

có một vài tiểu phân màu vàng. Chi được phép có một vài sợi đơn lẻ phát quang màu xanh lam đậm.

Chất màu chiết được

Thấm ướt 10,0 g bông bằng *ethanol* 96 % (TT), để ngâm trong 4 h. Chuyển vào bình chiết ngâm nhỏ giọt, mở khóa vòi rút dịch chiết, thêm *ethanol* 96 % (TT) đến khi vài giọt dịch chiết chảy ra, đóng khóa và thêm *ethanol* 96 % (TT) đến khi ngập mặt bông. Để ngâm 24 h. Sau đó rút từ từ dịch chiết đến khi được khoảng 38 ml, ép lớp bông. Trộn dịch ép thu được với dịch chiết và thêm *ethanol* 96 % (TT) vừa đủ 50 ml. Dung dịch thu được có màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2) không được đậm hơn màu mẫu V₅, VL₆ hay màu của dung dịch được chuẩn bị như sau: Lấy 3,0 ml dung dịch gốc màu xanh, thêm 7,0 ml *dung dịch acid hydrochloric* 1 % (TT). Pha loãng 0,5 ml dung dịch này thành 10,0 ml bằng *dung dịch acid hydrochloric* 1 % (TT).

Chất tan trong ether

Không được quá 0,5 %.

Chiết 5,0 g bông với ether bằng thiết bị Soxhlet trong 4 h với tốc độ ít nhất 4 lần chiết trong 1 h. Bốc hơi dịch chiết ether đến cạn và sấy cần đến khối lượng không đổi ở 105 °C.

Chất tan trong nước

Không được quá 0,5 %.

Đun sôi 5,0 g bông với 500 ml *nước* trong 30 min, khuấy thường xuyên và bù lượng nước mất đi do bay hơi. Gạn lấy lớp nước vào cốc, dùng đũa thủy tinh ép lấy nước còn lại, tập trung vào cốc và lọc nóng. Bốc hơi 400 ml dịch lọc đến cạn và sấy cần đến khối lượng không đổi ở 105 °C.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 8,0 % (Phụ lục 9.6).
(5,000 g, 105 °C).

Tro sulfat

Không được quá 0,40 % (Phụ lục 9.9).

Cân 5,00 g chế phẩm vào một chén nung đã được nung nóng, để nguội và cân. Đun nóng cẩn thận trực tiếp trên ngọn lửa, sau đó nung từ từ âm i ở 600 °C. Để nguội, thêm vài giọt *dung dịch acid sulfuric loãng* (TT), sau đó lại đun nóng và nung đến khi không còn các tiểu phân màu đen. Để nguội, thêm vài giọt *dung dịch amoni carbonat* 20 % (TT). Bốc hơi sau đó nung cẩn thận, để nguội và cân. Tiếp tục nung, để nguội, cân đến khối lượng không đổi, mỗi lần nung trong thời gian 5 min.

Bảo quản

Để nơi khô ráo, tránh bụi.

BÔNG HÚT NƯỚC TIỆT KHUẨN

Bông hút nước tiết khuẩn phải đạt tất cả các yêu cầu trong chuyên luận “Bông hút nước”. Đôi khi có màu hơi vàng do được tiết khuẩn bằng nhiệt.

Thử vô khuẩn

Bông hút nước tiết khuẩn phải đáp ứng yêu cầu Thử vô khuẩn (Phụ lục 13.7).

Bảo quản

Bảo quản trong đồ bao gói kín tránh nhiễm khuẩn, để nơi khô.

BỘT BÓ

Calci sulfat khô

CaSO₄.½ H₂O

P.t.l: 145,1

Calci sulfat khô được điều chế bằng cách đun nóng bột thạch cao CaSO₄.2H₂O ở nhiệt độ khoảng 150 °C. Chú ý kiểm soát quá trình đun để chuyển gần hết sang dạng hemihydrat, CaSO₄.½H₂O và tạo ra rất ít calci sulfat khan. Chế phẩm có thể chứa một lượng thích hợp các chất làm tăng hoặc giảm tốc độ ngưng kết.

