

BẠC NITRAT

hợp acid acetic băng - nước (1 : 100), siêu âm để hòa tan. Thêm methanol (TT) đến vạch, lọc.

Dung dịch chuẩn: Dung dịch chứa 0,2 % baclofen chuẩn trong hỗn hợp acid acetic băng - methanol - nước (1 : 100 : 100).

Dung dịch phù hợp hệ thống: Dung dịch chứa 0,2 % baclofen chuẩn và 0,004 % tạp chất A chuẩn của baclofen trong hỗn hợp acid acetic băng - methanol - nước (1 : 100 : 100).

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh là end-capped octadecylsilyl silica gel dùng cho sắc ký (10 µm) (Nucleosil C18 là phù hợp).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 265 nm.

Tốc độ dòng: 2 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 µl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch phù hợp hệ thống, độ phân giải giữa pic baclofen và pic tạp chất A ít nhất là 7,0.

Tính hàm lượng baclofen, C₁₀H₁₂ClNO₂, trong chế phẩm dựa vào diện tích pic baclofen thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng C₁₀H₁₂ClNO₂ trong baclofen chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, nhiệt độ phòng.

Loại thuốc

Thuốc giãn cơ vân.

Hàm lượng thường dùng

10 mg.

BẠC NITRAT

AgNO₃

P.t.l: 169,9

Bạc nitrat phải chứa từ 99,0 % đến 100,5 % AgNO₃.

Tính chất

Tinh thể trong suốt không màu hoặc bột kết tinh màu trắng. Rất dễ tan trong nước, tan trong ethanol 96 %.

Định tính

A. Hòa tan khoảng 10 mg chế phẩm trong 5 ml nước. Thêm 3 giọt dung dịch acid hydrochloric 10 % (TT) sẽ có tủa trắng lớn nhón, tủa này không tan trong dung dịch acid nitric 16 % (TT), nhưng tan trong dung dịch amoniac loãng (TT).
B. Hòa tan khoảng 10 mg chế phẩm trong 2 ml nước, thêm 2 ml acid sulfuric (TT). Lắc đều và để nguội. Cho cẩn thận dọc theo thành ống nghiệm 1 ml dung dịch sắt (II) sulfat 8 %. Ở vùng tiếp giáp giữa hai lớp có một vòng màu nâu.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 2,0 g chế phẩm trong nước và pha loãng thành 50 ml với cùng dung môi.

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

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

Giới hạn acid - kiềm

Lấy 2 ml dung dịch S, thêm 0,1 ml dung dịch lục bromocresol (TT). Dung dịch phải có màu xanh.

Lấy 2 ml dung dịch S, thêm 0,1 ml dung dịch đỏ phenol (TT). Dung dịch phải có màu vàng.

Các muối lạ

Không được quá 0,3 %.

Thêm 7,5 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TT) vào 30 ml dung dịch S. Lắc mạnh. Đun nóng trên nồi cách thủy 5 min. Lọc. Bốc hơi 20 ml dịch lọc trên nồi cách thủy đến khô. Sấy cạn ở 100 °C đến 105 °C tới khối lượng không đổi. Cẩn thu được không quá 2 mg.

Nhôm, bismuth, đồng và chì

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 4 ml amoniac đậm đặc (TT) và 6 ml nước. Dung dịch thu được phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Định lượng

Hòa tan khoảng 0,300 g chế phẩm trong 50 ml nước. Thêm 2 ml dung dịch acid nitric 2 M (TT) và 1 ml dung dịch sắt (III) amoni sulfat (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch amoni sulfocyanid 0,1 N (CĐ) đến màu vàng hơi đỏ.

1 ml dung dịch amoni sulfocyanid 0,1 N (CĐ) tương đương với 16,99 mg AgNO₃.

Bảo quản

Trong bao bì kín, phi kim loại, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Khử trùng.

Chế phẩm

Dung dịch bạc nitrat vô trùng.

BẠC VITELINAT

Argyrol

Bạc vitelinat là hợp chất của bạc với vitelin (phospho-protein), phải chứa ít nhất 20,0 % Ag.

Tính chất

Mảnh hoặc片片 màu nâu thẫm hay lục đen bóng, dễ hồng ngoài không khí, dễ hút ẩm. Tan trong nước và trong glycerin, tan chậm và hoàn toàn trong ethanol 70 %, không tan trong ethanol 96 % và trong ether.

Định tính

A. Nung khoảng 0,5 g chế phẩm, hòa tan cẩn trong 5 ml dung dịch acid nitric 16 % (TT), thêm 1 ml dung dịch acid hydrochloric 10 % (TT) sẽ có tủa trắng lớn nhón, tủa tan trong amoniac (TT).

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

BARI SULFAT

B. Đem đốt, chế phẩm sẽ cháy thành than và tỏa ra mùi khét của sừng hay lông cháy.

C. Dung dịch chế phẩm trong dung dịch natri clorid đẳng trương vững bền (khác với protargol).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Hòa tan 0,2 g chế phẩm trong 10 ml nước. Dung dịch thu được phải trong (Phụ lục 9.2) và có màu đỏ nâu. Nhìn xuyên qua, dung dịch có hiện tượng lưỡng sắc nhẹ. Nhìn ở ánh sáng phản chiếu, dung dịch có màu lục. Để yên 2 h, dung dịch không được có cặn.

