

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

giọt một cho đến hết 1 ml dung dịch natri tetraphenylborat 1 % (TT). Tạo tủa trắng. Lọc. Hòa tan tủa trong một hỗn hợp gồm 1 ml aceton (TT) và 5 ml ethanol 96 % (TT) bằng cách đun nóng không quá 70 °C. Thêm nước từng giọt một vào dung dịch đang nóng cho đến khi dung dịch hơi đục. Đun nóng nhẹ cho đến khi dung dịch trong và để nguội. Tạo tủa tinh thể trắng. Lọc. Rửa các tinh thể này 3 lần, mỗi lần 10 ml nước và làm khô trong chân không trên diphosphor pentoxyd (TT) hoặc silica gel khan (TT) ở nhiệt độ không quá 50 °C. Các tinh thể này nóng chảy ở 127 °C đến 133 °C (Phụ lục 6.7).

C. Lấy 5 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT), thêm 0,1 ml dung dịch xanh bromophenol (TT) và 5 ml cloroform (TT). Lắc. Lọc cloroform không màu. Thêm 0,1 ml dung dịch S và lắc. Lọc cloroform có màu xanh.

D. Lấy 2 ml dung dịch S (xem Độ trong và màu sắc của dung dịch), thêm 1 ml dung dịch acid nitric 12,5 % (TT). Tạo tủa trắng, thêm 5 ml ethanol 96 % (TT), tủa tan. Dung dịch này cho phản ứng (A) của clorid (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyd (TT) và pha loãng thành 100 ml với cùng dung môi.

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và không được có màu đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu V_6 (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Lấy 50 ml dung dịch S, thêm 0,1 ml dung dịch đỏ tia bromocresol (TT). Lượng dung dịch acid hydrochloric 0,1 N (CD) hoặc dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CD) để làm thay đổi màu của chỉ thị không quá 0,1 ml.

Amin và các muối amin

Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong 20 ml hỗn hợp gồm 3 thể tích dung dịch acid hydrochloric 1 N và 97 thể tích methanol (TT) bằng cách đun nóng. Thêm 100 ml 2-propanol (TT). Cho khí nitơ sục chậm qua dung dịch. Thêm từ từ 12,0 ml dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M (CD) và ghi đường cong chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). Nếu đường cong chuẩn độ có hai điểm uốn thì thể tích dung dịch chuẩn độ thêm vào giữa hai điểm uốn không được lớn hơn 5,0 ml. Nếu đường cong chuẩn độ không có điểm uốn nào, có nghĩa chế phẩm không đạt yêu cầu của phép thử. Nếu đường cong chuẩn độ có một điểm uốn, làm lại phép thử, nhưng thêm 3,0 ml dung dịch dimethyldecylamin 2,5 % trong 2-propanol trước khi chuẩn độ. Nếu sau khi thêm 12,0 ml dung dịch chuẩn độ mà đường cong chuẩn độ chỉ có một điểm uốn thì chế phẩm không đạt yêu cầu của phép thử.

Nước

Không được quá 10 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 0,300 g chế phẩm.

Tro sulfat

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

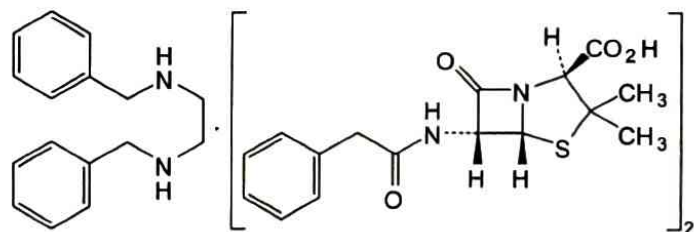
Hòa tan 2,00 g chế phẩm trong nước và pha loãng bằng nước thành 100,0 ml. Lấy 25 ml dung dịch thu được cho vào một bình gạn, thêm 25 ml cloroform (TT), 10 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N và 10,0 ml dung dịch kali iodid 5,0 % vừa mới pha. Lắc kỹ. Để yên phân lớp, bỏ lớp cloroform. Lắc lớp nước với cloroform (TT) 3 lần, mỗi lần 10 ml. Loại bỏ các lớp cloroform. Cho vào lớp nước 40 ml acid hydrochloric (TT). Để nguội và chuẩn độ bằng dung dịch kali iodat 0,05 M (CD) cho đến khi màu nâu đậm gần như biến mất. Thêm 2 ml cloroform (TT) và tiếp tục vừa lắc mạnh vừa chuẩn độ cho đến khi lớp cloroform không có thay đổi màu. Tiến hành chuẩn độ mẫu trắng [hỗn hợp gồm 10,0 ml dung dịch kali iodid 5,0 % vừa mới pha, 20 ml nước và 40 ml acid hydrochloric (TT)].

1 ml dung dịch kali iodat 0,05 M (CD) tương đương với 35,4 mg $C_{22}H_{40}ClN$.

Loại thuốc

Tẩy rửa sát trùng.

BENZATHIN BENZYL PENICILIN



$(C_{16}H_{18}N_2O_4S)_2 \cdot C_{16}H_{20}N_2$

P.t.l: 909,0

Benzathin benzylpenicilin là phức hợp theo tỷ lệ (1 : 2) của N,N' -dibenzylethan-1,2-diamin với acid (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(phenylacetyl)amino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptan-2-carboxylic, phải chứa từ 96,0 % đến 102,0 % $(C_{16}H_{18}N_2O_4S)_2 \cdot C_{16}H_{20}N_2$ và từ 24,0 % đến 27,0 % N,N' -dibenzylethylendiamin (benzathin $C_{16}H_{20}N_2$; p.t.l. 240,3) tính theo chế phẩm khan.

Chế phẩm có chứa hàm lượng nước thay đổi và có thể chứa các tác nhân phân tán hoặc tác nhân tạo hỗn dịch.

Tính chất

Bột màu trắng.

Rất khó tan trong nước, dễ tan trong dimethylformamid và formamid, khó tan trong ethanol 96 %.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A.

Nhóm II: B, C, D.