

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:

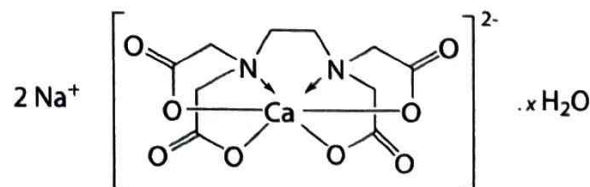
a là hàm lượng phần trăm của NaBr và NaCl trong phần định lượng tính theo NaBr.

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.

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng, hút ẩm. Dễ tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol 96 %.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A, C, D.

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 natri calci edetat chuẩn. Chuẩn bị mẫu đo dưới dạng đĩa nén.

B. Hòa tan 2 g chế phẩm trong 10 ml nước, thêm 6 ml dung dịch chì nitrat (TT), lắc và thêm 3 ml dung dịch kali iodid 16,6 % (TT), không được có tủa màu vàng xuất hiện. Kiểm tra dung dịch trên bằng cách thêm dung dịch amoniac 2 M (TT) dùng giấy quỳ đỏ làm chỉ thị và thêm 3 ml dung dịch amoni oxalat 4 % (TT), tủa trắng tạo thành.

C. Hòa tan 0,5 g chế phẩm trong 10 ml nước, thêm 10 ml dung dịch kali pyroantimonat (TT), tinh thể trắng được tạo thành. Dùng thìa thủy tinh cọ vào thành ống để tăng tốc độ tạo thành tủa.

D. Nung chế phẩm, cần sau nung cho phản ứng (B) của ion calci (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 100,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

pH

Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxide (TT) và pha loãng thành 25,0 ml với cùng dung môi. pH của dung dịch thu được từ 6,5 đến 8,0 (Phụ lục 6.2).

Tạp chất A

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3). Tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng.

Pha động: Hòa tan 50,0 mg sắt sulfat pentahydrat (TT) trong 50 ml dung dịch acid sulfuric 0,5 M (TT), thêm 750 ml nước và điều chỉnh đến pH 1,5 bằng dung dịch acid sulfuric 0,5 M (TT) hoặc dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT), thêm 20 ml ethylen glycol (TT) và thêm nước vừa đủ 1000 ml.

Hỗn hợp dung môi: Hòa tan 10,0 g sắt sulfat pentahydrat (TT) trong 20 ml dung dịch acid sulfuric 0,5 M (TT), thêm 780 ml nước và điều chỉnh đến pH 2,0 bằng dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT), thêm nước vừa đủ 1000 ml.

Dung dịch thử: Hòa tan 0,100 g chế phẩm trong hỗn hợp dung môi và pha loãng thành 25,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 40,0 mg acid nitrilotriacetic (TT) trong hỗn hợp dung môi và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Thêm vào 1,0 ml dung dịch thu được 0,1 ml dung dịch thử và pha loãng thành 100,0 ml bằng hỗn hợp dung môi.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (10 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh carbon graphiti hình cầu dùng cho sắc ký (5 μm) với diện tích bề mặt riêng 120 m²/g và kích thước lỗ xốp 25 nm.

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 273 nm.

Tốc độ dòng: 1,0 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 μl.

Cách tiến hành:

Lọc và tiêm các dung dịch ngay lập tức.

Tiến hành sắc ký với thời gian gấp 4 lần thời gian lưu của phức hợp sắt của tạp chất A.

Thời gian lưu của phức hợp sắt của tạp chất A khoảng 5 min, của phức hợp sắt của acid edetic khoảng 10 min.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu, độ phân giải giữa pic của phức hợp sắt của tạp chất A và pic của phức hợp sắt của acid edetic ít nhất là 7; tỉ số tín hiệu trên nhiều ít nhất là 50 đối với pic tạp chất A.

Giới hạn:

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

Ghi chú:

Tạp chất A: Acid nitrilotriacetic.

Dinatri edetat

Không được quá 1,0 %.

Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong 250 ml nước. Thêm 10 ml dung dịch đệm amoniac pH 10,0 (TT) và khoảng 50 mg hỗn hợp đen eriocrom T (TT). Chỉ thị phải chuyển màu tím khi thêm không quá 1,5 ml dung dịch magnesi clorid 0,1 M (CĐ).

Clorid

Không được quá 0,1 %.

Dung dịch thử: Hòa tan 0,7 g chế phẩm trong nước và pha loãng thành 20 ml với cùng dung môi. Thêm 30 ml dung dịch acid nitric loãng (TT) vào dung dịch thu được và để yên 30 min, sau đó lọc. Pha loãng 10 ml dịch lọc thành 50 ml bằng nước.

Dung dịch đối chiếu: Lấy 0,40 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 M (TT), thêm 6 ml dung dịch acid nitric loãng (TT) và pha loãng thành 50 ml bằng nước.

