

Dung dịch chuẩn: Thêm 2,5 ml dung dịch dioxan gốc vào 6,0 ml dung dịch ethylen oxyd gốc và pha loãng thành 25,0 ml bằng nước.

Dung dịch thử (1): Cân 1,00 g chế phẩm trong lọ dùng cho sắc ký tiêm pha hơi dung tích 10 ml. Thêm 2,0 ml nước, đậy kín ngay bằng màng silicon phủ polytetrafluoroethylen và nắp nhôm, trộn đều cẩn thận.

Dung dịch thử (2): Cân 1,00 g chế phẩm trong lọ dùng cho sắc ký tiêm pha hơi dung tích 10 ml. Thêm 2,0 ml dung dịch chuẩn, đậy kín ngay bằng màng silicon phủ polytetrafluoroethylen và nắp nhôm, trộn đều cẩn thận.

Dung dịch đối chiếu: Lấy 2,0 ml dung dịch acetaldehyd gốc và 2,0 ml dung dịch ethylen oxyd gốc vào lọ dung tích 10 ml và đậy kín ngay bằng màng silicon phủ polytetrafluoroethylen và nắp nhôm, trộn đều cẩn thận.

Điều kiện sắc ký:

Cột silica nung chảy kích thước (50 m × 0,53 mm) được phủ poly(dimethyl)(diphenyl)siloxan (phim dày 0,5 μm).

Khí mang: Heli dùng cho sắc ký khí.

Tốc độ dòng: 4,0 ml/min.

Tỷ lệ chia dòng: 1 : 3 : 5.

Điều kiện tiêm pha hơi tĩnh: Nhiệt độ cân bằng 80 °C, thời gian cân bằng 30 min.

Nhiệt độ:

	Thời gian (min)	Nhiệt độ (°C)
Cột	0 - 18	70 → 250
	18 - 23	250
Buồng tiêm		85
Detector		250

Detector: Ion hóa ngọn lửa.

Thể tích tiêm: 1,0 ml.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký dung dịch thử (1), (2) và dung dịch đối chiếu.

Thời gian lưu tương đối so với ethylen oxyd (thời gian lưu khoảng 6,5 min): Acetaldehyd khoảng 0,9; dioxan khoảng 1,9.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu, độ phân giải giữa pic của acetaldehyd và pic của dioxan ít nhất là 2,0.

Hàm lượng ethylen oxyd được tính theo công thức sau:

$$\frac{2C_{EO} \times A_a}{A_b - A_a}$$

Trong đó:

C_{EO} là nồng độ ethylen oxyd (μg/ml) trong dung dịch thử (2).

A_a là diện tích pic ethylen oxyd thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1).

A_b là diện tích pic ethylen oxyd thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2).

Hàm lượng dioxan được tính theo công thức sau:

$$\frac{2 \times 1,03 \times C_D \times A_a'}{A_b' - A_a'}$$

Trong đó:

C_D là nồng độ dioxan (μl/ml) trong dung dịch thử (2).

1,03 là khối lượng riêng của dioxan (g/ml).

A_a' là diện tích pic dioxan thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1).

A_b' là diện tích pic dioxan thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2).

Kim loại nặng

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

Dùng 2,0 g chế phẩm và tiến hành thử theo phương pháp 3.

Dùng 2 ml dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị dung dịch đối chiếu.

Nước

Không được quá 3,0 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 1,00 g chế phẩm.

Tro toàn phần

Không được quá 0,25 % (Phụ lục 9.8, phương pháp 2).

Dùng 2,0 g chế phẩm.

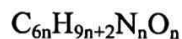
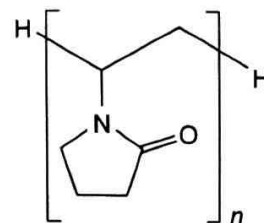
Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Chất điện hoạt không ion hóa.

POVIDON



Povidon là α-hydro-ω-hydropoly[1-(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylen], chứa các polymer mạch thẳng của 1-ethenylpyrrolidin-2-on. Povidon phải chứa từ 11,5 % đến 12,8 % nitơ (N; ng.t.l: 14,01) tính theo chế phẩm khan. Các dạng khác nhau của povidon được đặc trưng bởi độ nhớt của dung dịch, thể hiện qua giá trị K.