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng, không mùi hoặc gần như không mùi, dễ hút ẩm. Khó tan trong nước, dễ tan hơn trong các dung dịch acid vô cơ loãng, thực tế không tan trong *ethanol* 96 %.

Định tính

Chế phẩm phải cho phản ứng định tính của ion calci và của sulfat (Phụ lục 8.1).

Đặc tính ngưng kết

Lấy 20 g chế phẩm trộn với 10 ml *nước* ở 15 °C đến 20 °C trong một cái khuôn hình trụ có đường kính khoảng 2,4 cm. Để yên 4 min đến 11 min. Bột sẽ đông cứng lại, sau đó để yên trong 3 h, bột phải có độ cứng đủ để chịu được lực khi ấn các ngón tay vào mép mà vẫn duy trì được độ sắc cạnh ở đường viền phía ngoài và không bị vỡ vụn.

Mất khối lượng do nung

Từ 4,5 % đến 8,0 %.

(1,00 g, nung đỏ (khoảng 600 °C) đến khối lượng không đổi).

Bảo quản

Trong bao bì kín.

BỘT TALC

Bột talc là magnesi silicat hydrat tự nhiên đã được lựa chọn và làm thành bột mịn. Bột talc tinh khiết có công thức phân tử là [Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂; P.t.l: 379,3]. Có thể chứa một lượng khác nhau các chất khoáng, trong đó nhiều nhất là các clorit (nhôm hydrat và magnesi silicat), magnesit (magnesi carbonat), calcit (calci carbonat) và dolomit (calci và magnesi carbonat).

Sản xuất

Bột talc được dẫn xuất từ các trầm tích (deposits) có chứa amiăng không được dùng trong dược dụng. Nhà sản xuất

có trách nhiệm chứng minh sản phẩm không có amiăng bằng phép thử xác định amphibol và serpentin. Sự có mặt của amphibol và serpentin được phát hiện bằng phương pháp quang phổ hấp thụ hồng ngoại hoặc nhiễu xạ tia X (phép thử A hoặc B). Nếu thấy các chất trên, kiểm tra tiêu chuẩn hình thái học đặc trưng của amiăng bằng phương pháp soi kính hiển vi quang học thích hợp để xác định là tremolit hay là chrysolit.

A. Phương pháp quang phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2). Trong khoảng 740 cm^{-1} đến 760 cm^{-1} , dùng thang đo mở rộng, chế phẩm có thể có tremolit hoặc clorit nếu thấy bất cứ dải hấp thụ nào ở $758 \pm 1\text{ cm}^{-1}$. Chế phẩm có tremolit nếu dải hấp thụ không thay đổi sau khi nung chế phẩm ở 850°C trong ít nhất 30 min. Trong khoảng 600 cm^{-1} đến 650 cm^{-1} , dùng thang đo mở rộng, chế phẩm có thể có serpentin, nếu xuất hiện bất cứ dải hấp thụ hoặc vai nào.

B. Tiến hành phương pháp nhiễu xạ tia X theo các điều kiện sau:

Tia bức xạ 40 kV đơn sắc $\text{Cu K}\alpha$, 24 mA đến 30 mA .

Khe tới: 1°

Khe phát hiện: $0,2^\circ$

Tốc độ máy đo góc: $1/10^\circ 20/\text{min}$.

Vùng quét: 10° đến $13^\circ 20'$ và 24° tới $26^\circ 20'$.

Mẫu không định hướng.

Đặt mẫu thử vào trong giá đỡ mẫu; đóng lại và làm trơn bề mặt bằng miếng kính hiển vi thủy tinh đã được làm bóng.

Ghi phổ nhiễu xạ.

