

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.

DUỐC ĐIỂN VIỆT NAM VI

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.

Magnesi

Không được quá 0,01 %, nếu chế phẩm được dùng để sản xuất thuốc tiêm truyền.

Thêm 1 ml *glycerin 85 % (TT)*, 0,15 ml *dung dịch vàng titan (TT)*, 0,25 ml *dung dịch amoni oxalat 4 % (TT)* và 5 ml *dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT)* vào 10 ml *dung dịch S*, lắc đều. *Dung dịch thu được* nếu có màu hồng thì màu không được đậm hơn màu của *dung dịch đối chiếu* được chuẩn bị đồng thời trong cùng một điều kiện, nhưng thay 10 ml *dung dịch S* bằng hỗn hợp 5 ml *dung dịch magnesi mẫu 10 phần triệu Mg (TT)* và 5 ml *nước*.

Kim loại nặng

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

Lấy 12 ml *dung dịch S*, tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng *dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT)* để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Từ 52,0 % đến 57,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 30 °C trong 1 h; sau đó 130 °C).

Định lượng

Hòa tan 0,250 g chế phẩm trong 40 ml *nước*. Thêm vào *dung dịch thu được* hỗn hợp gồm có 0,2 ml *dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT)* và 80 ml *methanol (TT)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch chì nitrat 0,1 M (CĐ)*. Xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) dùng điện cực chọn lọc chì làm điện cực chỉ thị và điện cực bạc - bạc clorid làm điện cực đối chiếu.

1 ml *dung dịch chì nitrat 0,1 M (CĐ)* tương đương với 14,20 mg Na_2SO_4 .

Bảo quản

Trong bao bì kín.

Loại thuốc

Thuốc nhuận tràng.

Nhãn

Nhãn cần ghi rõ nếu chế phẩm phù hợp dùng để sản xuất thuốc tiêm.

NATRI SULFAT KHAN

Na_2SO_4

P.t.l: 142,0

Natri sulfat khan phải chứa từ 98,5 % đến 101,0 % Na_2SO_4 , tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng, hút ẩm. Dễ tan trong nước.

Định tính

- Chế phẩm phải cho phản ứng của ion natri (Phụ lục 8.1).
- Chế phẩm phải cho phản ứng của sulfat (Phụ lục 8.1).
- 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 2,2 g chế phẩm trong *nước không có carbon dioxyd (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 hydrocloric 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 0,045 % (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 0,045 % (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 90 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.

Magnesi

Không được quá 0,02 %, nếu chế phẩm được dùng để sản xuất thuốc tiêm truyền.

Thêm 1 ml *glycerin 85 % (TT)*, 0,15 ml *dung dịch vàng titan (TT)*, 0,25 ml *dung dịch amoni oxalat 4 % (TT)* và 5 ml *dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT)* vào 10 ml *dung dịch S*, lắc đều. *Dung dịch thu được* nếu có màu hồng thì màu không được đậm hơn màu của *dung dịch đối chiếu* được chuẩn bị đồng thời trong cùng một điều kiện, nhưng thay 10 ml *dung dịch S* bằng hỗn hợp 5 ml *dung dịch magnesi mẫu 10 phần triệu Mg (TT)* và 5 ml *nước*.

Kim loại nặng

Không được quá 45 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Lấy 12 ml *dung dịch S*, tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng *dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT)* để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 130 °C).

Định lượng

Hòa tan 0,100 g chế phẩm trong 40 ml *nước*. Thêm vào *dung dịch thu được* hỗn hợp gồm có 0,2 ml *dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT)* và 80 ml *methanol (TT)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch chì nitrat 0,1 M (CĐ)*. Xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế