

NATRI BENZOAT

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 280 nm.

Tốc độ dòng: 1,0 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký với thời gian gấp 3 lần thời gian lưu của pic naphazolin.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch phân giải, độ phân giải giữa pic tương ứng với naphazolin và tạp chất B ít nhất là 5,0. Thời gian lưu của naphazolin khoảng 14 min.

Giới hạn: Trên sắc ký đồ thu được của dung dịch thử:

Diện tích pic tương ứng với tạp chất A không được lớn hơn diện tích pic chính trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (1) (0,5 %).

Diện tích của bất kỳ pic phụ nào khác không được lớn hơn 0,5 lần diện tích pic chính trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (2) (0,1 %).

Tổng diện tích của tất cả các pic phụ không được lớn hơn 5 lần diện tích của pic chính trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (2) (1,0 %).

Bỏ qua tất cả các pic có diện tích nhỏ hơn hoặc bằng 0,25 lần diện tích pic chính trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (2) (0,05 %) và bất kỳ pic nào tương ứng với ion nitrat.

Clorid

Không được quá 0,033 % (Phụ lục 9.4.5).

Dùng 15 ml dung dịch S để thử.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 100 °C đến 105 °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 0,200 g chế phẩm trong 30 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 10.2).

1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ) tương đương với 27,33 mg $C_{14}H_{14}N_2.HNO_3$.

Bảo quản

Trong chai lọ kín và tránh ánh sáng.

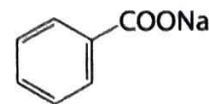
Loại thuốc

Đồng vận alpha-adrenoceptor.

Chế phẩm

Thuốc nhỏ mũi.

NATRI BENZOAT



$C_7H_5NaO_2$

P.t.l: 144,1

Natri benzoat là natri benzencarboxylat, phải chứa từ 99,0 % đến 100,5 % $C_7H_5NaO_2$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh hay hạt hoặc mảnh màu trắng, hơi hút ẩm. Dễ tan trong nước, hơi tan trong ethanol 90 % (tt/tt).

Định tính

A. Chế phẩm phải cho phản ứng định tính (B) và (C) của ion benzoat (Phụ lục 8.1).

B. Chế phẩm phải cho phản ứng định tính (A) của ion natri (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 10,0 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyl (TT) và pha loãng thành 100 ml với cùng dung môi.

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và màu không được đậm hơn màu mẫu V_6 (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Thêm 10 ml nước không có carbon dioxyl (TT) và 0,2 ml dung dịch phenolphthalein (TT) vào 10 ml dung dịch S. Lượng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ) hoặc dung dịch acid hydrochloric 0,1 N (CĐ) cần dùng để làm dung dịch chuyển màu không quá 0,2 ml.

Hợp chất halogen

Tất cả các dụng cụ thủy tinh được dùng phải không có clorid và phải được chuẩn bị bằng cách ngâm qua đêm trong dung dịch acid nitric 35 % (TT), được rửa sạch và ngâm trong nước. Phải có chỉ dẫn rằng dụng cụ thủy tinh được dùng riêng cho phép thử này.

Dung dịch thử: Lấy 20,0 ml dung dịch S, thêm 5 ml nước, pha loãng thành 50,0 ml bằng ethanol 96 % (TT).

Xác định clor đã bị ion hóa

Không được quá 0,02 %.

Trong 3 bình định mức 25 ml, chuẩn bị các dung dịch sau:

Dung dịch (1): Thêm vào 4,0 ml dung dịch thử, 3 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT) và 3 ml ethanol 96 % (TT).

Dung dịch này được dùng để chuẩn bị dung dịch A.

Dung dịch (2): Thêm vào 3 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT), 2 ml nước và 5 ml ethanol 96 % (TT). Dung dịch này được dùng để chuẩn bị dung dịch B.

Dung dịch (3): Thêm vào 4,0 ml dung dịch clorid mẫu 8 phần triệu Cl (TT), 6,0 ml nước. Dung dịch này dùng để chuẩn bị dung dịch C.

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

NATRI BROMID

Thêm riêng rẽ vào 4 bình định mức 25 ml, (ký hiệu A, B, C, D) lần lượt 10 ml dung dịch (1), 10 ml dung dịch (2), 10 ml dung dịch (3) và 10,0 ml nước. Thêm vào mỗi bình 5 ml dung dịch sắt (III) amoni sulfat (TT), trộn đều và thêm từng giọt, vừa thêm vừa lắc, 2 ml acid nitric (TT) và 5 ml dung dịch thủy ngân (II) thiocyanat (TT). Lắc. Pha loãng dung dịch trong mỗi bình thành 25,0 ml bằng nước và để các bình trong chậu nước ở 20 °C trong 15 min. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) ở bước sóng 460 nm trong cốc đo 2 cm của dung dịch A, lấy dung dịch B làm mẫu trắng và của dung dịch C, lấy dung dịch D làm mẫu trắng. Độ hấp thụ của dung dịch A không được lớn hơn độ hấp thụ của dung dịch C.