Lọc dung dịch thử và dung dịch đối chiếu nếu cần. Thêm 1 ml dung dịch bạc nitrat 1,7 % (TT) vào hai dung dịch, trộn đều. Để yên 5 min tránh ánh sáng.

Dung dịch thử không được đục hơn dung dịch đối chiếu.

Sắt

Không được quá 80 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Pha loãng 2,5 ml dung dịch S thành 10,0 ml bằng nước và tiến hành thử. Thêm 0,25 g calci clorid (TT) vào dung dịch thử và chuẩn trước khi thêm acid mercaptoacetic (TT).

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

NATRI CAMPHOSULFONAT

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

Lấy 1,0 g chế phẩm tiến hành thử theo phương pháp 6. Dùng 2 ml *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT)* để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Nước

Từ 5,0 đến 13,0 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 0,200 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan khoảng 0,500 g chế phẩm trong *nước* và pha loãng thành 200 ml với cùng dung môi. Lấy 20,0 ml dung dịch thu được, thêm 80 ml *nước* và điều chỉnh đến pH 2 bằng *dung dịch acid nitric loãng (TT)*. Thêm 0,1 ml *dung dịch da cam xylanol (TT)* làm chỉ thị và chuẩn độ bằng *dung dịch bismuth nitrat 0,01 M (CĐ)* đến khi màu dung dịch chuyển từ vàng sang đỏ.

1ml *dung dịch bismuth nitrat 0,01 M (CĐ)* tương đương với 3,74 mg $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

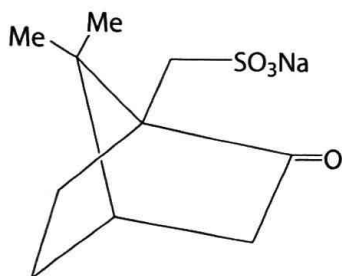
Loại thuốc

Làm chất tạo phức điều trị ngộ độc chì.

Chế phẩm

Dung dịch tiêm truyền.

NATRI CAMPHOSULFONAT



$C_{10}H_{15}O_4SNa$

P.t.l: 254,3

Natri camphosulfonat là muối natri của acid 10-camphosulfonic (acid 7,7-dimethyl-2-oxobicyclo-[2.2.1] heptan-1-methansulfonic), thu được bằng cách điều chế từ camphor (thiên nhiên hay tổng hợp) với acid sulfuric đậm đặc và anhydrid acetic.

Tính chất

Bột kết tinh trắng, có mùi long não nhẹ, vị hơi đắng. Dễ bị hút ẩm, vón cục, đổi màu vàng.

Rất dễ tan trong nước; tan trong ethanol; ít tan trong ether, benzen, cyclohexan; không tan trong carbon tetrachlorid.

Định tính

A. Điểm chảy: 283 °C đến 286 °C (Phụ lục 6.7).

B. Góc quay cực riêng:

+17,25° đến +19,25° (đối với natri camphosulfonat điều chế từ camphor thiên nhiên).

-1,5° đến +1,5° (đối với natri camphosulfonat điều chế từ camphor tổng hợp, racemic).

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong *nước*, pha loãng thành 25,0 ml với cùng dung môi và tiến hành đo (Phụ lục 6.4).

C. Đun nóng khoảng 1 g chế phẩm với vài viên *natri hydroxyd (TT)*, sẽ bốc mùi đặc trưng của camphor.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Hòa tan 2 g chế phẩm trong 10 ml *nước*. Dung dịch thu được phải trong (Phụ lục 9.2) và không được có màu đậm hơn màu của *dung dịch iod 0,00005 N*.

pH

Hòa tan 1 g chế phẩm trong 10 ml *nước không có carbon dioxyd (TT)*. pH của dung dịch thu được phải từ 6,0 đến 8,0 (Phụ lục 6.2).

Bari

Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 5 ml *nước*, thêm 2 giọt *dung dịch acid hydrochloric 10 % (TT)* và 2,5 ml *dung dịch bão hòa calci sulfat (TT)*. Dung dịch thu được phải trong.

Clorid

Không được quá 0,01 % (Phụ lục 9.4.5).

Hòa tan 0,5 g chế phẩm trong 15 ml *nước* và tiến hành thử.

Sulfat

Không được quá 0,05 % (Phụ lục 9.4.14).

Hòa tan 0,3 g chế phẩm trong 15 ml *nước* và tiến hành thử.

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Hòa tan 2,0 g chế phẩm trong *nước* và pha loãng thành 20 ml với cùng dung môi. Lấy 12 ml dung dịch này thử theo phương pháp 1.

Dùng *dung dịch chì mẫu 2 phần triệu Pb (TT)* để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 2,7 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 100 °C đến 105 °C; 2 h).

Bảo quản

Trong chai lọ nút kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Kích thích thần kinh trung ương (ưu tiên hành não). Dùng kích thích hô hấp và trợ tim.

Chế phẩm

Dung dịch tiêm; dung dịch uống nhỏ giọt.