

Detector ion hóa ngọn lửa.

Nhiệt độ cột 120 °C, buồng tiêm 150 °C và detector 200 °C.

Thể tích tiêm: 1 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký gấp 2 lần thời gian lưu của menthol.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1), độ phân giải giữa pic menthol và pic isomenthol ít nhất là 1,4. Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2), tỷ số tín hiệu trên nhiễu của pic chính ít nhất là 5.

Giới hạn: Trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1), tổng diện tích các pic phụ không được lớn hơn 1,0 % diện tích pic chính. Bỏ qua các pic của dung môi và các pic phụ có diện tích nhỏ hơn hoặc bằng 0,05 % diện tích pic chính.

Cẩn sau khi bay hơi

Không được quá 0,05 %.

Bốc hơi 2,00 g chế phẩm trên cách thủy cho đến khi bay hơi hết và sấy cần ở 100 °C đến 105 °C trong 1 h. Cần còn lại không được quá 1,0 mg.

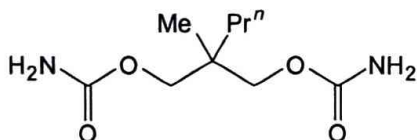
Bảo quản

Trong bao bì kín, ở chỗ mát.

Tương kỵ

Cloral hydrat, phenol, long não, resorcin, thymol.

MEPROBAMAT



$C_9H_{18}N_2O_4$

P.t.l: 218,3

Meprobamat là 2-methyl-2-propylpropan-1,3-diyl dicarbamat, phải chứa từ 97,0 % đến 101,0 % $C_9H_{18}N_2O_4$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh hay vô định hình, màu trắng hay gần như trắng. Khó tan trong nước, dễ tan trong ethanol 96 %.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A, B.

Nhóm II: B, C, D.

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của meprobamat chuẩn.

B. Điểm chảy của chế phẩm phải từ 104 °C đến 108 °C (Phụ lục 6.7).

C. Thêm 1 ml *anhydrid acetic* (TT) và 0,05 ml *acid sulfuric* (TT) vào 0,5 g chế phẩm, trộn đều và để 30 min, lắc liên tục. Đổ từng giọt dung dịch này vào 50 ml nước, trộn đều.

Cọ thành ống nghiệm bằng đũa thủy tinh để tạo tủa kết tinh. Lọc, rửa và sấy tủa ở 60 °C. Điểm chảy của tủa phải từ 124 °C đến 128 °C (Phụ lục 6.7).

D. Hòa tan 0,2 g chế phẩm trong 15 ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 M trong ethanol* (TT) và đun sôi dưới sinh hàn ngược 15 min. Thêm 0,5 ml *acid acetic băng* (TT) và 1 ml *dung dịch cobalt nitrat 5 % trong ethanol*, màu xanh lam đậm xuất hiện.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong 20 ml *ethanol* (TT). Dung dịch phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Tạp chất liên quan

Không được quá 1,0 %.

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

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi khai triển: *Pyridin - acetone - hexan* (10 : 30 : 70).

Dung dịch thử: Hòa tan 0,20 g chế phẩm trong *ethanol* 96 % (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu: Pha loãng 0,1 ml dung dịch thử thành 10,0 ml bằng *ethanol* 96 % (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 15 cm. Sấy bản mỏng ở 120 °C trong 30 min, để nguội và phun dung dịch gồm 0,25 g *vanilin* (TT) trong hỗn hợp của 10 ml *ethanol* 96 % (TT) và 40 ml *acid sulfuric* (TT) đã làm nguội. Sấy bản mỏng ở 100 °C đến 105 °C trong 30 min. Trên sắc ký đồ, bất kỳ vết phụ nào của dung dịch thử không được đậm màu hơn vết của dung dịch đối chiếu.

Kim loại nặng

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

Hòa tan 2,0 g chế phẩm trong hỗn hợp *nước - acetone* (15 : 85) và pha loãng thành 20 ml với cùng hỗn hợp dung môi. Lấy 12 ml dung dịch thu được và tiến hành theo phương pháp 2.

Dùng dung dịch chì mẫu 1 phần triệu được chuẩn bị bằng cách pha loãng *dung dịch chì mẫu 100 phần triệu Pb* (TT) bằng hỗn hợp *nước - acetone* (15 : 85) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; áp suất giảm; 60 °C).

Tro sulfat

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan 0,1000 g chế phẩm trong 15 ml *dung dịch acid sulfuric 25 % (tt/tt)* và đun sôi dưới sinh hàn ngược trong 3 h. Làm nguội, hòa tan bằng cách thêm cẩn thận 30 ml nước, làm nguội tiếp và chuyển vào bộ cất kéo hơi nước.

Thêm 40 ml *dung dịch natri hydroxyd 10 M (TT)* và cất. Hứng dịch cất vào bình có chứa sẵn 40 ml *dung dịch acid boric 4 %*. Cất đến khi thu được khoảng 200 ml. Thêm 0,25 ml *dung dịch hỗn hợp đỏ methyl (TT)* làm chỉ thị. Chuẩn độ bằng *dung dịch acid hydrochloric 0,1 N (CĐ)* đến khi màu chuyển từ xanh lục sang tím. Song song làm mẫu trắng.

1 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,1 N (CĐ)* tương đương với 10,91 mg $C_9H_{18}N_2O_4$.

