

Hòa tan 0,15 g chế phẩm trong 5 ml *dung dịch acid hydrochloric loãng (TT)*, pha loãng với *nước* thành 10 ml. Lấy 1,0 ml dung dịch thu được pha loãng thành 10 ml bằng *nước* và tiến hành thử.

Kim loại nặng

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

Lấy 20 ml dung dịch S cho vào bình gạn, thêm 15 ml *dung dịch acid hydrochloric 25 % (TT)* và lắc với 25 ml *methyl isobutyl keton (TT)* trong 2 min. Để tách lớp. Lấy lớp nước bốc hơi đến khô, cặn còn lại hòa tan trong 1 ml *acid acetic (TT)* và pha loãng thành 30 ml bằng *nước*. Lấy chính xác 12 ml dung dịch thu được 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 nung

Không được quá 8,0 %.

Nung 1,00 g chế phẩm ở 900 °C đến khối lượng không đổi.

Định lượng

Hòa tan 0,320 g chế phẩm trong 20 ml *dung dịch acid hydrochloric loãng (TT)* và pha loãng với *nước* thành 100,0 ml. Lấy 20,0 ml dung dịch này chuẩn độ bằng *dung dịch natri edetat 0,1 M (CD)* theo Phương pháp chuẩn độ complexon (Phụ lục 10.5).

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

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Kháng acid, nhuận tràng.

MAGNESI OXYD NHẸ

MgO

P.t.l: 40,3

Magnesi oxyd phải chứa từ 98,0 % đến 100,5 % MgO, tính theo chế phẩm đã nung.

Tính chất

Bột trắng mịn, vô định hình.

Thực tế không tan trong nước, tan trong dung dịch acid loãng và sủi bọt nhẹ.

Định tính

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

B. 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 phải có phản ứng của ion magnesi (Phụ lục 8.1).

C. Chế phẩm phải đáp ứng phép thử Mất khối lượng do nung.

Màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 30 ml *nước* và 70 ml *acid acetic (TT)*. Đun sôi 2 min. Làm nguội và pha loãng với *dung dịch acid acetic 2 M (TT)* thành 100 ml. Lọc qua phễu sứ hoặc phễu silica có độ xốp thích hợp (đã nung và cân bì) để được dung dịch trong.

Dung dịch S không được có màu đậm hơn màu mẫu N₂ (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Chất tan trong nước

Không được quá 2,0 %.

Trộn 2,00 g chế phẩm với 100 ml *nước* và đun sôi trong 5 min. Lọc nóng qua phễu thủy tinh xốp (số độ xốp 40), để nguội, thêm *nước* thành 100 ml. Lấy 50 ml dịch lọc bay hơi đến khô và sấy ở 100 °C đến 105 °C đến khối lượng không đổi. Cặn thu được không được quá 20 mg.

Chất không tan trong acid acetic

Không được quá 0,1 %.

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

Sulfat

Không được quá 1,0 % (Phụ lục 9.4.14).

Pha loãng 0,3 ml dung dịch S thành 15 ml bằng *nước* và 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.

Calci

Không được quá 1,5 % (Phụ lục 9.4.3).

Pha loãng 1,3 ml dung dịch S thành 150 ml bằng *nước*. Lấy 15 ml dung dịch thu được để thử.

Clorid

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

Pha loãng 0,7 ml dung dịch S thành 15,0 ml bằng *nước* và tiến hành thử.

Sắt

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.4.13).

Hòa tan 50 mg chế phẩm trong 5 ml *dung dịch acid hydrochloric loãng (TT)* và pha loãng với *nước* thành 10 ml. Pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 10 ml bằng *nước* và tiến hành thử.

Kim loại nặng

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

Lấy 20 ml dung dịch S cho vào bình gạn, thêm 15 ml *dung dịch acid hydrochloric 25 % (TT)* và lắc với 25 ml *methyl isobutyl keton (TT)* trong 2 min. Để tách lớp. Lấy lớp nước bốc hơi đến khô, cặn còn lại hòa tan trong 1,5 ml *acid acetic (TT)* và pha loãng thành 30 ml với *nước*. Lấy chính xác 12 ml dung dịch này tiến hành thử theo phương pháp 1.

MAGNESI STEARAT

DUỐC ĐIỀN VIỆT NAM VI

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

Mất khối lượng do nung

Không được quá 8,0 %.

Nung 1,00 g chế phẩm ở 900 °C đến khối lượng không đổi.

Định lượng

Hòa tan 0,320 g chế phẩm trong 20 ml *dung dịch acid hydrochloric loãng (TT)* và pha loãng với nước thành 100,0 ml. Lấy 20,0 ml dung dịch này 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 STEARAT

Magnesi stearat là hỗn hợp các muối của magnesi với các acid béo, chứa những tỷ lệ thay đổi của magnesi palmitat và magnesi stearat có nguồn gốc động vật hoặc thực vật, phải chứa từ 4,0 % đến 5,0 % magnesi (Mg), tính theo chế phẩm đã làm khô. Acid béo chứa không ít hơn 40,0 % acid stearic và tổng lượng acid stearic và acid palmitic không ít hơn 90,0 %.