Tính chất

Bột hay mảnh nhỏ màu trắng hoặc trắng ánh vàng, dễ hút ẩm.

Dễ tan trong nước, ethanol 96 % và methanol, rất khó tan trong acetone.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A, E.

Nhóm II: B, C, D, E.

A. Phở hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phở hấp thụ hồng ngoại của povidon chuẩn. Sấy khô chế phẩm ở 105 °C trong 6 h. Dùng 4 mg chế phẩm khô để chuẩn bị mẫu thử.

B. Thêm 10 ml nước, 5 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TT) và 2 ml dung dịch kali dicromat 10,6 % (TT) vào 0,4 ml dung dịch S₁ (xem Độ trong và màu sắc của dung dịch). Xuất hiện tủa màu vàng cam.

C. Thêm 0,2 ml dung dịch dimethylaminobenzaldehyd (TT₁) và 0,1 ml acid sulfuric (TT) vào 1 ml dung dịch S₁. Màu hồng xuất hiện.

D. Thêm 5 ml nước và 0,2 ml dung dịch iod 0,05 M (TT) vào 0,1 ml dung dịch S₁. Màu đỏ xuất hiện.

E. Thêm 10 ml nước vào 0,5 g chế phẩm và lắc đều. Chế phẩm tan hoàn toàn.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyl (TT) bằng cách cho từng phần nhỏ chế phẩm vào nước và dùng khuấy từ, pha loãng thành 20,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch S₁: Hòa tan 2,5 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyl (TT) bằng cách cho từng phần nhỏ chế phẩm vào nước và dùng khuấy từ, pha loãng thành 25 ml với cùng dung môi.

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và màu không đậm hơn dung dịch màu mẫu N₆, VN₆ hoặc Đ₆ (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

pH (Phụ lục 6.2).

Từ 3,0 đến 5,0 với chế phẩm có giá trị K ghi trên nhãn nhỏ hơn hoặc bằng 30.

Từ 4,0 đến 7,0 với chế phẩm có giá trị K ghi trên nhãn lớn hơn 30.

Dùng dung dịch S để đo.

Độ nhớt

Với chế phẩm có giá trị độ nhớt ghi trên nhãn nhỏ hơn hoặc bằng 18, dùng dung dịch chế phẩm 50 g/l để đo.

Với chế phẩm có giá trị độ nhớt ghi trên nhãn lớn hơn 18 và nhỏ hơn 95, dùng dung dịch chế phẩm 10 g/l để đo.

Với chế phẩm có giá trị độ nhớt ghi trên nhãn lớn hơn 95, dùng dung dịch chế phẩm 1 g/l để đo.

Để yên 1 h và đo độ nhớt (Phụ lục 6.3, phương pháp 1) của dung dịch ở 25 °C với thời gian chảy tối thiểu là 100 s. Tính giá trị K bằng công thức sau:

$$\frac{1,5 \log_{10} \eta - 1}{0,15 + 0,003 c} + \frac{\sqrt{300 c \log_{10} \eta + (c + 1,5 c \log_{10} \eta)^2}}{0,15 c + 0,003 c^2}$$

Trong đó:

c là nồng độ chế phẩm trong mẫu thử tính theo chế phẩm khan, g/100 ml.

η là độ nhớt động học của dung dịch chế phẩm so với độ nhớt động học của nước.

Yêu cầu:

Giá trị K của chế phẩm ghi trên nhãn nhỏ hơn hoặc bằng 15 phải đạt từ 85,0 % đến 115,0 % so với giá trị ghi trên nhãn. Giá trị K của chế phẩm ghi trên nhãn hoặc khoảng giá trị K ghi trên nhãn có giá trị trung bình lớn hơn 15 phải đạt từ 90,0 % đến 108,0 % so với giá trị ghi trên nhãn hoặc giá trị trung bình của khoảng ghi trên nhãn.

Aldehyd

Không được quá 0,05 %, tính theo acetaldehyd.

Dung dịch thử: Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong dung dịch đệm phosphat pH 9,0 (TT) và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Đậy kín và đun nóng 60 °C trong 1 h, sau đó để nguội.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,140 g acetaldehyd amoni trimer trihydrat (TT) trong nước và pha loãng thành 200,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng dung dịch đệm phosphat pH 9,0 (TT).

