

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.

Dung dịch thử (1): Hòa tan 0,400 g chế phẩm trong 50 ml nước dùng cho sắc ký và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 25,0 ml dung dịch thử (1) thành 50,0 ml bằng nước dùng cho sắc ký.

Dung dịch đối chiếu (1): Thêm 1,0 ml dung dịch sulfat chuẩn 10 phần triệu SO_4 (TT) và 12,0 ml dung dịch clorid chuẩn 50 phần triệu Cl (TT) vào 25,0 ml dung dịch thử (1) và pha loãng thành 50,0 ml bằng nước dùng cho sắc ký.

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 10,0 ml dung dịch thử (1) thành 100,0 ml bằng nước dùng cho sắc ký. Lấy 2,0 ml dung dịch thu được, thêm 8,0 ml dung dịch clorid chuẩn 50 phần triệu Cl (TT) và pha loãng thành 20,0 ml bằng nước dùng cho sắc ký.

Mẫu trắng: Nước dùng cho sắc ký.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 2 mm) được nhồi pha tĩnh là hạt trao đổi anion có tính kiềm mạnh loại dùng cho sắc ký (13 μm).

Detector điện dẫn với bộ khử ion phù hợp.

Tốc độ dòng: 0,4 ml/min.

Thể tích tiêm: 50 μl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký với dung dịch thử (2), dung dịch đối chiếu (1), (2) và mẫu trắng.

Tiến hành sắc ký với thời gian gấp 2,5 lần thời gian lưu của bromid.

Thời gian lưu của clorid khoảng 5 min, của bromid khoảng 8 min, của sulfat khoảng 16 min.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2), độ phân giải giữa pic của clorid và pic của bromid ít nhất là 8,0.

Giới hạn:

Dùng sắc ký đồ của mẫu trắng để hiệu chỉnh diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) và dung dịch đối chiếu (1).

Clorid: Diện tích pic clorid trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) không được lớn hơn chênh lệch giữa diện tích pic clorid trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) và diện tích pic clorid trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) (0,6 %).

Sulfat: Diện tích pic sulfat trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) không được lớn hơn chênh lệch giữa diện tích pic sulfat trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) và diện tích pic sulfat trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) (100 phần triệu).

Iodid

Thêm 0,15 ml dung dịch sắt (III) clorid 10,5 % (TT) và 2 ml methylen clorid (TT) vào 5 ml dung dịch S. Lắc và để tách lớp. Lớp dưới không được có màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 1).

Sắt

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Lấy 5 ml dung dịch S pha loãng thành 10 ml bằng nước để thử.

Magnesi và các kim loại kiềm thổ

Không được quá 0,02 % tính theo Ca (Phụ lục 9.4.16).

Lấy 10,0 g chế phẩm tiến hành thử. Thể tích của dung dịch natri edetat 0,01 M (CĐ) đã dùng không được quá 5,0 ml.

Kim loại nặng

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

Lấy 12 ml dung dịch S thử theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT) làm mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 3,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 105 °C; 3 h).

Định lượng

Hòa tan 85,0 mg chế phẩm trong nước, thêm 5 ml dung dịch acid nitric loãng (TT) và pha loãng thành 50,0 ml bằng nước. Chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ). Xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2).

1 ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ) tương đương với 10,29 mg NaBr.

Tính hàm lượng phần trăm của NaBr theo công thức sau:

$$a - 2,902b$$

Trong đó:

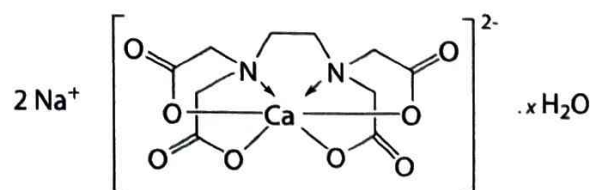
a là hàm lượng phần trăm của NaBr và NaCl trong phần định lượng tính theo NaBr.

b là hàm lượng phần trăm của Cl trong phép thử Clorid và sulfat.

Bảo quản

Trong bao bì kín.

NATRI CALCI EDETAT



P.t.l: 374,3 (khan)

Natri calci edetat là dinatri [(ethylenedinitrilo) tetraacetato] calciat (2-) có chứa một lượng không xác định nước kết tinh, phải chứa từ 98,0 % đến 102,0 % $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$, tính theo chế phẩm khan.