Mẫu thử chứa amphibol khi có pic nhiễu xạ ở $10,5 \pm 0,1^\circ 2\theta$, và chứa serpentin khi có pic nhiễu xạ ở $24,3 \pm 0,1^\circ 2\theta$ và ở $12,1 \pm 0,1^\circ 2\theta$.

Nếu một trong 2 phương pháp trên phát hiện thấy amphibol và/hoặc serpentin, thì tiến hành soi kính hiển vi để xác định tính chất của amiăng.

Khi soi kính hiển vi, amiăng được tìm thấy nếu có các tiêu chí sau:

Tỷ lệ giữa chiều dài và chiều rộng từ $20:1$ đến $100:1$, hoặc cao hơn với các sợi dài hơn $5\text{ }\mu\text{m}$;

Có khả năng phân tách thành các sợi mảnh rất mỏng;

và nếu có 2 hoặc nhiều hơn trong 4 tiêu chí sau:

Các sợi song song xếp thành từng bó.

Các bó sợi bị xò ở phía cuối.

Các sợi ở dạng hình kim mảnh.

Khối kết lại của các sợi riêng lẻ và/hoặc các sợi có dạng đường cong.

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng, nhẹ, đồng nhất, trơn tay (không ăn tay). Thực tế không tan trong nước, ethanol 96% và trong các dung dịch acid loãng hay hydroxyd kiềm loãng.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A.

Nhóm II: B, C.

A. Phương pháp quang phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2),

phổ cho dải hấp thụ ở $3677 \pm 2\text{ cm}^{-1}$, $1018 \pm 2\text{ cm}^{-1}$ và $669 \pm 2\text{ cm}^{-1}$.

B. Đun nóng chảy hỗn hợp $0,2\text{ g}$ *natri carbonat khan* (TT) và $2,0\text{ g}$ *kali carbonat* (TT) trong chén platin. Thêm vào khối nóng chảy $0,1\text{ g}$ chế phẩm và đun nóng cho đến khi hỗn hợp nóng chảy hoàn toàn. Để nguội và chuyển khối đã nóng chảy vào đĩa bốc hơi bằng 50 ml nước nóng. Thêm *acid hydrochloric* (TT) cho đến khi hết sủi bọt. Thêm 10 ml *acid hydrochloric* (TT) và bốc hơi trên cách thủy tới khô. Để nguội. Thêm 20 ml nước, đun tới sôi và lọc (cẩn được dùng cho phản ứng định tính C). Lấy 5 ml dịch lọc, thêm 1 ml *amoniac* (TT) và 1 ml *dung dịch amoni clorid* $10,7\%$, lọc. Thêm 1 ml *dung dịch dinatri hydrophosphat* 9% vào dịch lọc, tủa kết tinh trắng được tạo thành.

C. Cẩn thu được trong phép thử định tính (B) cho phản ứng của silicat (Phụ lục 8.1).

Giới hạn acid - kiềm

Đun sôi $2,5\text{ g}$ chế phẩm với 50 ml nước không có carbon dioxyd (TT) dưới ống sinh hàn ngược. Lọc chân không. Thêm $0,1\text{ ml}$ *dung dịch xanh bromothymol* (TT₁) vào 10 ml dịch lọc, màu của dung dịch phải chuyển sang xanh lục khi thêm không quá $0,4\text{ ml}$ *dung dịch acid hydrochloric* $0,01\text{ N}$ (CĐ). Thêm $0,1\text{ ml}$ *dung dịch phenolphthalein* (TT₁) vào 10 ml dịch lọc. Lượng *dung dịch natri hydroxyd* $0,01\text{ N}$ (CĐ) cần dùng để màu của dung dịch chuyển sang hồng không quá $0,3\text{ ml}$.

Chất tan trong nước

Không được quá $0,2\%$.

