [dung dịch *phenolphthalein* (TT) làm chỉ thị].

1 ml dung dịch *natri hydroxyd* 0,1 N (CĐ) tương đương với 6,18 mg H_3BO_3 .

Bảo quản

Trong lọ thủy tinh hay bình sứ, nút kín.

ACID CITRIC NGÂM MỘT PHÂN TỬ NƯỚC



$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$

P.t.l: 210,1

Acid citric ngâm một phân tử nước là acid 2-hydroxypropan-1,2,3-tricarboxylic, phải chứa từ 99,5 % đến 101,0 % $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$, tính theo chế phẩm khan.