

Thêm 5 ml nước và 10 ml acid nitric loãng (TT) vào 5 ml dung dịch S, sau đó lọc. Pha loãng 10 ml dịch lọc thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Sulfat

Không được quá 0,06 % (Phụ lục 9.4.14).

Pha loãng 2,5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Kim loại nặng

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

Hòa tan 1,60 g chế phẩm trong 16 ml hỗn hợp nước - ethanol 96 % (5 : 10). Lấy 12 ml dung dịch tiến hành thử theo phương pháp 2. Dùng 10 ml dung dịch chỉ mẫu 2 phần triệu thu được bằng cách pha loãng từ dung dịch chỉ mẫu 100 phần triệu Pb (TT) với hỗn hợp nước - ethanol 96 % (5 : 10), để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).

(1,00 g; 105 °C).

Định lượng

Hòa tan 0,130 g chế phẩm trong 30 ml acid acetic khan (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N (CD). 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 (CD) tương đương với 16,01 mg C₇H₅NaO₃.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

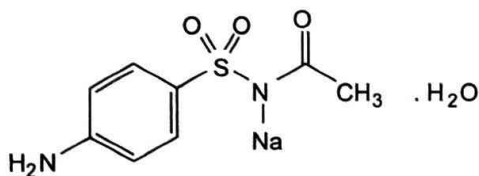
Loại thuốc

Chống viêm, giảm đau.

Chế phẩm

Viên nén.

NATRI SULFACETAMID



C₈H₉N₂NaO₃S.H₂O

P.t.l: 254,2

Natri sulfacetamid là natri acetyl[(4-aminophenyl)sulfonyl]azanid, phải chứa từ 99,0 % đến 101,0 % C₈H₉N₂NaO₃S, tính theo chế phẩm khan.

Tính chất

Bột kết tinh trắng hoặc trắng ánh vàng. Dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol khan.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A, E.

Nhóm II: B, C, D, E.

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

B. Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong dung dịch đệm phosphat pH 7,0 (TT) và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng dung dịch đệm phosphat pH 7,0 (TT). Phổ hấp thụ ánh sáng (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được từ bước sóng 230 nm đến 350 nm có một cực đại hấp thụ tại bước sóng 255 nm. Độ hấp thụ riêng tại bước sóng cực đại từ 660 đến 720, tính theo chế phẩm khan.

C. Hòa tan 1 g chế phẩm trong 10 ml nước, thêm 6 ml dung dịch acid acetic 2 M (TT), lọc lấy tủa. Rửa tủa bằng một lượng nhỏ nước và sấy ở 100 °C đến 105 °C trong 4 h. Nhiệt độ nóng chảy của tủa thu được phải từ 181 °C đến 185 °C (Phụ lục 6.7).

D. Hòa tan khoảng 1 mg tủa thu được ở phản ứng định tính C trong 1 ml nước bằng cách đun nóng. Dung dịch thu được cho phản ứng của amin thơm bậc nhất (Phụ lục 8.1) với tủa màu đỏ cam tạo thành.

E. 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 1,25 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyd (TT) và pha loãng thành 25 ml với cùng dung môi.

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và có màu không được đậm hơn dung dịch màu mẫu VL₄ (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

pH

Từ 8,0 đến 9,5 (Phụ lục 6.2).

Dùng dung dịch S để đo.

Tạp chất liên quan

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3). Chuẩn bị các dung dịch ngay trước khi dùng và tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng.

Pha động: Acid acetic băng - methanol - nước dùng cho sắc ký (1 : 10 : 89).

Dung dịch thử: Hòa tan 0,200 g chế phẩm trong pha động và pha loãng thành 10,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 5 mg natri sulfacetamid chuẩn và 5 mg sulfanilamid (TT) (tạp chất A) trong 1,0 ml pha động.

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 1,0 ml dung dịch thử thành 100,0 ml bằng pha động. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 10,0 ml bằng pha động.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (12,5 cm × 4 mm) được nhồi pha tĩnh end-capped octadecylsilyl silica gel dùng cho sắc ký (5 μm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 254 nm.

NATRI SULFAT

Tốc độ dòng: 0,8 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký với thời gian gấp 7 lần thời gian lưu của sulfacetamid.

Thời gian lưu tương đối so với sulfacetamid (thời gian lưu khoảng 5 min) của tạp chất A khoảng 0,5. Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1), độ phân giải giữa pic của tạp chất A và pic của sulfacetamid ít nhất là 5,0.

Giới hạn:

Đề tính hàm lượng, nhân diện tích pic của tạp chất A với hệ số hiệu chỉnh là 0,5.

Tạp chất A: Diện tích pic tạp chất A đã hiệu chỉnh không được lớn hơn 2 lần diện tích pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) (0,2 %).

Tạp chất khác: Với mỗi tạp chất, diện tích pic không được lớn hơn diện tích pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) (0,10 %).

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

Bỏ qua những pic có diện tích nhỏ hơn hoặc bằng 0,5 lần diện tích pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) (0,05 %).

Ghi chú:

Tạp chất A: A. 4-aminobenzensulfonamid (sulfanilamid).

Tạp chất B: N-(4-sulfamoylphenyl)acetamid.

Tạp chất C: N-[[4-(acetylamino)phenyl]sulfonyl]acetamid.

Tạp chất D: 4,4'-sulfonyldianilin (dapson).

Sulfat

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.4.14).

Hòa tan 2,5 g chế phẩm trong nước cất và pha loãng thành 25 ml với cùng dung môi. Thêm 25 ml dung dịch acid acetic 2 M (TT), lắc 30 min và lọc. Lấy 15 ml dịch lọc để thử.

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8)

Lấy 12 ml dịch lọc thu được ở mục Sulfat tiến hành theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Nước

Từ 6,0 % đến 8,0 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 0,200 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan 0,500 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 50 ml nước và 20 ml dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT). Thêm 3 g kali bromid (TT), làm lạnh dung dịch trong nước đá và tiến hành phương pháp chuẩn độ bằng nitrit (Phụ lục 10.4). Xác định điểm kết thúc bằng phương pháp đo điện.

1 ml dung dịch natri nitrit 0,1 M (CĐ) tương đương với 23,62 mg C₈H₉N₂NaO₃S.

Bảo quản

Tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Kháng khuẩn.

Chế phẩm

Thuốc nhỏ mắt.

NATRI SULFAT

Natri sulfat ngậm mười phân tử nước

Na₂SO₄·10H₂O

P.t.l: 322,2

Natri sulfat phải chứa từ 98,5 % đến 101,0 % Na₂SO₄, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh màu trắng hay gần như trắng hoặc tinh thể trong suốt không màu.

Dễ tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol 96 %.

Tan một phần trong nước kết tinh của chính nó ở khoảng 33 °C.

Định tính

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

B. Chế phẩm phải cho phản ứng của sulfat (Phụ lục 8.1).

C. Chế phẩm phải đáp ứng phép thử Mất khối lượng do làm khô.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 5,0 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyl (TT) được chuẩn bị từ nước cất 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.

Clorid

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.4.5).

Pha loãng 5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Calci

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.4.3), nếu chế phẩm được dùng để sản xuất thuốc tiêm truyền.

Pha loãng 10 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước cất và tiến hành thử.

Sắt

Không được quá 40 phần triệu (Phụ lục 9.4.13), nếu chế phẩm được dùng để sản xuất thuốc tiêm truyền.

Pha loãng 5 ml dung dịch S thành 10 ml bằng nước và tiến hành thử.