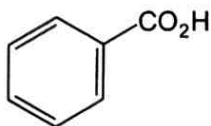


ACID BENZOIC



$C_7H_6O_2$

P.t.l: 122,1

Acid benzoic là acid benzen carboxylic, phải chứa từ 99,0 % đến 100,5 % $C_7H_6O_2$.

Tính chất

Tinh thể hình kim hay mảnh, không màu hoặc bột kết tinh trắng, không mùi hoặc thoảng mùi cánh kiến trắng. Khó tan trong nước, tan trong nước sôi, dễ tan trong ethanol 96 %, ether và dầu béo.

Định tính

Dung dịch S: Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong ethanol 96 % (TT) và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi.

A. Điểm chảy: 121 °C đến 124 °C (Phụ lục 6.7).

B. Dung dịch S phải cho phản ứng (A) của ion benzoat (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

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

Các hợp chất dễ bị carbon hóa

Hòa tan 0,5 g chế phẩm trong 5 ml acid sulfuric (TT), lắc đều. Sau 5 min, dung dịch thu được không được thâm màu hơn dung dịch màu chuẩn V_5 (Phụ lục 9.3, phương pháp 1).

Các hợp chất dễ bị oxy hóa

Hòa tan 0,2 g chế phẩm trong 10 ml nước sôi. Để nguội, lắc đều và lọc. Thêm 1 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TT) và 0,2 ml dung dịch kali permanganat 0,1 N (CD) vào dịch lọc. Sau 5 min dung dịch vẫn phải còn màu hồng.

Các hợp chất chứa clor

Tất cả dụng cụ thủy tinh phải là loại thủy tinh không có clor và được chuẩn bị sẵn cho thử nghiệm này như sau: Ngâm qua đêm trong dung dịch acid nitric 35 %, rửa sạch và làm đầy bằng nước.

Dung dịch (1): Hòa tan 6,7 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 40 ml dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT) và 50 ml ethanol 96 % (TT), pha loãng với nước thành 100 ml. Lấy 10,0 ml dung dịch thu được thêm 7,5 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT) và 0,125 g hợp kim nikel - nhôm (TT), đun nóng trên cách thủy trong 10 min. Để nguội đến nhiệt độ phòng, lọc, hứng dịch lọc vào bình định mức 25 ml, rửa ba lần, mỗi lần với 2 ml ethanol 96 % (TT), pha loãng thành 25 ml bằng nước.

Dung dịch (2): Chuẩn bị giống như dung dịch (1) nhưng không có chế phẩm.

Trong 4 bình định mức 25 ml, cho riêng rẽ 10 ml dung dịch (1), 10 ml dung dịch (2), 10 ml dung dịch clorid mẫu

8 phần triệu Cl (TT) [dung dịch (3)] và 10 ml nước [dung dịch (4)]. Thêm vào mỗi bình 5 ml dung dịch phen sắt amoni (TT). Thêm từng giọt, vừa thêm vừa lắc, 2 ml acid nitric (TT) và 5 ml dung dịch thủy ngân (II) thiocyanat (TT). Lắc kỹ, thêm nước đến định mức và để trong cách thủy ở 20 °C trong 15 min. Đo độ hấp thụ ở bước sóng 460 nm (Phụ lục 4.1) của dung dịch (1), dùng dung dịch (2) làm mẫu trắng và độ hấp thụ của dung dịch (3), dùng dung dịch (4) làm mẫu trắng.

Độ hấp thụ của dung dịch (1) không được lớn hơn độ hấp thụ của dung dịch (3) (300 phần triệu).

Kim loại nặng

Không được quá 10 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Lấy 12 ml dung dịch S và tiến hành thử theo phương pháp 2. Dùng hỗn hợp gồm 5 ml ethanol 96 % (TT), 5 ml dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT) và 2 ml dung dịch S để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Tro sulfat

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

Cân chính xác khoảng 0,200 g chế phẩm, hòa tan trong 20 ml ethanol 96 % (TT), thêm 0,1 ml dung dịch đỏ phenol (TT), chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CD) cho đến khi màu chuyển từ vàng sang đỏ tím.

1 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CD) tương đương với 12,21 mg $C_7H_6O_2$.

Bảo quản

Trong chai lọ nút kín.

Loại thuốc

Kháng nấm, chất bảo quản chống vi sinh vật.

THUỐC MỠ BENZOSALI

Là thuốc mỡ dùng ngoài da có chứa acid benzoic và acid salicylic trong các chất nhũ hóa thích hợp.

Công thức

Acid benzoic (bột mịn)	60 g
Acid salicylic (bột mịn)	30 g
Tá dược nhũ hóa vừa đủ	1000 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 benzoic, $C_7H_6O_2$, từ 5,7 đến 6,3 % (kl/kl).

Hàm lượng acid salicylic, $C_7H_6O_3$, từ 2,7 đến 3,3 % (kl/kl).

Tính chất

Thuốc mỡ màu trắng đục.

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 dioxyd (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.