

MAGNESI SULFAT

$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

P.t.l: 246,5

Magnesi sulfat phải chứa từ 99,0 % đến 100,5 % MgSO_4 , tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh trắng hay tinh thể không màu, bóng.
Dễ tan trong nước, rất dễ tan trong nước sôi, thực tế không tan trong ethanol 96 %.

Định tính

Hòa tan 0,50 g chế phẩm trong 10 ml nước. Dung dịch phải cho phản ứng định tính của ion magnesi và ion sulfat (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong nước và pha loãng thành 50 ml với cùng dung môi.
Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Thêm 0,05 ml dung dịch đỏ phenol (TT) vào 10 ml dung dịch S. Dung dịch phải chuyển màu khi thêm không quá 0,2 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N (CĐ) hoặc dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ).

Clorid

Không được quá 300 phần triệu (Phụ lục 9.4.5).
Pha loãng 1,7 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 0,5 g chế phẩm tiến hành thử theo phương pháp A.

Sắt

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).
Pha loãng 5 ml dung dịch S thành 10 ml bằng nước và tiến hành thử.

Kim loại nặng

Không được quá 10 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).
Lấy 12 ml dung dịch S và 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

Từ 48,0 % đến 52,0 % (Phụ lục 9.6).
(0,500 g; 110 °C đến 120 °C; 1 h; sau đó 400 °C đến khối lượng không đổi).

Định lượng

Hòa tan 0,450 g chế phẩm trong 100 ml nước và tiến hành chuẩn độ theo Phương pháp chuẩn độ complexon (Phụ lục 10.5).

1 ml dung dịch natri edetat 0,1 M (CĐ) tương đương với 12,04 mg MgSO_4 .

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Nhuận tràng, điều trị thiếu hụt chất điện giải.

MAGNESI TRISILICAT

Magnesi trisilicat là magnesi silicat hydrat, có thành phần thay đổi gần đúng với công thức $\text{Mg}_2\text{Si}_3\text{O}_8 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, phải chứa không dưới 29,0 % magnesi oxyd [MgO ; P.t.l: 40,30] và không dưới 65,0 % silic dioxyd [SiO_2 ; P.t.l: 60,1], cả hai đều tính theo chế phẩm đã nung.

Tính chất

Bột trắng. Thực tế không tan trong nước và ethanol 96 %.

Định tính

Dung dịch S: Thêm vào 2,0 g chế phẩm một hỗn hợp gồm 4 ml acid nitric (TT) và 4 ml nước, rồi đun sôi, vừa đun vừa lắc liên tục. Thêm 12 ml nước, để nguội, lọc hoặc ly tâm để lấy dung dịch trong và pha loãng dịch lọc này thành 20 ml với nước.

A. 1 ml dung dịch S, sau khi trung hòa với dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT), phải cho phản ứng định tính của ion magnesi (Phụ lục 8.1).

B. Cân 0,25 g chế phẩm vào một chén chì hoặc bạch kim. Thêm vào chén 10 mg natri fluorid (TT) và 0,2 ml acid sulfuric (TT). Dùng dây đồng để trộn đều hỗn hợp trên và dàn thành lớp mỏng. Đặt chén bằng một đĩa plastic mỏng trong suốt đã được nhỏ một giọt nước ở mặt dưới và làm nóng nhẹ nhàng, cẩn thận. Một vòng tròn màu trắng sẽ nhanh chóng xuất hiện xung quanh giọt nước.

Giới hạn kiềm

Đun nóng trên cách thủy 10,0 g chế phẩm với 100,0 g nước trong bình nón dung tích 200 ml (đã cân bì trước) trong 30 min, để nguội và thêm nước để hoàn lại khối lượng ban đầu. Để lắng, lọc hoặc ly tâm cho đến khi thu được một dịch lọc trong (Dung dịch A).

Thêm vào 10 ml dung dịch A 0,1 ml dung dịch phenolphthalein (TT), dung dịch phải chuyển màu khi thêm không quá 1,0 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 N (CĐ).

Muối tan trong nước

Không được quá 1,5 %.
Lấy chính xác 20,0 ml dung dịch A cho vào chén bạch kim đã cân bì trước, bốc hơi trên cách thủy đến khô. Cẩn còn lại đem nung ở 900 °C đến khối lượng không đổi. Khối lượng của cặn không được quá 30 mg.

Arsen

Không được quá 4 phần triệu (Phụ lục 9.4.2).
Lấy 2,5 ml dung dịch S, tiến hành thử theo Phương pháp A.

Kim loại nặng

Không được quá 40 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Trung hòa 10 ml dung dịch S bằng dung dịch amoniac 6 M (TT), dùng dung dịch vàng metanil (TT) làm chỉ thị ngoại sau đó pha loãng thành 20 ml bằng nước và lọc nếu cần.

Lấy 12 ml dung dịch thu được thử theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 2 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Clorid

Không được quá 500 phần triệu (Phụ lục 9.4.5).

Pha loãng 0,5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử. Mẫu đối chiếu là hỗn hợp của 5 ml dung dịch clorid 5 phần triệu Cl (TT) và 10 ml nước.