Lấy $10,0\text{ g}$ chế phẩm, thêm 50 ml nước không có carbon dioxyd (TT), đun tới sôi và duy trì sôi dưới ống sinh hàn ngược trong 30 min. Để nguội, lọc qua một giấy lọc có tốc độ lọc trung bình và pha loãng dịch lọc thành $50,0\text{ ml}$ bằng nước không có carbon dioxyd (TT). Bốc hơi $25,0\text{ ml}$ dịch lọc tới khô và sấy ở 105°C trong 1 h. Khối lượng cẩn thu được không quá 10 mg .

Nhôm

Không được quá $2,0\%$.

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch S₂: Các perchlorat trộn với các kim loại nặng dễ gây nổ. Phải tiến hành thao tác cẩn thận khi chuẩn bị dung dịch này. Cân $0,5\text{ g}$ chế phẩm vào một đĩa làm bằng polytetrafluoroethylen có dung tích 100 ml , thêm 5 ml *acid hydrochloric* (TT), 5 ml *acid nitric không có chì* và 5 ml *acid perchloric* (TT). Khuấy nhẹ, sau đó thêm 35 ml *acid hydrofluoric* (TT) và bốc hơi từ từ tới khô. Thêm 5 ml *acid hydrochloric* (TT) vào cẩn, đặt đĩa bằng mặt kính đồng hồ, đun tới sôi và để nguội. Rửa mặt kính đồng hồ và đĩa bằng nước. Chuyển dịch thu được vào bình định mức 50 ml , rửa đĩa bằng nước và pha loãng thành $50,0\text{ ml}$ với cùng dung môi.

Dung dịch thử: Lấy $5,0\text{ ml}$ dung dịch S₂, thêm 10 ml *dung dịch cesi clorid* $2,534\%$, $10,0\text{ ml}$ *acid hydrochloric* (TT) và pha loãng thành $100,0\text{ ml}$ bằng nước.

Các dung dịch đối chiếu: Lấy 4 bình định mức có dung tích 100 ml, mỗi bình có chứa 10,0 ml *acid hydrochloric* (TT) và 10 ml *dung dịch cesi clorid 2,534 %*, thêm lần lượt vào mỗi bình 5,0 ml, 10,0 ml, 15,0 ml và 20,0 ml *dung dịch nhôm mẫu 100 phần triệu Al* (TT) và pha loãng thành 100,0 ml bằng nước.

Đo phổ hấp thụ ở bước sóng 309,3 nm, dùng đèn cathod rỗng nhôm làm nguồn bức xạ và ngọn lửa nitro oxyd - acetylen.

Calci

Không được quá 0,9 %.

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Lấy 5,0 ml dung dịch S₂, thêm 10,0 ml *acid hydrochloric* (TT), 10 ml *dung dịch lanthan clorid* (TT), và pha loãng thành 100,0 ml bằng nước.

Các dung dịch đối chiếu: Lấy 4 bình định mức có dung tích 100 ml, mỗi bình có chứa 10,0 ml *acid hydrochloric* (TT) và 10 ml *dung dịch lanthan clorid* (TT), cho lần lượt vào mỗi bình 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml và 4,0 ml *dung dịch calci mẫu 100 phần triệu Ca* (TT) và pha loãng thành 100,0 ml bằng nước.

Đo phổ hấp thụ ở bước sóng 422,7 nm, dùng đèn cathod rỗng calci làm nguồn bức xạ và ngọn lửa nitro oxyd - acetylen.

Sắt

Không được quá 0,25 %.

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch S₁: Cân 10,0 g chế phẩm vào bình nón, vừa lắc vừa thêm từ từ 50 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,5 M* (TT). Lắp ống sinh hàn ngược và đun nóng trên cách thủy trong 30 min. Để nguội, chuyển hỗn hợp thu được sang cốc có mỏ và để lắng các chất không hòa tan. Lọc lớp dịch phía trên qua một giấy lọc có tốc độ lọc trung bình vào một bình định mức dung tích 100 ml, giữ lại trong cốc các chất không tan nhiều nhất có thể. Rửa cặn còn lại và cốc 3 lần, mỗi lần với 10 ml nước nóng. Rửa giấy lọc bằng 15 ml nước nóng, để nguội dịch lọc và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch thử: Lấy 2,5 ml dung dịch S₁, thêm 50,0 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,5 M* (TT) và pha loãng thành 100,0 ml bằng nước.

Các dung dịch đối chiếu: Lấy 4 bình định mức có dung tích 100 ml, mỗi bình có chứa 50,0 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,5 M*, cho lần lượt vào mỗi bình 2,0 ml, 2,5 ml, 3,0 ml và 4,0 ml *dung dịch sắt mẫu 250 phần triệu Fe* (TT) và pha loãng thành 100,0 ml bằng nước.

Đo phổ hấp thụ ở bước sóng 248,3 nm, dùng đèn cathod rỗng sắt làm nguồn bức xạ và ngọn lửa không khí - acetylen. Dùng đèn deuterium để hiệu chỉnh.

Chì

Không được quá 10 phần triệu.

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Dùng dung dịch S₁.

Các dung dịch đối chiếu: Lấy 4 bình định mức có dung tích 100 ml, mỗi bình có chứa 50,0 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,5 M* (TT), cho lần lượt vào mỗi bình 5,0 ml, 7,5 ml, 10,0 ml và 12,5 ml *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb* (TT₁) và pha loãng thành 100,0 ml bằng nước.

Đo phổ hấp thụ ở bước sóng 217,0 nm, dùng đèn cathod rỗng chì làm nguồn bức xạ và ngọn lửa không khí - acetylen.

Magnesi

17,0 % đến 19,5 %.

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 1).

Dung dịch thử: Pha loãng 0,5 ml dung dịch S₂ thành 100,0 ml bằng nước. Lấy 4,0 ml dung dịch thu được, thêm 10,0 ml *acid hydrochloric* (TT) và 10 ml *dung dịch lanthan clorid* (TT) và pha loãng thành 100,0 ml bằng nước.

Các dung dịch đối chiếu: Lấy 4 bình định mức 100 ml, mỗi bình có chứa 10,0 ml *acid hydrochloric* (TT) và 10 ml *dung dịch lanthan clorid* (TT), thêm lần lượt vào mỗi bình 2,5 ml, 3,0 ml, 4,0 ml và 5,0 ml *dung dịch magnesi mẫu 10 phần triệu Mg* (TT₁) và pha loãng thành 100,0 ml bằng nước.

Đo phổ hấp thụ ở bước sóng 285,2 nm, dùng đèn cathod rỗng magnesi làm nguồn bức xạ và ngọn lửa không khí - acetylen.

Mất khối lượng do nung

Không được quá 7,0 %.

(1,00 g, 1050 °C đến 1100 °C đến khối lượng không đổi).

Giới hạn nhiễm vi sinh vật

Nếu chế phẩm dùng tại chỗ, tổng số vi sinh vật hiếu khí (Phụ lục 13.6) không được quá 10² CFU/g chế phẩm.

Nếu chế phẩm dùng đường uống, tổng số vi sinh vật hiếu khí (Phụ lục 13.6) không được quá 10³ CFU/g chế phẩm và tổng số nấm không được quá 10² CFU/g chế phẩm.

Nhãn

Nhãn ghi rõ dùng đường uống hay dùng tại chỗ.

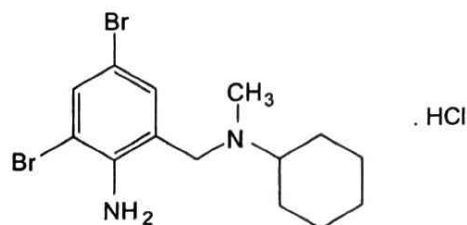
Bảo quản

Trong bao bì kín.

Loại thuốc

Tá dược.

BROMHEXIN HYDROCLORID



C₁₄H₂₁Br₂ClN₂

P.t.l: 412,6