

Ethylen glycol và diethylen glycol

Chỉ tiến hành với các macrogol có khối lượng phân tử dưới 1000.

Không được quá 0,4 %, tính trên tổng lượng ethylen glycol và diethylen glycol.

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2).

Dung dịch thử: Hòa tan 5,00 g chế phẩm trong *aceton* (TT) và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,10 g *ethylen glycol* (TT) và 0,50 g *diethylen glycol* (TT) trong *aceton* (TT), pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Lấy 1,0 ml dung dịch thu được pha loãng thành 10,0 ml bằng *aceton* (TT).

Điều kiện sắc ký:

Cột thủy tinh (1,8 m × 2 mm) được nhồi *diatomit* được *silan hóa* dùng cho sắc ký khí và được tẩm 5 % (kl/kl) *macrogol 20.000* (TT).

Khí mang: *Nitrogen* dùng cho sắc ký.

Tốc độ dòng: 30 ml/min.

Nhiệt độ: Cột: Cân bằng cột, nếu cần, ở 200 °C trong 15 h; điều chỉnh nhiệt độ ban đầu của cột để thời gian lưu của *diethylen glycol* là 14 min đến 16 min; sau đó tăng nhiệt độ cột lên khoảng 30 °C với tốc độ 2 °C/min nhưng không vượt quá 170 °C. Buồng tiêm và detector: 250 °C.

Detector: Ion hóa ngọn lửa.

Thẻ tích tiêm: 2 µl

Tiến hành 5 lần tiêm mẫu để kiểm tra độ lặp lại.

Ethylen oxyd và dioxan

Không được quá 1 phần triệu ethylen oxyd và không được quá 10 phần triệu dioxan (Phụ lục 10.15).

Kim loại nặng

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

Hòa tan 2,0 g chế phẩm trong *nước* và pha loãng thành 20 ml với cùng dung môi. Lấy 12 ml dung dịch thu được và tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng *dung dịch chì mẫu 2 phần triệu Pb* (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Nước

Không được quá 2,0 % với các macrogol có khối lượng phân tử không lớn hơn 1000 và không được quá 1,0 % với các macrogol có khối lượng phân tử lớn hơn 1000.

Dùng 2,00 g chế phẩm (Phụ lục 10.3).

Tro sulfat

Không được quá 0,2 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng.

Nhãn

Ghi rõ loại macrogol, nồng độ chất bảo quản, lượng formaldehyd.

Loại thuốc

Tá dược.

MAGNESI CARBONAT NẶNG

Magnesi carbonat nặng là magnesi carbonat hydrat base, phải chứa từ 40,0 % đến 45,0 % MgO.

Tính chất

Bột trắng. Thực tế không tan trong nước, tan trong acid loãng đồng thời sủi bọt mạnh.

Định tính

A. Chế phẩm có khối lượng riêng thô (Phụ lục 6.13) không nhỏ hơn 0,25 g/ml.

B. Chế phẩm phải cho phản ứng của carbonat (Phụ lục 8.1).

C. Hòa tan khoảng 15 mg chế phẩm trong 2 ml *dung dịch acid nitric 2 M* (TT) và trung hòa bằng *dung dịch natri hydroxyd 2 M* (TT). Dung dịch thu được phải cho phản ứng của ion magnesi (Phụ lục 8.1).

Màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong *dung dịch acid acetic 2 M* (TT), khi hết sủi bọt đun sôi 2 min, để nguội và pha loãng thành 100 ml bằng *dung dịch acid acetic 2 M* (TT). Lọc qua phễu sứ có lỗ xốp thích hợp đã nung đến khối lượng không đổi ở 600 °C và xác định bị trước để được dung dịch trong. Cẩn để thử chất không tan trong acid acetic.

Dung dịch S không được có màu đậm hơn màu mẫu N₄ (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Chất tan trong nước

Không được quá 1,0 %.

Trộn 2,00 g chế phẩm với 100 ml *nước*, đun sôi 5 min, lọc khi còn nóng qua phễu thủy tinh xốp (số độ xốp 40), để nguội, pha loãng dịch lọc với *nước* thành 100 ml. Bốc hơi 50 ml dịch lọc đến khô, cẩn thu được sấy ở 100 °C đến 105 °C đến khối lượng không đổi. Lượng cặn còn lại không được quá 10 mg.

Chất không tan trong acid acetic

Không được quá 0,05 %.

Cẩn thu được trong quá trình chuẩn bị dung dịch S, sau khi rửa, sấy và nung ở 600 °C đến khối lượng không đổi không được quá 2,5 mg.

Clorid

Không được quá 0,07 % (Phụ lục 9.4.5).

Pha loãng 1,5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng *nước* và tiến hành thử.

Sulfat

Không được quá 0,6 % (Phụ lục 9.4.14).

