

Clorid

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.4.5).

Pha loãng 5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Sulfat

Không được quá 0,04 % (Phụ lục 9.4.14).

Pha loãng 7,5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Bari

Thêm 1 ml dung dịch calci sulfat (TT) vào 10 ml dung dịch S. Để yên 15 min. Dung dịch trên không được đục hơn dung dịch chứa 1 ml nước và 10 ml dung dịch S.

Kim loại nặng

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

Hòa tan một lượng chế phẩm tương đương với 2,0 g chế phẩm đã làm khô trong vừa đủ 20 ml nước.

Lấy 12 ml dung dịch thu được thử theo phương pháp 1.

Dùng dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Sắt

Không được quá 50 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Pha loãng 4,0 ml dung dịch S thành 10 ml bằng nước và tiến hành thử.

Muối của magnesi và các kim loại kiềm

Không được quá 1 %.

Thêm 20 ml nước (TT), 2 g amoni clorid (TT) và 2 ml dung dịch amoniac loãng (TT) vào 20 ml dung dịch S. Đun đến sôi và thêm nhanh 40 ml dung dịch amoni oxalat 4 % (TT) đang nóng. Để yên trong 4 h, pha loãng thành 100 ml bằng nước và lọc. Thêm 0,5 ml acid sulfuric (TT) vào 50,0 ml dịch lọc, bốc hơi đến khô và nung cần đến khối lượng không đổi ở 600 °C. Cần thu được không quá 5 mg.

Mất khối lượng do làm khô

Từ 15,0 % đến 20,0 % (Phụ lục 9.6).

(0,500 g; 125 °C).

Định lượng

Hòa tan một lượng chế phẩm tương đương với 0,200 g chế phẩm đã làm khô trong nước và pha loãng thành 300 ml bằng nước. Tiến hành định lượng calci bằng phương pháp chuẩn độ complexon (Phụ lục 10.5).

1 ml dung dịch natri edetat 0,1 M (CĐ) tương đương với 21,82 mg $C_6H_{10}CaO_6$.

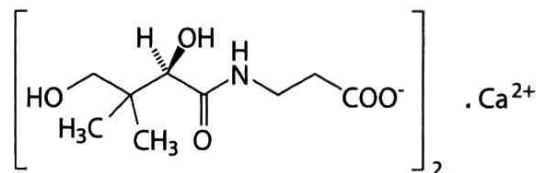
Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Điều trị thiếu calci.

CALCI PANTOTHENAT



$C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$

P.t.l: 476,5

Calci pantothenat là calci bis[3-[(2R)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanamido]propanoat] phải chứa từ 98,0 % đến 101,0 % $C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột trắng, hơi hút ẩm. Dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol 96 %, thực tế không tan trong ether.

Định tính

A. Chế phẩm phải đáp ứng phép thử Góc quay cực riêng.

B. Trong phần Acid 3-aminopropionic, vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) phải giống về vị trí, màu sắc và kích thước với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1).

C. Thêm 1 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT) và 0,1 ml dung dịch đồng sulfat 12,5 % (TT) vào 1 ml dung dịch S. Màu xanh xuất hiện.

D. Chế phẩm phải cho phản ứng của ion calci (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 5,0 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 màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

pH

pH của dung dịch S phải từ 6,8 đến 8,0 (Phụ lục 6.2).

Góc quay cực riêng

Từ +25,5° đến +27,5°, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 6.4).

Dùng dung dịch S để đo.

Acid 3-aminopropionic

Không được quá 0,5 %.

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Nước - ethanol (35 : 65).

Dung dịch thử (1): Hòa tan 0,2 g chế phẩm trong nước và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 1 ml dung dịch thử (1) thành 10 ml bằng nước.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 20 mg calci pantothenat chuẩn trong nước và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 10 mg acid 3-aminopropionic (TT) trong nước và thêm nước vừa đủ 50 ml.

CALCI PHOSPHAT

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 μ l mỗi dung dịch trên và triển khai bản mỏng tới khi dung môi đi được 12 cm. Làm khô bản mỏng ngoài không khí và phun dung dịch ninhydrin (TT). Sấy ở 110 °C trong 10 min. Bất kỳ vết phụ nào tương ứng với acid 3-aminopropionic trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1) cũng không được đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2).

