

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.

BARI SULFAT PHA HỖN DỊCH

Mất khối lượng sau khi nung

Không được quá 2,0 %.

(1,0 g; 600 °C ± 50 °C đến khối lượng không đổi).

Bảo quản

Trong bao bì kín.

Loại thuốc

Chất cản quang, dùng trong X quang chẩn đoán.

Chế phẩm

Bari sulfat pha hỗn dịch uống.

BARI SULFAT PHA HỖN DỊCH

Bari sulfat pha hỗn dịch là hỗn hợp khô của bari sulfat với chất phân tán thích hợp, có thể chứa các chất thơm và các chất bảo quản, kháng khuẩn thích hợp.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc bột” (Phụ lục 1.7) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng bari sulfat, BaSO₄, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Tính chất

Bột mịn, màu trắng hay trắng ngà.

Định tính

A. Đốt, rồi nung 1 g chế phẩm tới khối lượng không đổi. Lấy 0,2 g cần thu được, thêm 5 ml *dung dịch natri carbonat 50 %* và đun sôi trong 5 min. Thêm 10 ml *nước* vào hỗn hợp và lọc. Cẩn trên phễu dùng cho phép thử B. Acid hóa dịch lọc bằng *dung dịch acid hydrocloric loãng (TT)*, thêm tiếp vài giọt *dung dịch bari clorid 5 % (TT)* sẽ có tủa trắng xuất hiện.

B. Rửa cần còn lại trên phễu ở phép thử A 3 lần, mỗi lần với một ít *nước*. Hòa cần với 5 ml *dung dịch acid hydrocloric 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)*.

pH

Từ 3,5 đến 8,5 (Phụ lục 6.2).

Dùng hỗn dịch chế phẩm trong nước có nồng độ bari sulfat 60 % (kl/kl) hay thấp hơn, như nồng độ dự kiến sử dụng để thử.

Bari hòa tan

Cân chính xác một lượng chế phẩm tương ứng với 7,5 g bari sulfat, thêm 10 ml *dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT)* và 90 ml *nước*, trộn đều. Đun sôi hỗn hợp trong 10 min, để nguội và lọc, rửa cần bằng *nước*, gộp dịch lọc và dịch rửa và thêm *nước* vừa đủ 100 ml. Bốc hơi 50 ml dung dịch thu được, chú ý tránh để cháy. Thêm vào cần 0,1 ml *dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT)*, 10 ml *nước* nóng, lọc. Thêm vào dịch lọc 0,5 ml *dung dịch acid sulfuric 1 M (TT)* và để yên 30 min, dung dịch phải trong (Phụ lục 9.2).

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 1,0 % (Phụ lục 9.6).

(1 g; 105 °C; 4 h).

Định lượng

Cân chính xác một lượng chế phẩm tương ứng với khoảng 0,6 g bari sulfat vào chén platin (bạch kim), thêm 5 g *natri carbonat khan (TT)* và 5 g *kali carbonat (TT)*, trộn đều. Nung tới 1000 °C và duy trì ở nhiệt độ này 15 min. Để nguội, dùng 150 ml *nước* chuyển cần sang cốc dung tích 200 ml. Rửa chén với 2 ml *dung dịch acid acetic 6 M (TT)*, gộp nước rửa vào hỗn dịch trong cốc. Làm lạnh trong nước đá, gạn bỏ lớp dịch ở trên, chuyển toàn bộ cần vào giấy lọc. Rửa cần nhiều lần với *dung dịch natri carbonat 2 %* cho tới khi nước rửa hết sulfat, loại bỏ nước rửa. Thêm 5 ml *dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT)* vào giấy lọc, dùng nước chuyển toàn bộ cần vào cốc chứa, thêm 5 ml *acid hydrocloric (TT)* và pha loãng thành 100 ml với *nước*. Thêm 10 ml *dung dịch amoni acetat 40 % (TT)*, 25 ml *dung dịch kali dicromat 10 %* và 10 g *ure (TT)*. Đậy cốc và để trong tủ sấy ở nhiệt độ 80 °C đến 85 °C trong 16 h. Lọc dung dịch khi còn đang nóng qua phễu xốp thủy tinh số 4. Đầu tiên rửa cần với *dung dịch kali dicromat 0,5 %*, cuối cùng với 2 ml *nước*. Sấy cần thu được ở 105 °C tới khối lượng không đổi.

1 g cần tương ứng với 0,9213 g BaSO₄.

Bảo quản

Nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Chất cản quang (không phối hợp) đường tiêu hóa.

BENZALKONIUM CLORID

Benzalkonium clorid là hỗn hợp các muối alkylbenzyl-dimethylamoni clorid; mạch alkyl có từ 8 đến 18 carbon. Chế phẩm phải chứa từ 95,0 % đến 104,0 % các muối alkylbenzyl-dimethylamoni clorid, tính theo C₂₂H₄₀ClN (p.t.l: 354,0) đối với chế phẩm khan.

Tính chất

Bột trắng hoặc trắng hơi vàng hoặc các mảnh trắng hơi vàng như gelatin, hút ẩm, sờ giống xà phòng. Rất dễ tan trong nước và ethanol. Khi đun nóng, tạo thành một khối nóng chảy trong. Dung dịch trong nước, lắng lên, tạo rất nhiều bọt.

Định tính

A. Hòa tan 80 mg chế phẩm trong *nước* và pha loãng bằng *nước* thành 100 ml. Phổ hấp thụ từ ngoại của dung dịch (Phụ lục 4.1) đo từ 220 nm đến 350 nm có 3 cực đại hấp thụ ở 257 nm; 263 nm và 269 nm và một vai ở khoảng 250 nm.
B. Lấy 2 ml dung dịch S (xem Độ trong và màu sắc của dung dịch), thêm 0,1 ml *acid acetic băng (TT)* và thêm từng