Cách tiến hành: Dùng 3 cuvet có độ dày 1 cm. Cho vào cuvet thứ nhất 0,5 ml dung dịch thử; cuvet thứ hai 0,5 ml dung dịch đối chiếu, cuvet thứ ba 0,5 ml nước (mẫu trắng). Lần lượt thêm vào từng cuvet 2,5 ml dung dịch đệm phosphat pH 9,0 (TT) và 0,2 ml dung dịch nicotinamid-adenin dinucleotid (TT). Trộn đều và đậy kín. Để yên ở 22 °C ± 2 °C trong 2 min đến 3 min. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của mỗi dung dịch ở bước sóng 340 nm, dùng nước làm mẫu trắng. Sau khi đo xong thêm vào mỗi cuvet 0,05 ml dung dịch aldehyd dehydrogenase (TT), trộn đều, đậy kín và để yên ở 22 °C ± 2 °C trong 5 min. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của mỗi dung dịch ở bước sóng 340 nm, dùng nước làm mẫu trắng. Tính hàm lượng aldehyd theo công thức:

$$\frac{(A_{12} - A_{11}) - (A_{b2} - A_{b1})}{(A_{s2} - A_{s1}) (A_{b2} - A_{b1})} \times \frac{100\,000 \times C}{m}$$

Trong đó:

A₁₁ là độ hấp thụ của dung dịch thử trước khi thêm dung dịch aldehyd dehydrogenase.

A₁₂ là độ hấp thụ của dung dịch thử sau khi thêm dung dịch aldehyd dehydrogenase.

A_{s1} là độ hấp thụ của dung dịch đối chiếu trước khi thêm dung dịch aldehyd dehydrogenase.

A_{s2} là độ hấp thụ của dung dịch đối chiếu sau khi thêm dung dịch aldehyd dehydrogenase.

A_{b1} là độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng trước khi thêm dung dịch aldehyd dehydrogenase.

A_{b2} là độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng sau khi thêm dung dịch aldehyd dehydrogenase.

m là khối lượng chế phẩm (g) tính theo chế phẩm khan.

C là nồng độ (mg/ml) của acetaldehyd trong dung dịch đối chiếu, tính được bằng cách lấy lượng cân của acetaldehyd amoni trimer trihydrat nhân với 0,72.

Peroxyd

Không được quá 0,04 %, tính theo H_2O_2 .

Dung dịch gốc: Hòa tan một lượng chế phẩm tương đương với 4,0 g chế phẩm khan trong nước và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch thử: Thêm 2 ml dung dịch titan trichlorid - acid sulfuric (TT) vào 25,0 ml dung dịch gốc. Để yên trong 30 min.

Mẫu trắng: Thêm 2 ml dung dịch acid sulfuric 13 % (tt/tt) vào 25,0 ml dung dịch gốc.

Độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thử ở bước sóng 405 nm không được quá 0,35.

Hydrazin

Không được quá 1 phần triệu.

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4). Chuẩn bị các dung dịch ngay trước khi dùng.

Bản mỏng: Silica gel F_{254} đã được silian hóa.

Dung môi khai triển: Nước - methanol (1 : 2).

Dung dịch thử: Hòa tan một lượng chế phẩm tương đương với 2,5 g chế phẩm khan trong 25 ml nước. Thêm 0,5 ml dung dịch salicylaldehyd 5 % trong methanol. Trộn đều và đun nóng trong cách thủy ở 60 °C trong 15 min. Để nguội, thêm 2,0 ml toluen (TT), lắc trong 2 min rồi ly tâm. Sử dụng lớp dịch phía trên.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 90 mg salicylaldehyd azin (TT) trong toluen (TT) và pha loãng thành 100 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1 ml dung dịch thu được thành 100 ml bằng toluen (TT).

Cách tiến hành: Châm riêng biệt lên bản mỏng 10 μ l mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 3/4 chiều dài bản mỏng. Để khô ngoài không khí. Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 365 nm. Giá trị R_f của salicylaldehyd azin khoảng 0,3. Vết tương ứng với salicylaldehyd azin trên sắc ký đồ của dung dịch thử không được đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Acid formic

Không được quá 0,5 %.

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Pha loãng 5 ml acid perchloric (TT) thành 1000 ml bằng nước.