Clorid

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.4.5).

Pha loãng 5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Lấy 12 ml dung dịch S tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 3,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 100 °C đến 105 °C).

Định lượng

Hòa tan 0,180 g chế phẩm trong 50 ml acid acetic khan (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ). Xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 6.12).

1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ) tương đương với 23,83 mg $C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

CALCI PHOSPHAT

Chế phẩm là hỗn hợp các loại calci phosphat, chứa từ 35,0 % đến 40,0 % Ca.

Tính chất

Bột trắng hay gần như trắng. Thực tế không tan trong nước, tan trong acid hydrochloric loãng (TT) và acid nitric loãng (TT).

Định tính

A. Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 5 ml dung dịch acid nitric 25 % (tt/tt) (TT). Lấy 2 ml dung dịch thu được, thêm 2 ml dung dịch amoni molybdat (TT), sẽ xuất hiện tủa vàng.

B. Nung 0,2 g chế phẩm trong chén sứ, để nguội. Thêm 0,5 ml dung dịch bạc nitrat 4,25 % (TT), hỗn hợp sẽ có màu vàng.

C. Chế phẩm cho phản ứng (A) của ion calci (Phụ lục 8.1). Lọc trước khi thêm dung dịch kali ferocyanid (TT).

Clorid

Không được quá 0,15 % (Phụ lục 9.4.5).

Hòa tan 0,22 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 1 ml acid nitric đậm đặc (TT) và 10 ml nước, pha loãng thành 100 ml bằng nước. Lấy 15 ml dung dịch thu được và tiến hành thử.

Fluorid

Không được quá 75 phần triệu.

Phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) dùng điện cực chỉ thị chọn lọc fluorid và điện cực so sánh bạc - bạc clorid.

Dung dịch thử: Trong bình định mức 50 ml, hòa tan 0,250 g chế phẩm trong dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT), thêm 5,0 ml dung dịch fluorid mẫu 1 phần triệu F (TT) và pha loãng thành 50,0 ml bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT). Lấy 20,0 ml dung dịch trên, thêm 20,0 ml đệm hiệu chỉnh lực ion toàn phần (TT) và 3 ml dung dịch natri acetat khan 8,2 %. Điều chỉnh đến pH 5,2 bằng amoniac đậm đặc (TT) và thêm nước thành 50,0 ml.

Các dung dịch chuẩn: Lấy 5,0 ml; 2,0 ml; 1,0 ml; 0,5 ml và 0,25 ml dung dịch fluorid mẫu 10 phần triệu F (TT), thêm 20,0 ml đệm hiệu chỉnh lực ion toàn phần (TT) và pha loãng thành 50,0 ml bằng nước.

Tiến hành đo trên 20,0 ml mỗi dung dịch. Tính nồng độ fluorid bằng cách sử dụng đường cong chuẩn có tính đến lượng fluorid đã cho thêm vào dung dịch thử.

Sulfat

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.4.14).

Dung dịch S: Hòa tan 2,50 g chế phẩm trong 20 ml dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT). Nếu dung dịch không trong, lọc. Thêm từng giọt dung dịch amoniac 10 % (TT) đến khi có tủa tạo thành. Hòa tan tủa bằng cách thêm dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT) và pha loãng thành 50 ml bằng nước.

Pha loãng 1 ml dung dịch S thành 25 ml bằng nước. Lấy 15 ml dung dịch thu được tiến hành thử.

Arsen

Không được quá 4 phần triệu (Phụ lục 9.4.2).

Lấy 5 ml dung dịch S tiến hành thử theo phương pháp A.

Kim loại nặng

Không được quá 30 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Pha loãng 13 ml dung dịch S thành 20 ml bằng nước. Lấy 12 ml dung dịch thu được thử theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Sắt

Không được quá 0,04 % (Phụ lục 9.4.13).

Pha loãng 0,5 ml dung dịch S thành 10 ml bằng nước và tiến hành thử.

Chất không tan trong acid

Không được quá 0,2 %.