Giới hạn kiềm

Không được quá 3,2 % biểu thị bằng natri hydroxyd. Cân chính xác khoảng 1,000 g chế phẩm trong chén sứ, đốt rồi nung. Sau khi để nguội, chiết cẩn nhiều lần, mỗi lần 10 ml nước sôi cho đến khi dịch chiết không còn màu hồng với dung dịch phenolphthalein (TT). Gộp dịch chiết, thêm 2 giọt đến 3 giọt dung dịch phenolphthalein (TT), chuẩn độ bằng dung dịch acid sulfuric 0,1 N (CĐ) đến khi mất màu hồng.

1 ml dung dịch acid sulfuric 0,1 N (CĐ) tương đương với 4,0 mg NaOH.

Định lượng

Hòa tan 0,200 g chế phẩm trong 10 ml nước trong một bình nón dung tích 200 ml đến 250 ml. Thêm từ từ đến hết 10 ml dung dịch acid sulfuric 1 N. Để nguội. Thêm 2 g kali permanganat (TT) đã tán nhỏ, cho từ từ từng ít một và khuấy luôn tay. Đun sôi nhẹ hỗn hợp trong khoảng 5 min. Thêm từ từ từng giọt dung dịch sắt (II) sulfat (TT) cho đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng nhạt. Thêm 50 ml nước, 5 ml dung dịch acid nitric 25 % (TT). Để nguội. Thêm 1 ml dung dịch sắt (III) amoni sulfat (TT) và chuẩn độ bằng dung dịch amoni sulfocyanid 0,1 N (CĐ) tới màu đỏ.

1 ml dung dịch amoni sulfocyanid 0,1 N (CĐ) tương đương với 10,79 mg Ag.

Bảo quản

Trong lọ thủy tinh khô, có màu, nút kín, tránh ánh sáng, tránh ẩm.

Tương kỵ

Alcaloid, adrenalin, tanin.

BARI SULFAT

BaSO₄

P.t.l: 233,4

Tính chất

Bột mịn, trắng hoặc gần như trắng, không lẫn sạn. Thực tế không tan trong nước và các dung môi hữu cơ, rất khó tan trong các dung dịch acid và hydroxyd kiềm.

Định tính

A. Đun sôi 0,2 g chế phẩm với 5 ml dung dịch natri

carbonat 50 % trong 5 min. Thêm 10 ml nước vào hỗn hợp và lọc. Acid hóa dịch lọc bằng dung dịch acid hydrochloric loãng (TT), thêm tiếp vài giọt dung dịch bari clorid 5 % (TT) sẽ có tủa trắng xuất hiện.

B. Rửa cặn còn lại trên phễu ở phép thử A 3 lần, mỗi lần với một ít nước. Hòa cặn với 5 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TT) và lọc, thêm vào dịch lọc 0,3 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TT), tủa trắng được tạo thành. Tủa này không tan trong dung dịch natri hydroxyd loãng (TT).

Giới hạn acid - kiềm

Đun trên cách thủy 5,0 g chế phẩm với 20 ml nước không có carbon dioxyd (TT) trong 5 min và lọc. Thêm 2 giọt dung dịch xanh bromothymol (TT) vào 10 ml dung dịch lọc. Dung dịch phải chuyển màu khi thêm không quá 0,5 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CĐ) hoặc 0,5 ml dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ).

Muối bari hòa tan

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

Dung dịch S: Đun sôi 20,0 g chế phẩm với một hỗn hợp gồm 40 ml nước cất và 60 ml dung dịch acid acetic 2 M (TT) trong 5 min, lọc và pha loãng dịch lọc đã để nguội thành 100 ml bằng nước cất.

Lấy 2,5 ml dung dịch 0,002 % bari nitrat (TT) trong hỗn hợp dung môi ethanol 96 % - nước (30 : 70) và 10 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TT) lắc đều, sau đó để yên 5 min (Dung dịch A).

Dung dịch thử: Trộn 1 ml dung dịch A và 10 ml dung dịch S. Dung dịch đối chiếu: Trộn 1 ml dung dịch A và 10 ml dung dịch bari mẫu 2 phần triệu Ba (TT).

Sau 10 min dung dịch thử không được đục hơn dung dịch đối chiếu.

Chất tan trong acid

Không được quá 0,3 %.

Bốc hơi trên cách thủy 25 ml dung dịch S và sấy cặn ở 100 °C đến 105 °C đến khối lượng không đổi. Lượng cặn sau khi sấy khô không được nhiều hơn 15 mg.

Hợp chất sulfur dễ bị oxy hóa

Lắc 1,0 g chế phẩm với 5 ml nước trong 30 s và lọc. Thêm vào dịch lọc 0,1 ml dung dịch hồ tinh bột (TT), thêm 0,1 g kali iodid (TT) và lắc cho tan, thêm tiếp 1,0 ml dung dịch kali iodat 0,36 % mới pha và 1 ml dung dịch acid hydrochloric 1 M (TT), lắc mạnh. Dung dịch thu được phải có màu đậm hơn dung dịch đối chiếu pha song song, trong cùng điều kiện như trên nhưng không có dung dịch kali iodat.

Kim loại nặng

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

Pha loãng 10,0 ml dung dịch S thành 20 ml bằng nước. Lấy 12 ml dung dịch thu được để thử theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.