Xác định clor toàn phần

Không được quá 0,03 %.

Dung dịch (1): Thêm 7,5 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT) và 0,125 g hợp kim nhôm nickel (TT) vào 10 ml dung dịch thử. Đun nóng trên nồi cách thủy 10 min. Để nguội đến nhiệt độ phòng, lọc vào bình định mức có dung tích 25 ml và rửa phễu lọc 3 lần, mỗi lần với 2 ml ethanol 96 % (TT) (tủa nhẹ có thể hình thành rồi biến mất khi acid hóa). Pha loãng dịch lọc và nước rửa thành 25,0 ml bằng nước. Dung dịch này được dùng để chuẩn bị dung dịch A.

Dung dịch (2): Chuẩn bị như dung dịch (1), nhưng thay 10,0 ml dung dịch thử bằng 10,0 ml hỗn hợp đồng thể tích ethanol 96 % (TT) và nước. Dung dịch này dùng để chuẩn bị dung dịch B.

Dung dịch (3): Thêm 4,0 ml nước vào 6,0 ml dung dịch clorid mẫu 8 phần triệu Cl (TT). Dung dịch này dùng để chuẩn bị dung dịch C.

Thêm riêng rẽ vào 4 bình định mức 25 ml (ký hiệu A, B, C, D), lần lượt 10 ml dung dịch (1), 10 ml dung dịch (2), 10 ml dung dịch (3) và 10 ml nước.

Thêm vào mỗi bình 5 ml dung dịch sắt (III) amoni sulfat (TT), trộn đều và thêm từng giọt, vừa thêm vừa lắc 2 ml acid nitric (TT) và 5 ml dung dịch thủy ngân (II) thiocyanat (TT), lắc. Pha loãng dung dịch trong mỗi bình thành 25,0 ml bằng nước và để các bình trong chậu nước ở 20 °C trong 15 min.

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) ở bước sóng 460 nm, trong cốc đo 2 cm của dung dịch A, dùng dung dịch B làm mẫu trắng và của dung dịch C, dùng dung dịch D làm mẫu trắng. Độ hấp thụ của dung dịch A không được lớn hơn độ hấp thụ của dung dịch C.

Kim loại nặng

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

Lấy 2,0 g chế phẩm tiến hành thử theo phương pháp 3. Dùng 2 ml dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 2,0 % (Phụ lục 9.6).
(1,000 g; 100 °C đến 105 °C).

Định lượng

Hòa tan 0,250 g chế phẩm trong 20 ml acid acetic khan (TT), làm nóng đến 50 °C nếu cần thiết. Để nguội, dùng 0,05 ml dung dịch naphtholbenzein (TT) làm chỉ thị. Chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ) đến khi màu xanh lục xuất hiện.

1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ) tương đương với 14,41 mg $C_7H_5NaO_2$.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Chất bảo quản.

NATRI BROMID

NaBr

P.t.l: 102,9

Natri bromid phải chứa từ 98,5 % đến 101,0 % NaBr, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột cốm màu trắng hay gần như trắng hoặc tinh thể nhỏ mờ đục hay trong suốt không màu, hơi hút ẩm.

Dễ tan trong nước, tan trong ethanol 96 %.

Định tính

A. Chế phẩm phải cho phản ứng (A) của bromid (Phụ lục 8.1).

B. Dung dịch S (xem Độ trong và màu sắc của dung dịch) phải cho phản ứng của ion natri (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 10,0 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).

Giới hạn acid - kiềm

Thêm 0,1 ml dung dịch xanh bromothymol (TT) vào 10 ml dung dịch S. Lượng dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CĐ) hoặc dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ) cần dùng để làm dung dịch chuyển màu không quá 0,5 ml.

Bromat

Thêm 1 ml dung dịch hồ tinh bột (TT), 0,1 ml dung dịch kali iodid 10 % (TT) và 0,25 ml dung dịch acid sulfuric 0,5 M (TT) vào 10 ml dung dịch S. Để yên ở chỗ tối trong 5 min. Không được có màu xanh hoặc tím xuất hiện.

Clorid và sulfat

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Hòa tan 0,600 g kali hydroxyd (TT) trong nước dùng cho sắc ký và pha loãng thành 1000,0 ml với cùng dung môi.