Bảo quản

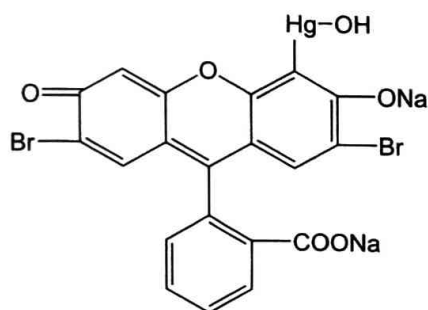
Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Thuốc an thần.

MERCUROCROM

Thuốc đỏ



$C_{20}H_8Br_2HgNa_2O_6$

P.t.l: 750,7

Mercurocrom là muối dinatri của acid [2,7dibromo-9-(2-carboxyphenyl)-6-hydroxy-3-oxo-3H-xanthen-5-yl]-hydroxymcury, phải chứa từ 22,4 % đến 26,7 % Hg và 18,0 % đến 22,4 % Br, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Vảy hay hạt màu nâu đỏ ánh xanh, không mùi. Dễ tan trong nước nhưng đôi khi để lại một lượng nhỏ các tiểu phân không tan được, thực tế không tan trong ether và ethanol.

Định tính

A. Dung dịch chế phẩm 0,05 % có màu đỏ và cho huỳnh quang xanh vàng.

B. Thêm 3 giọt *dung dịch acid sulfuric 10 % (TT)* vào 5 ml dung dịch chế phẩm 0,4 %, có tủa da cam ánh đỏ xuất hiện.

C. Đun nóng 0,1 g chế phẩm với vài tinh thể *iod (TT)* trong một ống nghiệm, có tinh thể màu đỏ trắng hoa bóm trên thành ống nghiệm. Nếu tinh thể màu vàng tạo thành, cọ bằng đũa thủy tinh, màu của tinh thể sẽ chuyển sang màu đỏ.

D. Cho 0,1 g chế phẩm vào chén nung bằng sứ, thêm 1 ml *dung dịch natri hydroxyd 17 %*, lắc đều, bốc hơi đến khô và nung. Hòa tan cẩn trọng 5 ml *nước*, acid hóa bằng *acid hydrochloric (TT)*. Thêm 3 giọt *nước clor (TT)* và 2 ml *cloroform (TT)*, lắc, lớp cloroform có màu nâu vàng.

Phẩm màu

Hòa tan 0,40 g chế phẩm trong 20 ml *nước*, thêm 3 ml *dung dịch acid sulfuric 10 % (TT)* và lọc. Dịch lọc không được có màu đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu gồm 0,4 ml *dung dịch gốc màu đỏ*, 2,4 ml *dung dịch gốc màu vàng*, 0,4 ml *dung dịch gốc màu xanh* và 16,8 ml *nước* (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Halogenid hòa tan được

Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong 80 ml *nước*, thêm 10 ml *dung dịch acid nitric 10 % (TT)* và *nước* vừa đủ 100 ml, lắc đều, lọc. Lấy 40 ml dịch lọc vào ống Nessler, thêm 6 ml *dung dịch acid nitric 10 % (TT)* và *nước* vừa đủ 50 ml, thêm 1 ml *dung dịch bạc nitrat 0,1 M (TT)*. Lắc kỹ, để yên 5 min tránh ánh sáng. Dung dịch không được đục hoặc nếu đục thì không được đục hơn dung dịch đục mẫu được chuẩn bị như sau: Lấy 0,25 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CĐ)*, thêm 6 ml *dung dịch acid nitric 10 % (TT)* và *nước* vừa đủ 50 ml, thêm 1 ml *dung dịch bạc nitrat 0,1 M (TT)* và tiến hành như mẫu thử.

Muối thủy ngân tan

Dung dịch thử: Lấy 5 ml dịch lọc thu được ở phần Phẩm màu, thêm 5 ml *nước*.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,040 g *thủy ngân (II) clorid* (cân chính xác) trong *nước* và pha loãng thành 1000 ml với cùng dung môi. Lấy 20 ml dung dịch thu được, thêm 3 ml *dung dịch acid sulfuric 10 % (TT)*. Lấy 5 ml dung dịch thu được, thêm 5 ml *nước*.

Thêm 1 giọt *dung dịch natri sulfid (TT)* vào dung dịch thử và dung dịch đối chiếu. Dung dịch thử không được có màu đậm hơn dung dịch đối chiếu.

Hợp chất thủy ngân không tan

Hòa tan 2,5 g chế phẩm trong 50 ml *nước*, để yên 24 h, ly tâm và rửa cẩn với từng lượng nhỏ *nước* cho đến khi nước rửa không màu. Chuyển cẩn vào bình nón nút mài, thêm đúng 5 ml *dung dịch iod 0,1 N (CĐ)*, để 1 h, lắc thường xuyên. Vừa lắc vừa thêm từng giọt một 4,3 ml *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ)* và thêm 1 ml *dung dịch hồ tinh bột (TT)*, màu xanh xuất hiện.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 5,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 105 °C, 5 h).

Định lượng

Thủy ngân: Cân chính xác khoảng 0,6 g chế phẩm đã tán nhỏ và sấy khô vào bình nón nút mài màu nâu. Hòa tan trong 50 ml *nước*, thêm 8 ml *acid acetic (TT)*, 20 ml *cloroform (TT)* và đúng 30,0 ml *dung dịch iod 0,1 N (CĐ)*, đập nút bình. Để 1 h, lắc mạnh thường xuyên. Chuẩn độ iod thừa bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ)* với chỉ thị là 1 ml *dung dịch hồ tinh bột (TT)*. Song song làm mẫu trắng.

1 ml *dung dịch iod 0,1 N (TT)* tương đương với 10,03 mg Hg.