Pha loãng 0,5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng *nước* và tiến hành thử.

Arsen

Không được quá 2 phần triệu (Phụ lục 9.4.2).

Lấy 10 ml dung dịch S rồi tiến hành thử theo phương pháp A.

Calci

Không được quá 0,75% (Phụ lục 9.4.3).

Pha loãng 2,6 ml dung dịch S thành 150 ml bằng nước.
Lấy 15 ml dung dịch thu được để thử.

Sắt

Không được quá 400 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 3 ml *dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT)*, pha loãng thành 10 ml bằng nước.
Pha loãng 2,5 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng nước để tiến hành thử.

Kim loại nặng

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

Thêm 15 ml *dung dịch acid hydrochloric 25 % (TT)* vào 20 ml dung dịch S và lắc với 25 ml *methyl isobutyl keton (TT)* trong 2 min. Để tách lớp, lấy lớp nước bốc hơi đến khô trên cách thủy. Hòa tan cặn trong 1 ml *dung dịch acid acetic 5 M (TT)* và thêm nước vừa đủ 20 ml. 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.

Định lượng

Hòa tan 0,150 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 20 ml nước và 2 ml *dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch natri edetat 0,1 M (CĐ)* theo Phương pháp chuẩn độ complexon (Phụ lục 10.5).

1 ml *dung dịch natri edetat 0,1 M (CĐ)* tương đương với 4,030 mg MgO.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Kháng acid, nhuận tràng.

MAGNESI CARBONAT NHẸ

Magnesi carbonat nhẹ là magnesi carbonat hydrat base phải chứa từ 40,0 % đến 45,0 % MgO.

Tính chất

Bột trắng. Thực tế không tan trong nước, tan trong acid loãng đồng thời sủi bọt mạnh.

Định tính

A. Chế phẩm có khối lượng riêng thô (Phụ lục 6.13) không lớn hơn 0,15 g/ml.

B. Chế phẩm phải cho phản ứng của carbonat (Phụ lục 8.1).

C. Hòa tan khoảng 15 mg chế phẩm trong 2 ml *dung dịch acid nitric 2 M (TT)* và trung hòa bằng *dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT)*. Dung dịch thu được phải cho phản ứng của ion magnesi (Phụ lục 8.1).

Màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong *dung dịch acid*

acetic 2 M (TT), khi hết sủi bọt đun sôi 2 min, để nguội và pha loãng thành 100 ml bằng *dung dịch acid acetic 2 M (TT)*. Lọc qua phễu sứ có lỗ xốp thích hợp đã nung đến khối lượng không đổi ở 600 °C và xác định bì trước để được dung dịch trong. Cẩn để thử chất không tan trong acid acetic.

Dung dịch S không được có màu đậm hơn màu mẫu N₄ (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Chất tan trong nước

Không được quá 1,0 %.

Trộn 2,00 g chế phẩm với 100 ml nước, đun sôi 5 min, lọc khi còn nóng qua phễu thủy tinh xốp (số độ xốp 40), để nguội, pha loãng dịch lọc với nước thành 100 ml. Bốc hơi 50 ml dịch lọc đến khô, cặn thu được sấy ở 100 °C đến 105 °C đến khối lượng không đổi. Lượng cặn còn lại không được quá 10 mg.

Chất không tan trong acid acetic

Không được quá 0,05 %.

Cẩn thu được trong quá trình chuẩn bị dung dịch S, sau khi rửa, sấy và nung ở 600 °C đến khối lượng không đổi không được quá 2,5 mg.

Clorid

Không được quá 0,07 % (Phụ lục 9.4.5).

Pha loãng 1,5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Arsen

Không được quá 2 phần triệu (Phụ lục 9.4.2).

Lấy 10 ml dung dịch S rồi tiến hành thử theo phương pháp A.

Calci

Không được quá 0,75% (Phụ lục 9.4.3).

Pha loãng 2,6 ml dung dịch S thành 150 ml bằng nước.
Lấy 15 ml dung dịch thu được để thử.

Sắt

Không được quá 400 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 3 ml *dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT)*, pha loãng thành 10 ml bằng nước.
Pha loãng 2,5 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng nước để thử.

Sulfat

Không được quá 0,3 % (Phụ lục 9.4.14).

Pha loãng 1,0 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).

Thêm 15 ml *dung dịch acid hydrochloric 25 % (TT)* vào 20 ml dung dịch S và lắc với 25 ml *methyl isobutyl keton (TT)* trong 2 min. Để tách lớp, lấy lớp nước bốc hơi đến khô trên cách thủy. Hòa tan cặn trong 1 ml *dung dịch acid acetic 5 M (TT)* và thêm nước vừa đủ 20 ml. Lấy 12 ml dung dịch thu được để thử theo phương pháp 1.