Sulfat

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

Pha loãng 0,3 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Khả năng hấp thụ acid

1 g chế phẩm không được hấp thụ ít hơn 100,0 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 N (CĐ).

Phân tán 0,25 g chế phẩm trong dung dịch acid hydrocloric 0,1 N (CĐ) và pha loãng thành 100,0 ml bằng dung dịch acid hydrocloric 0,1 N (CĐ). Đặt trong cách thủy 2 h ở $37^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ và lắc thường xuyên. Sau đó để nguội. Thêm 0,1 ml dung dịch xanh bromophenol (TT) vào 20,0 ml chất lỏng ở trên và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ) đến khi xuất hiện màu xanh lam.

Mất khối lượng sau khi nung

Từ 17 % đến 34 %.

Nung 0,5 g chế phẩm ở 900°C đến khối lượng không đổi trong chén bạch kim.

Định lượng

Magnesi oxyd: Cân chính xác khoảng 1,000 g chế phẩm vào một bình nón dung tích 200 ml, thêm 35 ml acid hydrocloric (TT) và 60 ml nước, đun nóng trong cách thủy 15 min. Để nguội, lọc, rửa cặn và bình nón với nước, pha loãng dịch lọc và nước rửa thành 250,0 ml bằng nước. Lấy chính xác 50,0 ml dung dịch trên cho vào bình nón dung tích 500 ml, trung hòa bằng dung dịch natri hydroxyd 10 M (khoảng 8 ml) và pha loãng với nước thành 300 ml, thêm 10 ml đệm amoniac pH 10,0 (TT) và 50 mg hỗn hợp đen eriocrom T (TT). Đun nóng đến 40°C và chuẩn độ bằng dung dịch natri edetat 0,1 M (CĐ) tới khi màu chuyển từ tím sang xanh.

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

Silic dioxyd: Cân chính xác khoảng 0,700 g chế phẩm cho vào cốc có mỏ, thêm 10 ml dung dịch acid sulfuric 10 % (TT) và 10 ml nước, đun nóng trên cách thủy trong 90 min, lắc thường xuyên và bổ sung lượng nước đã bốc hơi. Để nguội, gạn qua giấy lọc không tro, có đường kính 7 cm,

rửa cặn bằng cách gạn 3 lần, mỗi lần với 5 ml nước nóng, chuyển toàn bộ cặn vào giấy lọc và rửa cặn với nước nóng đến khi 1 ml dung dịch lọc vẫn trong khi thêm 0,05 ml dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT) và 2 ml dung dịch bari clorid 0,25 M (TT). Nung giấy lọc và cặn trong chén bạch kim đã cân bì trước ở 900°C đến khối lượng không đổi.

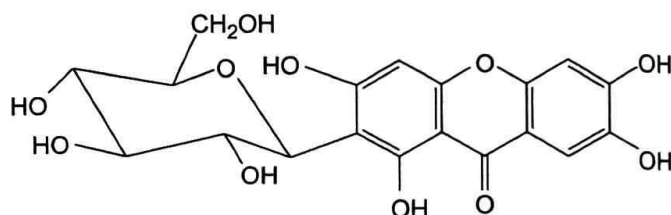
Bảo quản

Trong bao bì kín.

Loại thuốc

Kháng acid.

MANGIFERIN



$\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{O}_{11}$

P.t.l: 422,2

Mangiferin là 2-C-β-D-glucopyranozido-1,3,6,7-tetrahydroxyxanthone, phải chứa từ 96,0 % đến 102,0 % $\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{O}_{11}$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh mịn, màu vàng ánh lục, gần như không mùi. Hơi tan trong hỗn hợp acetone - nước (1 : 1), thực tế không tan trong nước, ethanol 96 % và cloroform.

Định tính

A. Phổ hấp thụ tử ngoại (Phụ lục 4.1) của dung dịch chế phẩm 0,001 % trong methanol (TT), trong khoảng bước sóng 220 nm đến 400 nm, phải có hấp thụ cực đại ở các bước sóng $241 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$, $258 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$, $316 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$ và $366 \text{ nm} \pm 3 \text{ nm}$.

B. Hòa tan khoảng 0,01 g chế phẩm trong 10 ml hỗn hợp acetone - nước (1 : 1), thêm 0,01 g magnesi (TT) và 1 ml acid hydrocloric (TT), sau 10 min sẽ xuất hiện màu vàng cam.

C. Trong phần Tạp chất liên quan, vết chính trong sắc ký đồ thu được của dung dịch thử (2) phải phù hợp với vết chính trong sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (1) về vị trí, màu sắc và kích thước.

Tạp chất liên quan

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

Bản mỏng: Celulose dùng cho sắc ký.

Dung môi khai triển: Dung dịch acid acetic 15 % (tt/tt).

Dung môi pha mẫu: Acetone - nước (1 : 1).

Dung dịch thử (1): Hòa tan 50,0 mg chế phẩm trong 40 ml dung môi pha mẫu và pha loãng thành 50,0 ml với dung môi.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 1,0 ml dung dịch thử (1) thành 5,0 ml bằng dung môi pha mẫu.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 50,0 mg mangiferin chuẩn trong dung môi pha mẫu và pha loãng thành 50,0 ml