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng, mịn, nhẹ, sờ nhờn tay. Thực tế không tan trong nước và ethanol khan.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: C, D.

Nhóm II: A, B, D.

Dung dịch S: Cho 50 ml *ether không có peroxyd (TT)* vào 5,0 g chế phẩm, sau đó thêm 20 ml *dung dịch acid nitric 2 M (TT)* và 20 ml nước. Đun nóng dưới ống sinh hàn hồi lưu đến khi hòa tan hoàn toàn. Để nguội, tách riêng lớp nước; lắc lớp ether 2 lần, mỗi lần với 4 ml nước. Gộp tất cả các lớp nước và rửa với 15 ml *ether không có peroxyd (TT)*. Pha loãng lớp nước thành 50,0 ml bằng nước.

A. Bốc hơi lớp ether của quá trình chuẩn bị dung dịch S đến khô và sấy cần ở 100 °C đến 105 °C. Điểm đông đặc của cần không được thấp hơn 53 °C (Phụ lục 6.6).

B. Lấy 0,200 g cần thu được từ mục A, hòa tan trong 25 ml dung môi quy định. Chỉ số acid của các acid béo phải từ 195 đến 210 (Phụ lục 7.2).

C. Trong phần Định lượng acid stearic và acid palmitic, thời gian lưu của 2 pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch

thử phải tương ứng với thời gian lưu của 2 pic trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn.

D. Thêm 1 ml *dung dịch amoniac loãng (TT)* vào 1 ml dung dịch S, tủa trắng tạo thành, tủa này tan khi thêm 1 ml *dung dịch amoni clorid (TT)*. Thêm 1 ml *dung dịch dinatri hydrophosphat 12 % (TT)*, xuất hiện tủa kết tinh màu trắng.

Giới hạn acid - kiềm

Hòa 1,0 g chế phẩm trong 20 ml *nước không có carbon dioxyd (TT)* và đun sôi trong 1 min (vừa đun vừa lắc liên tục), để nguội, lọc. Thêm 0,05 ml *dung dịch xanh bromothymol (TT)* vào 10 ml dịch lọc. Dung dịch phải chuyển màu khi thêm không quá 0,5 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CĐ)* hoặc *dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ)*.

Clorid

Không được quá 0,1 %.

Pha loãng 10,0 ml dung dịch S thành 40 ml bằng nước. Trung hòa bằng *acid nitric (TT)* nếu cần, sử dụng chỉ thị quỳ (TT). Thêm 1 ml *acid nitric (TT)*, 1 ml dung dịch *bạc nitrat (TT) 0,1 M* và pha loãng thành 50 ml bằng nước. Trộn đều, để yên 5 min, tránh ánh sáng. Ống thử không được đục hơn ống mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện nhưng thay dung dịch thử bằng 1,4 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,02 M (TT)*.

Sulfat

Không được quá 1,0 %.

Pha loãng 6,0 ml dung dịch S thành 40 ml bằng nước. Trung hòa bằng *acid hydroclorid (TT)* nếu cần, sử dụng chỉ thị quỳ (TT). Thêm 1 ml *dung dịch acid hydrochloric 3 M (TT)*, 3 ml dung dịch *bari clorid (TT) 12 %* và pha loãng thành 50 ml bằng nước. Trộn đều và để yên 10 min. Độ đục tạo thành trong ống thử không được đậm hơn độ đục trong ống mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện nhưng thay dung dịch thử bằng 3,0 ml *dung dịch acid sulfuric 0,02 M (TT)*.

Cadmi

Không được quá 3 phần triệu.

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 2).

Chú ý: Dùng nước đã được chạy qua cột chứa các lớp nhựa trao đổi ion có tính acid mạnh và base mạnh để chuẩn bị các dung dịch nước và rửa các dụng cụ thủy tinh trước khi sử dụng. Các thuốc thử phải có hàm lượng cadmi, chì và niken thấp; các dung dịch thuốc thử phải được bảo quản trong bình thủy tinh borosilicat. Ngâm dụng cụ thủy tinh trong *dung dịch acid nitric 8 M (TT)* ẩm trong 30 min, rửa bằng nước khử ion.

Dung dịch mẫu trắng: Pha loãng 25 ml *acid nitric không có cadmi và chì (TT)* thành 100,0 ml bằng nước.

Dung dịch ổn định: Hòa tan 20 g *amoni dihydrophosphat (TT)* và 1 g *magnesi nitrat (TT)* trong nước và pha loãng