Dung dịch thử: Hòa tan một lượng chế phẩm tương ứng với 2,0 g chế phẩm khan trong nước và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi (dung dịch thử gốc). Chuyển hỗn dịch trong nước của nhựa trao đổi ion acid mạnh dùng cho sắc ký cột vào cột có đường kính trong khoảng 0,8 cm để được lớp chất nhồi cao khoảng 20 mm và giữ lớp chất nhồi luôn ngập trong nước. Rót 5 ml nước vào cột và điều chỉnh tốc độ nhỏ giọt khoảng 20 giọt/phút. Khi mực nước hạ xuống gần tới lớp nhựa trao đổi ion acid mạnh thì rót dung dịch thử gốc vào cột. Bỏ 2 ml dịch rửa giải đầu, lấy 1,5 ml dịch tiếp theo dùng làm dung dịch thử.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,100 g acid formic khan (TT) trong nước và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng nước.

Điều kiện sắc ký:

Cột dài (25 cm - 30 cm), đường kính trong 4 mm - 8 mm được nhồi pha tĩnh nhựa trao đổi ion acid mạnh dùng cho cột sắc ký (5 - 10 μ m).

Nhiệt độ cột: 30 °C.

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 210 nm.

Tốc độ dòng: Điều chỉnh để thời gian lưu của acid formic khoảng 11 min.

Thể tích tiêm: 50 μ l.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiêm dung dịch đối chiếu 6 lần, độ lệch chuẩn tương đối không được quá 2,0 %.

Giới hạn:

Acid formic: Diện tích pic acid formic trên sắc ký đồ của dung dịch thử không được lớn hơn 10 lần diện tích pic chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Tạp chất A

Không được quá 10 phần triệu.

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Acetonitril - nước (10 : 90).

Dung dịch thử: Hòa tan một lượng chế phẩm tương đương với 0,250 g chế phẩm khan trong pha động và pha loãng thành 10,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 50,0 mg 1-vinylpyrrolidin-2-on (TT) (tạp chất A) trong methanol (TT) và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng methanol (TT). Pha loãng 5,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng pha động.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 10,0 mg 1-vinylpyrrolidin-2-on (TT) và 0,5 g vinyl acetat (TT) trong methanol (TT) và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng pha động.

Điều kiện sắc ký:

Tiền cột kích thước (2,5 cm $\times$ 4 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 μ m).

Cột kích thước (25 cm $\times$ 4 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 μ m).

Nhiệt độ cột: 40 °C.

Detector quang phổ tử ngoại ở bước sóng 235 nm.

Tốc độ dòng: Điều chỉnh sao cho thời gian lưu của pic tương ứng với tạp chất A khoảng 10 min.

Thể tích tiêm: 50 μ l.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2), độ phân giải giữa pic của tạp chất A với pic của vinyl acetat ít nhất là 2,0. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic tạp chất A của 6 lần tiêm dung dịch đối chiếu (1) không quá 2,0 %.

Sau khi tiêm dung dịch thử, đợi khoảng 2 min và rửa tiền cột bằng cách cho pha động chạy ngược chiều qua cột trong 30 min với tốc độ dòng như trên.

Giới hạn: Trên sắc ký đồ của dung dịch thử, diện tích của pic tạp chất A không được lớn hơn diện tích của pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1).

Ghi chú:

Tạp chất A: 1-Ethenylpyrrolidin-2-on (1-vinylpyrrolidin-2-on).

Tạp chất B

Không được quá 3,0 %.

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Nước đã điều chỉnh đến pH 2,4 bằng *acid phosphoric* (TT).

Dung dịch thử: Hòa tan một lượng chế phẩm tương đương với 0,100 g chế phẩm khan trong nước và pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,100 g 2-pyrrolidon (TT) (tạp chất B) trong nước và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 3,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml bằng nước.

Điều kiện sắc ký:

Tiền cột kích thước (2,5 cm × 3 mm) được nhồi pha tĩnh *end-capped octadecylsilyl dùng cho sắc ký* (5 μm).

Cột kích thước (25 cm × 3 mm) được nhồi pha tĩnh *end-capped octadecylsilyl dùng cho sắc ký* (5 μm).

Nhiệt độ cột: 30 °C.

Detector quang phổ tử ngoại ở bước sóng 205 nm.

Tốc độ dòng: Điều chỉnh sao cho thời gian lưu của pic tương ứng với tạp chất B khoảng 11 min.

Thể tích tiêm: 50 μl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic tạp chất B của 6 lần tiêm dung dịch đối chiếu không quá 2,0 %.

Sau mỗi lần tiêm dung dịch thử, rửa tiền cột bằng cách cho pha động chạy ngược chiều qua cột trong 30 min với tốc độ dòng như trên.

Giới hạn: Trên sắc ký đồ của dung dịch thử, diện tích của pic tạp chất B không được lớn hơn diện tích của pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Ghi chú:

Tạp chất B: Pyrrolidin-2-on (2-pyrrolidon).

Kim loại nặng

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

Lấy 2,0 g chế phẩm tiến hành theo phương pháp 4. Dùng 2,0 ml *dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu* (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Nước

Không được quá 5,0 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 0,500 g chế phẩm.

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 0,100 g chế phẩm (*m* mg) vào bình đốt Kjeldahl. Thêm 5 g hỗn hợp gồm 1 g *đồng sulfat* (TT), 1 g *titan dioxyd* (TT), 33 g *kali sulfat* (TT) và 3 viên bi thủy tinh. Tráng sạch lượng chế phẩm dính ở cổ bình bằng một lượng nhỏ nước. Thêm 7 ml *acid sulfuric* (TT) dọc theo thành bình và trộn đều bằng cách thỉnh thoảng xoay nhẹ bình. Đậy bình bằng phễu thủy tinh có cuống dài rồi đun nóng từ từ cho đến khi dung dịch có màu xanh ánh vàng và thành bình không còn chất chưa carbon hóa hết. Tiếp tục đun bình trong 45 min rồi làm lạnh. Hòa tan phần chất rắn bằng cách thêm từ từ 20 ml nước.

Tiếp tục làm lạnh và lắp bình vào bộ cất kéo hơi nước. Thêm 30 ml *dung dịch natri hydroxyd 42 %* (TT) qua phễu. Tráng phễu bằng 10 ml nước rồi cất ngay bằng hơi nước. Hứng 80 ml đến 100 ml dịch cất vào bình có chứa 30 ml *dung dịch acid boric 4 %* (TT), 3 giọt *dung dịch xanh bromocresol - đỏ methyl* (TT) và lượng nước đủ để làm ngập đầu của bộ phận ngưng tụ.

Vào cuối quá trình cất, hạ thấp bình hứng sao cho đầu của bộ phận ngưng tụ cao hơn bề mặt của dung dịch acid. Tráng đầu cuối của bộ phận ngưng tụ với một lượng nhỏ nước.

Định lượng dịch cất bằng *dung dịch acid sulfuric 0,025 M* (CD) cho đến khi màu chuyển từ xanh lá cây sang xanh lam nhạt rồi chuyển sang đỏ tím ánh lục nhạt.

Song song tiến hành mẫu trắng.

1 ml *dung dịch acid sulfuric 0,025 M* (CD) tương đương với 0,7004 mg N.

Bảo quản

Trong bao bì kín.

CÁC ĐẶC TÍNH LIÊN QUAN ĐẾN CÔNG DỤNG CỦA NGUYÊN LIỆU

Các đặc tính sau liên quan đến povidon dùng như chất trợ tan và chất ổn định trong các dạng bào chế lỏng.

Độ nhớt

Xác định độ nhớt động lực bằng nhớt kế mao quản với dung dịch 10 % (tính theo chế phẩm khô) ở 25 °C. Các giá trị điển hình được trình bày trong Bảng 1.

Khối lượng phân tử (xem Độ nhớt, được biểu thị bằng giá trị K)

Giá trị điển hình được trình bày trong Bảng 1.

Các đặc tính sau liên quan đến povidon dùng như chất kết dính trong viên và cốm.

Bảng 1 - Khoảng độ nhớt điển hình và khoảng độ nhớt được biểu thị qua giá trị K.

	Khoảng độ nhớt (mPa.s)	Khối lượng phân tử: Độ nhớt biểu thị bằng giá trị K
Povidon K 12	1,3 - 2,3	11 - 14
Povidon K 17	1,5 - 3,5	16 - 18
Povidon K 25	3,5 - 5,5	24 - 27
Povidon K 30	5,5 - 8,5	28 - 32
Povidon K 90	300 - 700	85 - 95

POVIDON IOD

Povidon iod là phức hợp của iod và povidon, phải chứa từ 9,0 % đến 12,0 % iod, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Sản xuất

Sử dụng povidon đạt các tiêu chuẩn trong chuyên luận Povidon. Povidon dùng để sản xuất povidon iod có thể có hàm lượng acid formic không được quá 2,0 % và hàm lượng nước không được quá 8,0 %.

Tính chất

Bột vô định hình màu nâu vàng hoặc nâu đỏ. Tan trong nước và ethanol 96 %, thực tế không tan trong acetone.

Định tính

A. Phở hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phở hấp thụ hồng ngoại của povidon iod chuẩn.
B. Hòa tan 10 mg chế phẩm trong 10 ml nước và thêm 1 ml dung dịch hồ tinh bột (TT). Màu xanh lam đậm xuất hiện.

pH

Từ 1,5 đến 5,0 (Phụ lục 6.2).

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong 10 ml nước không có carbon dioxyl (TT).

Iodid

Không được quá 6,0 %, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Hòa tan 0,500 g chế phẩm trong 100 ml nước. Thêm natri metabisulfat (TT) đến khi mất màu của iod. Thêm 25,0 ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ), 10 ml acid nitric (TT) và 5 ml dung dịch sắt (III) amoni sulfat 10 % (TT). Định lượng bằng dung dịch amoni thiocyanat 0,1 N (CĐ). Tiền hành song song mẫu trắng.

1 ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ) tương đương với 12,69 mg tổng iod. Tính hàm lượng phần trăm của iodid trong chế phẩm bằng cách lấy hàm lượng phần trăm của iod toàn phần tính theo chế phẩm đã làm khô trừ đi hàm lượng phần trăm của iod xác định được từ phép Định lượng.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 8,0 % (Phụ lục 9.6).
(0,500 g; 105 °C; 3 h).

Tro sulfat

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

Định lượng

Chuyển 1,000 g chế phẩm vào bình cầu có nắp có chứa 150 ml nước và khuấy trong 1 h. Thêm 0,1 ml dung dịch acid acetic loãng (TT) và chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ), dùng dung dịch hồ tinh bột (TT) làm chỉ thị.

1 ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ) tương đương với 12,69 mg iod.

Bảo quản

Tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Sát trùng.

Chế phẩm

Thuốc nhỏ mắt, thuốc súc miệng, dung dịch thuốc dùng ngoài.

DUNG DỊCH POVIDON IOD

Dung dịch povidon iod là dung dịch thuốc dùng ngoài chứa povidon iod.

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 iod, I, từ 0,85 % đến 1,20 % (kl/tt).

Tính chất

Chất lỏng màu nâu thẫm.

Định tính

A. Pha loãng 1 ml chế phẩm với nước thành 20 ml. Lấy 1 ml dung dịch vừa pha loãng, thêm vào đó 1 ml dung dịch hỗn hợp gồm 1 ml hồ tinh bột (TT) và 9 ml nước, dung dịch có màu xanh thẫm.

B. Chuyển 10 ml chế phẩm vào bình nón 50 ml và phủ lên miệng bình miếng giấy lọc đã được tẩm 0,05 ml hồ tinh bột (TT), giấy lọc không chuyển màu xanh trong 60 s.

C. Pha loãng 20 ml chế phẩm với nước thành 100 ml. Lấy 10 ml dung dịch này và thêm vào đó từng giọt dung dịch natri thiosulfat 0,1 M cho đến khi dung dịch mất màu của iod, để 5 ml cho thử nghiệm D. Lấy 5 ml dung dịch, thêm vào 10 ml dung dịch acid hydrochloric 1 M (TT) và 5 ml dung dịch kali dicromat 7,0 %, xuất hiện tủa màu đỏ.

D. Lấy 5 ml dung dịch ở thử nghiệm C để lại, thêm 2 ml dung dịch amoni cobalthiocyanat (được chuẩn bị bằng cách hòa tan 3,75 g cobalt nitrat (TT) và 15 g amoni thiocyanat (TT) trong nước rồi thêm nước vừa đủ 100 ml, dung dịch pha dùng trong ngày) vừa mới acid hóa bằng dung dịch acid hydrochloric 5 M (TT), dung dịch có tủa màu xanh lam.